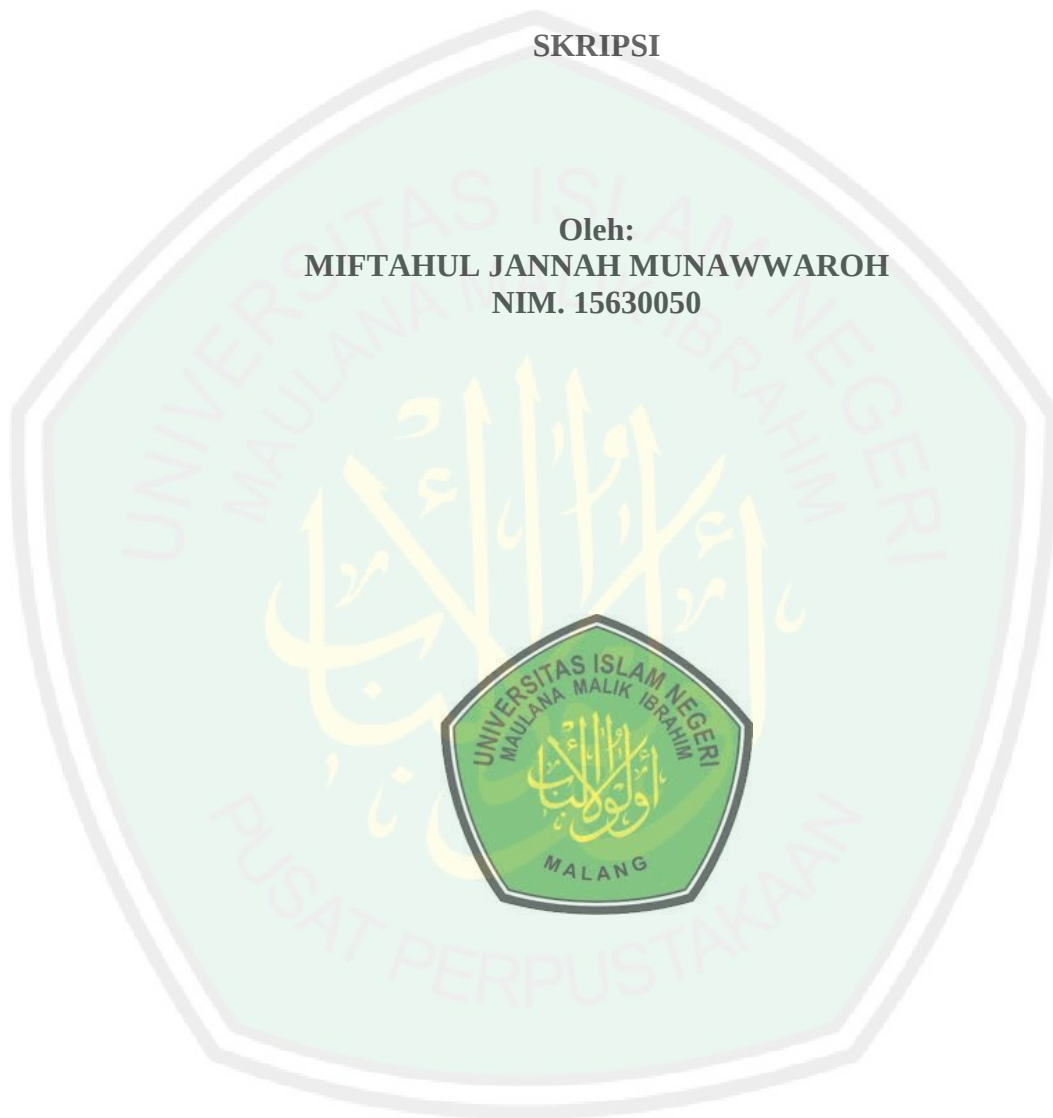


**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT-KARBOKSIMETIL  
SELULOSA DARI BATANG JAGUNG MENGGUNAKAN VARIASI  $\text{CaCl}_2$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**MIFTAHUL JANNAH MUNAWWAROH**  
**NIM. 15630050**



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT-KARBOKSIMETIL  
SELULOSA DARI BATANG JAGUNG MENGGUNAKAN VARIASI  $\text{CaCl}_2$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**MIFTAHUL JANNAH MUNAWWAROH**  
**NIM. 15630050**

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-KARBOKSIMETIL  
SELULOSA DARI BATANG JAGUNG MENGGUNAKAN VARIASI  $\text{CaCl}_2$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**MIFTAHUL JANNAH MUNAWWAROH**  
NIM. 15630050

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal : 12 Desember 2019

Pembimbing I



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

Pembimbing II



Ahmad Abtokhi, M. Pd  
NIP. 19761003 200312 1 004

Mengetahui,  
Ketua Jurusan



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT-KARBOKSIMETIL  
SELULOSA DARI BATANG JAGUNG MENGGUNAKAN VARIASI  $\text{CaCl}_2$**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**MIFTAHUL JANNAH MUNAWWAROH**  
NIM. 15630050

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi  
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan  
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)  
Tanggal : 12 Desember 2019

Penguji Utama : Suci Amalia, M.Sc  
NIP. 19821101 200901 2 007

(.....)

Ketua Penguji : Vina Nurul Istighfarini, M.Si  
NIP. LB 63025

(.....)

Sekretaris Penguji : Eny Yulianti, M.Si  
NIP. 19821101 200901 2 007

(.....)

Anggota Penguji : Ahmad Abtokhi, M.Pd  
NIP. 19761003 200312 1 004

(.....)



Mengesahkan,  
Ketua Jurusan

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

**PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN**

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Miftahul Jannah Munawwaroh  
NIM : 15630050  
Jurusan : Kimia  
Fakultas : Sains dan Teknologi  
Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat-Karboksimetil Selulosa dari Batang Jagung Menggunakan Variasi  $\text{CaCl}_2$ ”

Menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi yang saya tulis benar merupakan hasil karya saya sendiri, bukan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain, kecuali dengan mencantumkan sumber/referensi pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari hal tersebut terbukti bahwa skripsi ini hasil jiplakan dari orang lain maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan yang telah dilakukan.

Malang, 12 Desember 2019

Yang Membuat Pernyataan



Miftahul Jannah M  
NIM. 15630050

## MOTTO

عندما تشعر بالهدوء...

تذكر نفسك أنّ الله يبتعد عنك بحيث لا يوجد "سوى الله وأنت"

Therefore, humble yourself under the mighty hand of God, that you may be exalted in due. Then... Leave all your worries to Him because He knew better what is the best for you future.



## HALAMAN PERSEMBAHAN

*Alhamdulillah dengan segala puji serta rasa syukur yang tak terhingga bisa sampai pada titik ini*

*“Karya ini saya persembahkan special untuk kedua orang tua saya yaitu Abah Muhammad Urip dan Umy Muzayanah beserta segenap keluarga yang selalu mensupport dan mendo’akan saya agar tetap kuat dan sabar menghadapi apa yang telah saya alami”*

*Syukron Katsir Aidhon Kepada Guru Besar P.P. Al-Qodiri 1 Jember ya’ni K.H. Ahmad Muzakky Syah beserta keluarga yang telah mendo’akan santrinya setiap pagi hingga malam agar menjadi orang yang sukses dan berguna bagi Bangsa dan Negara.*

*Terima kasih pula saya haturkan kepada Bu Eny Yulianti, Bu Lilik Miftahul Khoiroh serta Pak Ahmad Abtokhi sebagai dosen pembimbing yang senantiasa memberi bimbingan serta dukungan dalam menyelesaikan karya ini.*

*Begitu pula dengan “Team Beads” (Anggun, Fairuz, Laila), “Tim Kimia Fisik Squad” (Jama’atin, Mbak Zulkaidah dan Ainur) serta Teman seperjuangan (Muhammad Zyainullah, Neng Sri Wahyuni, Sofiyani Kusuma Dewi dan Rica wakhayu Wuda).*

## KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikumWr. Wb

Syukur Alhamdulillah penulis haturkan terima kasih atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan Rahmat dan Hidayah-Nya, sehingga penulis dapat menyelesaikan laporan hasil penelitian dengan judul **“Sintesis dan Karakterisasi Alginat-Karboksimetil Selulosa Beads dari Batang Jagung Menggunakan Variasi  $\text{CaCl}_2$ ”**. Bersamaan dengan ini penulis ingin mengucapkan banyak terima kasih kepada :

1. Orang tua terutama abah dan umy beserta sanak saudara penulis, terima kasih telah membantu dalam penulisan skripsi dengan segala arahan, nasehat serta do'a yang telah kalian berikan.
2. Elok Kamilah Hayati, M. Si, selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Eny Yulianti, M.Si., selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan serta bimbingannya.
4. Suci Amalia, M.Si, selaku penguji skripsi yang telah memberikan pengarahan dan bimbingannya.
5. Ahmad Abtokhi, M.Pd., selaku pembimbing agama yang telah memberikan pengarahan serta bimbingannya.
6. Semua pihak terutama *“Team Beads”* (Fayrus, Laila dan Anggun) yang telah membantu dalam menyelesaikan proposal penelitian baik berupa material maupun moril.
7. Semua pihak yang membantu terutama (Zainul, Sri Wahyuni, Ainur, dan Yusuf) selaku teman yang selalu mensupport dan nasehat ketika saya

merasa terpuruk hingga saya bisa sampai pada tahap ini dan menyelesaikan skripsi ini .

8. Semua pihak yang ikut serta membantu dalam penelitian saya khususnya “ITB” dan “UB” selaku pihak bagian karakterisasi *beads* yang telah memberikan dukungan dan bantuannya.

Penulis menyadari bahwa penulisan tugas akhir ini masih banyak kekurangan, oleh karena itu penulis sangat mengharap kritik dan saran. Semoga apa yang telah penulis peroleh dapat bermanfaat bagi para pembaca. *Amin Yarabbal ‘Alamin*

Wassalamu’alaikumWr. Wb

Malang, 12 Desember 2019

Penulis

## DAFTAR ISI

|                                                                                       |      |
|---------------------------------------------------------------------------------------|------|
| HALAMAN JUDUL .....                                                                   | i    |
| HALAMAN PERSETUJUAN.....                                                              | ii   |
| HALAMAN PENGESAHAN.....                                                               | iii  |
| HALAMAN LEMBAR KEASLIAN TULISAN .....                                                 | iv   |
| MOTTO .....                                                                           | v    |
| HALAMAN PERSEMBAHAN .....                                                             | vi   |
| KATA PENGANTAR.....                                                                   | vii  |
| DAFTAR ISI.....                                                                       | ix   |
| DAFTAR TABEL.....                                                                     | xi   |
| DAFTAR GAMBAR.....                                                                    | xii  |
| DAFTAR LAMPIRAN .....                                                                 | xiii |
| ABSTRAK .....                                                                         | xiv  |
| ABSTRACT .....                                                                        | xv   |
| المخلص.....                                                                           | xvi  |
| <br><b>BAB I PENDAHULUAN</b>                                                          |      |
| 1.1 Latar Belakang .....                                                              | 1    |
| 1.2 Rumusan Masalah .....                                                             | 6    |
| 1.3 Tujuan Penelitian .....                                                           | 6    |
| 1.4 Batasan Masalah.....                                                              | 6    |
| 1.5 Manfaat Penelitian .....                                                          | 7    |
| <br><b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b>                                                    |      |
| 2.1 Potensi Batang Jagung Sebagai Selulosa .....                                      | 8    |
| 2.2 Sintesis Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Selulosa Batang Jagung.....            | 9    |
| 2.3 Komposisi Alginat Sebagai <i>Beads</i> Terbaik.....                               | 10   |
| 2.4 Kemampuan Kalsium Klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) Sebagai Agen <i>Crosslink</i> ..... | 12   |
| 2.5 Pembuatan Komposit <i>Beads</i> Alginat-Karboksimetil Selulosa.....               | 14   |
| 2.6 Karakterisasi.....                                                                | 17   |
| 2.6.1 Derajat Substitusi (DS).....                                                    | 17   |
| 2.6.2 Analisis gugus Fungsi menggunakan FTIR .....                                    | 18   |
| 2.6.3 Analisis Daya Mengembang ( <i>Swelling</i> ) Alginat-CMC <i>Beads</i> .....     | 20   |
| 2.6.4 Analisis Diameter <i>Beads</i> Menggunakan Mikroskop Optik.....                 | 20   |
| 2.6.5 Analisis Kekuatan Mekanik ( <i>Hardness</i> ) .....                             | 21   |
| 2.6.6 SEM-EDX .....                                                                   | 22   |
| 2.6.7 Uji Aktivitas <i>Beads</i> Terhadap Adsorpsi <i>Methylene Blue</i> .....        | 23   |
| <br><b>BAB III METODOLOGI</b>                                                         |      |
| 3.1 Waktu dan Tempat .....                                                            | 25   |
| 3.2 Alat dan bahan.....                                                               | 25   |
| 3.2.1 Alat.....                                                                       | 25   |
| 3.2.2 Bahan.....                                                                      | 25   |
| 3.3 Rancangan Penelitian .....                                                        | 25   |
| 3.4 Tahapan Penelitian .....                                                          | 26   |
| 3.5 Pelaksanaan Penelitian .....                                                      | 27   |
| 3.5.1 Preparasi Sampel.....                                                           | 27   |

|                                                                                     |           |
|-------------------------------------------------------------------------------------|-----------|
| 3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung .....                                   | 27        |
| 3.5.3 Pembuatan Karboksimetil Selulosa.....                                         | 27        |
| 3.5.4 Penentuan Konsentrasi Terbaik Variasi Crosslink $\text{CaCl}_2$ .....         | 28        |
| 3.5.5 Karakterisasi BACMC .....                                                     | 28        |
| 3.5.5.1 Penentuan Derajat Substitusi.....                                           | 28        |
| 3.5.5.2 Karakterisasi Gugus Fungsi .....                                            | 28        |
| 3.5.5.3 Uji <i>Swelling</i> dan Diameter Beads Alginat:CMC .....                    | 29        |
| 3.5.5.4 Uji Kekuatan Mekanik ( <i>Hardness</i> ) BACMC.....                         | 30        |
| 3.5.5.5 Karakterisasi Morfologi Permukaan .....                                     | 30        |
| 3.5.5.6 Uji Aktivitas <i>Beads</i> Terhadap Adsorpsi <i>Methylene Blue</i> .....    | 31        |
| 3.5.6 Analisis Data .....                                                           | 31        |
| <b>BAB IV PEMBAHASAN</b>                                                            |           |
| 4.1 Pembuatan <i>Beads-Alginat</i> Karboksimetil Selulosa .....                     | 32        |
| 4.2 Penentuan Derajat Substitusi Sintesis Karboksimetil Selulosa .....              | 33        |
| 4.3 Pengaruh Variasi Konsentrasi <i>Crosslink</i> $\text{CaCl}_2$ Terhadap Diameter |           |
| Pengukuran Mikroskop Optik, Daya <i>Swelling</i> dan Kekuatan Mekanik BACMC         |           |
| Mengadsorpsi Metilen Biru .....                                                     | 35        |
| 4.4 Pengaruh Pembuatan CMC Hasil Sintesis dan BACMC Terhadap Karakter               |           |
| FTIR .....                                                                          | 40        |
| 4.5 Analisis SEM-EDX BACMC .....                                                    | 45        |
| 4.6 Uji Aktivitas BACMC Menggunakan Metode Adsorpsi <i>Methylene Blue</i> .....     | 48        |
| <b>BAB V PENUTUP</b>                                                                |           |
| 5.1 Kesimpulan .....                                                                | 51        |
| 5.2 Saran.....                                                                      | 52        |
| <b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>                                                          | <b>53</b> |
| <b>LAMPIRAN</b>                                                                     |           |

## DAFTAR TABEL

|                                                                                                                              |    |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Tabel 1: Data Karakterisasi FTIR .....                                                                                       | 29 |
| Tabel 2: Daya <i>swelling</i> pada variasi komposisi alginat:CMC .....                                                       | 30 |
| Tabel 3: Hasil Penentuan Derajat Substitusi Berdasarkan Variasi Komposisi<br>NaMCA:Selulosa .....                            | 33 |
| Tabel 4: Data Bilangan Gelombang Spektrum IR .....                                                                           | 43 |
| Tabel 5: Persentase Unsur BACMC 3% dan 5% .....                                                                              | 46 |
| Tabel 6: Nilai Daya <i>Swelling Beads</i> .....                                                                              | 70 |
| Tabel L.4.1: Nilai daya <i>swelling beads</i> menggunakan variasi <i>crosslink</i> $\text{CaCl}_2$ 3, 4<br>dan 5% .....      | 74 |
| Tabel L.4.2: Nilai kapasitas adsorpsi <i>beads</i> menggunakan variasi <i>crosslink</i> $\text{CaCl}_2$<br>3, 4 dan 5% ..... | 85 |

## DAFTAR GAMBAR

|                                                                                                  |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Gambar 1: Struktur Molekul Selulosa.....                                                         | 8  |
| Gambar 2: Struktur Molekul Karboksimetil Selulosa (CMC) .....                                    | 9  |
| Gambar 3: Struktur alginat.....                                                                  | 11 |
| Gambar 4: Alginat dan alginat- <i>crosslink</i> .....                                            | 12 |
| Gambar 5: Teknik Pembuatan <i>Beads</i> .....                                                    | 14 |
| Gambar 6: Spektra FTIR Selulosadan CMC.....                                                      | 19 |
| Gambar 7: Spektra FTIR alginat-CMC danCa-Alginat .....                                           | 19 |
| Gambar 8: Hasil SEM Alginat-CMC <i>Beads</i> dan <i>crosslink</i> $\text{CaCl}_2$ .....          | 22 |
| Gambar 9: Batang Jagung, Selulosa dan Karboksimetil Selulosa .....                               | 32 |
| Gambar 10: Tahap Alkalisasi dan Karboksimetilasi.....                                            | 33 |
| Gambar 11: Perubahan Warna Titration.....                                                        | 34 |
| Gambar 12: Bentuk Fisik <i>Beads</i> Basah dan Kering.....                                       | 35 |
| Gambar 13: Karakterisasi Mikroskop Optik Perbandingan Basah, Kering Dan<br><i>Swelling</i> ..... | 35 |
| Gambar 14: Grafik Persentase Daya <i>Swelling Beads</i> .....                                    | 36 |
| Gambar 15: Grafik Persentase Diameter <i>Beads</i> .....                                         | 37 |
| Gambar 16: Karakterisasi <i>Beads</i> Menggunakan Mikroskop Optik .....                          | 37 |
| Gambar 17: Grafik Hasil Uji kekuatan Mekanik <i>Beads</i> .....                                  | 39 |
| Gambar 18: Spektra IR Tahap Pembuatan <i>Beads</i> .....                                         | 40 |
| Gambar 19: Spektra IR CMC dan Variasi Konsentrasi $\text{CaCl}_2$ .....                          | 42 |
| Gambar 20: Karakterisasi SEM <i>Beads</i> .....                                                  | 45 |
| Gambar 21: Grafik Penurunan Konsentrasi <i>Methylene Blue</i> .....                              | 47 |
| Gambar 22: Grafik Kapasitas Adsorpsi <i>Methylene Blue</i> .....                                 | 48 |

## DAFTAR LAMPIRAN

|                                          |    |
|------------------------------------------|----|
| Lampiran 1: Rancangan Penelitian .....   | 57 |
| Lampiran 2: Diagram Alir.....            | 58 |
| Lampiran 3: Perhitungan.....             | 63 |
| Lampiran 4: Lampiran Data Analisis ..... | 71 |
| Lampiran 5: Dokumentasi.....             | 72 |



## ABSTRAK

Munawwaroh, M.J. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat-Karboksimetil Selulosa dari Batang Jagung dengan Variasi Konsentrasi *Crosslink*  $\text{CaCl}_2$** . Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Skripsi. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si; Pembimbing II: Ahmad Abtokhi, M. Pd; Konsultan: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

---

**Kata kunci,** Batang jagung, alginat-karboksimetil selulosa, *beads*,  $\text{CaCl}_2$

Karboksimetil selulosa (CMC) merupakan turunan selulosa bersifat *biocompatible*, *biodegradable* dan memiliki viskositas tinggi sehingga berpotensi dalam pembuatan selulosa *beads*. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui konsentrasi *crosslink* terbaik membentuk *spherical beads* dengan daya *swelling* dan penambahan diameter yang tinggi, mengetahui karakter CMC berdasarkan analisis FTIR dan derajat substitusinya. Pada penelitian ini pembuatan *beads* alginat-karboksimetil selulosa dilakukan menggunakan variasi konsentrasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  yaitu 3; 4; 5 %. Pembuatan *beads* dilakukan dengan metode gelasi ionik dan dikarakterisasi menggunakan kemampuan mengembang (*swelling*), *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), mikroskop optik, uji kekuatan mekanik (*hardness*), SEM-EDX dan adsorpsi methylene blue. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, hasil karakterisasi FTIR menunjukkan pada bilangan gelombang 1596, 1413 dan 1258  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan terbentuknya karboksimetil selulosa serta interaksi gugus Ca-O pada bilangan gelombang sekitar 820  $\text{cm}^{-1}$ . Pada pembuatan *beads*, variasi konsentrasi *crosslink* berpengaruh terhadap karakterisasi yang ditentukan sehingga hasil daya *swelling* tertinggi ditunjukkan pada BACMC  $\text{CaCl}_2$  3% yaitu 92,64% dengan persentase penambahan diameter sebesar 18,59% yang memiliki kekuatan mekanik sebesar 109,71 N. Adapun hasil SEM-EDX morfologi permukaan BACMC 3% yang dihasilkan berbentuk bulat, rata, halus serta tidak memiliki lekukan sehingga menghasilkan kapasitas adsorpsi methylene blue tertinggi sebesar 41,30 mg/g dengan waktu perendaman selama 672 jam atau 28 hari.

## ABSTRACT

Munawwaroh, M. J. 2019. **Synthesis and Chacterization Beads Alginate-Carboxymethyl Cellulose From Corn Stalk Using Variety of Concentration Crosslink  $\text{CaCl}_2$** . Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Thesis. Supervisor I: EnyYulianti, M.Si; Supervisor II: Ahmad Abtokhi, M. Pd; Consultant: Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si.

---

**Keywords :** *Corn Stalk, alginate-carboxymethyl cellulose, beads,  $\text{CaCl}_2$ .*

Carboxymethyl cellulose (CMC) is cellulose derivative's that biocompatible, biodegradable and has a high viscosity so it has the potential in making cellulose beads. The purpose of this study was to determine the best concentration of crosslinks to form spherical beads with high swelling power, determined the character of CMC based on FTIR analysis and the degree of substitution. In this research, the synthesis of alginate-carboxymethyl cellulose beads was carried out using variety concentration of crosslinks  $\text{CaCl}_2$  were 3; 4; 5% Making beads is done by ionic gelation method and characterized by swelling ability, Fourier Transform Infra-Red (FTIR), optical microscope, hardness test SEM-EDX and adsorption of methylene blue. Based on the research that has been done, the results of FTIR characterization show that wave numbers of 1596, 1413 and 1258  $\text{cm}^{-1}$  indicate the formation of carboxymethyl cellulose as well as the interaction of Ca-O groups on wave numbers around 820  $\text{cm}^{-1}$ . In making beads variations of crosslink concentrations affect the characterization determined so that the highest swelling power results are shown in  $\text{CaCl}_2$  crosslink beads 3% namely 92.64% with a percentage increase in diameter of 18.59% which has a mechanical strength of 109.71 N. The results of SEM-EDX BACMC 3% surface morphology produced round, flat, smooth and have wrinkles is large and wide, so as to produce the highest adsorption capacity of methylene blue around 41.30 mg/g with immersion time for 672 hours or 28 days.

## الملخص

منورة، م. ج. ٢٠١٩. صناعة و توصيف *beads* الجينات كاربوكسي ميثيل السلولوس من سيقان الذرة مع انواع تركيز  $\text{CaCl}_2$  Crosslink. قسم الكيمياء ، كلية العلوم والتكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك إبراهيم الحكومية الإسلامية مالانج. بحث جامعي. المشرفة الأول: إيني يولياني، الماجستير. المشرف الثاني: أحمد أبطاخي ، الماجستير. المستشارة: ليليك مفتاح الغيرة ، الماجستير.

### الكلمات الرئيسية: الجينات كاربوكسي ميثيل السلولوز ، *beads* ، سيقان الذرة ، $\text{CaCl}_2$

كاربوكسي ميثيل السلولوز (CMC) هو مشتق السلولوز حيويًا ، قابلة للتحلل البيولوجي ولديه لزوجة عالية لذلك يحتمل في صناعة *beads* السلولوز. أهداف البحث يعني لتعرف افضل تركيزات *crosslink* ليشكل *beads* كروي لقدرة التضخم و زيادة قطر الدائرة العالية ، لتعرف وصف CMC تستند على تحليل FTIR ودرجة الاستبداله. في هذه البحث ، صناعة *beads* الجينات كاربوكسي ميثيل السلولوس يعمل مع انواع تركيزات  $\text{CaCl}_2$  *crosslink* يعني ٣ ؛ ٤ ؛ ٥٪. صناعة *beads* يعمل بمنحج الأيونية و توصيف ب *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)* و قدرة تضخم و مجهر ضوئي و تجربة الصلابية و SEM-EDX و امتزاز الميثيلين الأزرق. تستند في هذه البحث الذي يستعمل ، نتيجة الوصف FTIR تشير في عددان الموجان في ١٥٩٦ و ١٤١٣ و ١٢٥٨ سم<sup>-١</sup> تشير التشكيل كاربوكسي ميثيل السلولوس و تفاعل كتلات Ca-O في عدد الموجة حول ٨٢٠ سم<sup>-١</sup>. عند صناعة *beads* ، انواع تركيزات *crosslink* إلى التوصيف الذين تحديدون لذلك نتيجة الوصف من قدرة التضخم العالي تشير في BACMC ٣٪ يعني ٩٢،٦٤٪ بزيادة قطر الدائرة يعني ١٨،٥٩٪ و لديه القوة الميكانيكية يعني ١٠٩،٧١ نيوتن. اما نتيجة الوصف SEM-EDX سطح المورفولوجيا BACMC ٣٪ ينتاج *beads* يشكل كروي وناغم ولديه مسام وماله تعليمات كبيرة و واسعة لذلك ينتاج قدرة الامتزاز الميثيلين الأزرق العالي يعني ٤١،٣٠ ملغم/جم بوقت غمر لمدة ٦٧٢ ساعة أو ٢٨ يومًا.

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Batang jagung merupakan hasil produk samping dari tanaman jagung yang kelimpahannya di alam sangat banyak, sehingga sering dilalaikan oleh petani dan dibiarkan begitu saja tanpa proses daur ulang menjadi produk yang lebih bermanfaat (Islamiyati and Surahman, 2017). Menurut Asmoro dkk, (2018), batang jagung mengandung beberapa komponen kimia seperti selulosa 42,6%, hemiselulosa 21,3%, lignin 8,2% dan sisanya berupa komponen lain.

Berdasarkan banyaknya kandungan selulosa dalam batang jagung maka batang jagung berpotensi sebagai komposit selulosa *beads*. *Beads* adalah salah satu bentuk *spherical* padat yang biasanya digunakan dalam metode adsorpsi. Jika dibandingkan dengan metode adsorpsi menggunakan serbuk, *beads* lebih dipilih karena *beads* memiliki jari-jari pori lebih besar dibanding serbuk sehingga dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi. Serbuk memiliki kapasitas adsorpsi kurang maksimal sehingga perlu adanya upaya untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya. Salah satu cara dalam meningkatkan kapasitas adsorpsi yaitu melalui proses penggelembungan (*swelling*) yang dapat meningkatkan jari-jari porinya (Indrawati, 2013).

Berdasarkan penelitian sebelumnya Nurmasari dkk, (2009), *Beads* adalah salah satu bentuk alternatif yang dapat meningkatkan daya serap air (*swelling*). Hal tersebut disebabkan karena perbaikan sifat difusi dan hidrodinamisnya, berkaitan dengan terganggunya proses adsorpsi karena adanya hambatan sehingga dapat menurunkan kapasitas adsorpsinya. Menurut Basir dkk, (2017) menyatakan

bahwa upaya meningkatkan kapasitas adsorpsi limbah logam berat dengan mengkombinasikan arang aktif dan serbuk kitosan sebagai *filler* dan *matrix* membentuk komposit *beads*. Pada dasarnya serbuk kitosan saja menghasilkan efisiensi % teradsorpsi ion logam Pb, Zn dan Cu yaitu 80,506; 28,443; dan 74,606%. Hal tersebut didukung pula dengan penelitian Yulianti dkk, (2018) menyatakan bahwa menggunakan serbuk batang jagung termodifikasi asam sitrat 1,5 M menghasilkan % efisiensi teradsorpsi ion Cu dan Ni sebesar 28,25 dan 3,68%. Kemudian setelah dikombinasikan dengan arang aktif membentuk komposit *beads* menghasilkan peningkatan efisiensi % teradsorpsi ion logam Pb, Zn dan Cu yaitu 90,013; 43,989; dan 73,728% Basir dkk, (2017).

Berdasarkan kegunaan limbah batang jagung dalam membentuk *beads* maka limbah ini dapat didaur ulang menjadi produk yang lebih bermanfaat dalam kehidupan sehari-hari. Hal tersebut sesuai dengan firman Allah SWT dalam Q.S Al-An'am Ayat 95 yang berbunyi:

إِنَّ اللَّهَ فَالِقُ الْحَبِّ وَالنَّوَىٰ يُخْرِجُ الْحَيَّ مِنَ الْمَيِّتِ وَمُخْرِجُ الْمَيِّتِ مِنَ الْحَيِّ... ﴿٩٥﴾

Artinya: “Sesungguhnya Allah menumbuhkan butir tumbuh-tumbuhan dan biji buah-buahan. Dia mengeluarkan yang hidup dari yang mati dan mengeluarkan yang mati dari yang hidup....”

Ayat tersebut menjelaskan bahwa Allah menciptakan tumbuh-tumbuhan dari biji-bijian maupun benih. Tumbuhan tersebut salah satunya berupa jagung. Tumbuhan jagung diolah manusia menjadi berbagai produk dan menyisakan limbah berupa batang jagung yang kurang dimanfaatkan. Oleh karena itu, salah satu alternatif dalam pengolahan limbah tersebut yaitu dimanfaatkan sebagai bahan dalam pembuatan selulosa *beads* (Abdullah, 2007).

Selulosa merupakan salah satu polimer yang memiliki kemampuan sebagai *biodegradable*, *renewable* dan *biocompatible* yang dapat diaplikasikan secara luas, baik dalam bentuk selulosa alami maupun dimodifikasi menghasilkan turunan-turunannya (Gupta *et al.*, 2016). Menurut (Swatloski *et al.*, 2002), turunan ester dan eter dari selulosa diantaranya metil selulosa, etil selulosa, selulosa asetat, selulosa xantat, selulosa nitrat dan karboksimetil selulosa (CMC). Turunan ester dan eter yang digunakan pada penelitian ini berupa karboksimetil selulosa (CMC), merupakan salah satu modifikasi selulosa bermolekul tinggi yang memberikan sensitivitas terhadap pH dan variasi kekuatan ionik (Akalin and Pulat, 2018). Hal tersebut didukung dengan derajat polimerisasi (DP), semakin panjang rantai molekulnya maka semakin kental pula larutan yang terbentuk Eriningsih dkk, (2011). Kelebihan penggunaan CMC yaitu biopolymer yang stabil, non-toksik serta non-alergi yang dapat larut dalam air, biasanya digunakan sebagai pengubah atau pengental dalam pembuatan manik-manik (Habib *et al.*, 2018).

Kualitas pembuatan CMC dapat dikatakan berhasil berdasarkan penentuan derajat substitusinya (DS). Menurut (Bayramoglu *et al.*, 2003), CMC memiliki ketentuan derajat substitusi sekitar (0,60-0,95) dengan kisaran viskositas 700-1550 mPa pada suhu 25°C. Berdasarkan penelitian Ferdiansyah dkk, (2016), standarisasi derajat substitusi CMC menurut FAO berkisar (0,2-1,5), viskositas  $\geq 25$  cps dan kemurnian CMC  $\geq 99,5$  dengan kadar air kurang dari 12. Rendahnya kadar air CMC berbanding terbalik dengan nilai DS-nya sehingga semakin tinggi nilai DS maka polaritas CMC dalam air semakin baik. Kepolaran tersebut berkaitan dengan sifat hidrofilisitas CMC yang berasal dari gugus  $-\text{COO}^-$  yang

berikatan dengan gugus –OH, semakin banyak gugus –OH yang berikatan maka hidrofilitasnya semakin meningkat pula. Menurut (Chang *et al.*, 2010), salah satu modifikasi selulosa yang dapat digunakan sebagai absorben yaitu memiliki hidrofilisitas yang baik, serta dapat berkontribusi dalam meningkatkan pori. Berdasarkan peningkatan ukuran pori tersebut maka karboksimetil selulosa (CMC) dapat menghasilkan daya swelling yang tinggi. Hal tersebut ditunjukkan dengan penggunaan komposisi alginat:CMC sebesar 1:9 gram menggunakan epiklorohidrin (ECH) sebagai *crosslink*, menghasilkan peningkatan ukuran pori yang semakin besar serta rasio *swelling* maksimum sebesar  $\geq 1000$  gr/gr selama 12 jam.

Alginat merupakan salah satu komposisi penentu dalam pembuatan *beads* karena alginat memiliki sifat sebagai pembentuk gel *beads* berdasarkan struktur linier (blok M dan blok G) yang dimilikinya. Struktur tersebut membantu alginat menjadi bentuk gel (blok G) serta meningkatkan kelenturannya dalam bentuk gel (blok G dan GM), sehingga adanya penggabungan alginat dan CMC dapat meningkatkan kekentalan larutan menghasilkan daya *swelling beads* maksimum (Habib *et al.*, 2018). Komposisi selulosa (CMC) juga perlu diperhatikan dalam pembuatan *beads* karena berpengaruh terhadap daya serap air (*swelling*) ketika diaplikasikan. Berdasarkan penelitian yang dilakukan (Sonmez *et al.*, 2016), komposisi *beads* alginat menggunakan *crosslink* berupa zink asetat ( $C_4H_6O_4Zn$ ) yang mengandung selulosa sekitar 10% dan 25% akan memberikan daya adsorpsi berturut yaitu 68% dan 80%. Hal tersebut berbanding terbalik dengan komposisi *beads* alginat tanpa adanya selulosa sehingga hanya mampu mengadsorpsi sebesar 19%. Penambahan selulosa dalam *beads* alginat sangat berpengaruh terhadap

kemampuannya dalam mengadsorpsi sehingga semakin banyak penambahan selulosa maka daya *swelling* pun semakin meningkat.

Proses pembuatan *beads* alginat-karboksimetil selulosa (BACMC) juga memerlukan penambahan agen *Crosslink* yang berfungsi sebagai pengikat silang rantai polimer. Menurut (Choi *et al.*, 2009), ion yang dapat digunakan sebagai agen *crosslinking* diantaranya adalah  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  atau  $\text{Fe}^{3+}$ . Agencrosslinking yang digunakan pada penelitian ini adalah  $\text{Ca}^{2+}$  pada senyawa kalsium klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) dengan variasi konsentrasi, sebagaimana yang telah dilakukan peneliti sebelumnya oleh (Ibrahim *et al.*, 2014), penambahan kalsium klorida sebagai agen pengikat silang dalam pembuatan alginat-CMC *beads* berguna dalam meningkatkan rendemen dibandingkan dengan penambahan besi klorida ( $\text{FeCl}_3$ ). Berdasarkan (Ibrahim *et al.*, 2014), penambahan *crosslink* kalsium klorida 3% menghasilkan daya *swelling* 791%, sedangkan menurut (Khazaeli *et al.*, 2010), penambahan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  3% dengan waktu 30 menit menghasilkan daya *swelling* 1.0262%. Menurut (Sankar, 2014), menyatakan bahwa penambahan konsentrasi *crosslink* sebesar 4% dengan waktu kurang dari 60 sekon ( $< 60\text{s}$ ) menghasilkan *beads* yang mudah dibentuk. Sedangkan menurut (Wathoniyyah, 2016), penambahan konsentrasi 4% menghasilkan *beads* yang halus, sangat elastis dan mudah dibentuk dan menghasilkan daya *swelling* sebesar 177,60%. Selain itu, penambahan konsentrasi *crosslink* 5% dengan waktu 8 jam menghasilkan bentuk *beads* bulat yang memiliki densitas dan viskositas tinggi sehingga menghasilkan daya *swelling* sebesar 20% (Liu *et al.*, 2007).

Berdasarkan uraian tersebut, perlu dikembangkan penelitian sintesis *beads* alginat-CMC dengan variasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  sebesar 3, 4 dan 5% untuk memperoleh Alginat-CMC *beads* terbaik. Karakterisasi alginat-CMC *beads* terbaik akan dilakukan melalui penentuan derajat substitusi untuk mengetahui kualitas pembentukan CMC, penentuan daya *swelling* untuk mengetahui kemampuan *beads* dalam mengadsorpsi air, disertai analisis mikroskop optik untuk mengetahui bentuk *spherical beads* didasarkan pada diameternya. Selanjutnya karakterisasi FTIR untuk mengetahui perubahan gugus fungsi pada tahap pembentukan alginat-CMC *beads*, analisis menggunakan *Texture Analyzer* untuk mengetahui kekuatan mekanik *beads*. Kemudian, uji aktivitas *beads* menggunakan metilen biru untuk mengetahui kemampuan *beads* mengadsorpsi senyawa berwarna serta karakterisasi morfologi (bentuk dan ukuran) dan komposisi unsur dalam *beads* menggunakan SEM-EDX.

### 1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  terhadap daya *swelling*, diameter serta kekuatan mekanik (*hardness*) *beads*?
2. Bagaimana karakter FTIR CMC hasil sintesis dan Alginat-CMC *beads*?
3. Bagaimana karakter morfologi *beads* optimum berdasarkan analisis menggunakan SEM-EDX?
4. Bagaimana kemampuan BACMC terhadap kapasitas adsorpsi *methylene blue*?

### 1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  terhadap daya *swelling*, diameter serta kekuatan mekanik (*hardness*) *beads*.

2. Untuk mengetahui karakter FTIR CMC hasil sintesis dan Alginat-CMC *beads*.
3. Untuk mengetahui karakter morfologi *beads* optimum berdasarkan analisis menggunakan SEM-EDX.
4. Untuk mengetahui kemampuan BACMC terhadap kapasitas adsorpsi *methylene blue*.

#### 1.4 Batasan Masalah

1. Batang jagung yang digunakan berasal dari Kabupaten Kediri.
2. Karakter CMC hasil sintesis berdasarkan derajat substitusi dan FTIR dan karakter Alginat-CMC *beads* berdasarkan FTIR.
3. Komposisi CMC:Alginat pada BACMC yang digunakan adalah 1:2.
4. Variasi konsentrasi *crosslink* kalsium klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) yaitu 3, 4 dan 5%.
5. *Beads optimum* didasarkan pada pengukuran mikroskop optik, FTIR, daya *swelling* terbaik, uji kekuatan mekanik (*hardness*), adsorpsi *methylene blue* serta SEM-EDX.

#### 1.5 Manfaat

1. Mengurangi pencemaran limbah batang jagung yang berlebihan.
2. Membuat *beads* dari komposit Alginat-CMC batang jagung.
3. Meningkatkan nilai ekonomis dari limbah batang jagung.

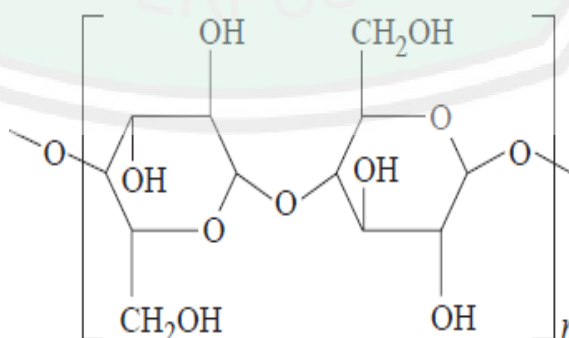
## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Potensi Batang Jagung Sebagai Selulosa

Batang jagung merupakan salah satu limbah pertanian yang mengandung komponen-komponen kimia seperti selulosa 42,6%, hemiselulosa 21,3%, lignin 8,2% dan sisanya berupa komponen lain Asmoro dkk, (2018). Berdasarkan komponen yang terkandung, batang jagung memiliki potensi sebagai selulosa *beads* karena banyaknya persentase komponen selulosa didalamnya.

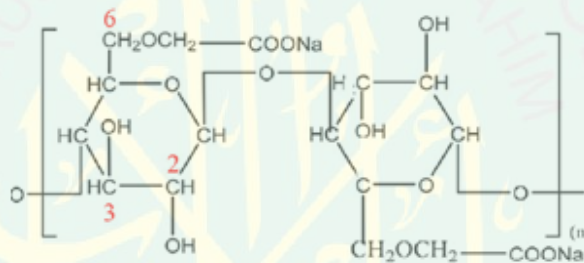
Selulosa adalah komponen utama yang dimiliki dinding sel tanaman yang keberadaanya sangat melimpah di alam. Selulosa memiliki rumus struktur  $(C_6H_{10}O_5)_n$  yang tersusun dari unit  $\beta$ -1,4-glukosa yang dihubungkan dengan ikatan  $\beta$ -1,4-d-glikosida sebanyak 2.000-3.000 glukosa yang memiliki massa molekul relatif yang sangat tinggi (Waldron *et al.*, 2003). Selulosa biasanya masih bercampur dengan lignin dan hemiselulosa yang biasa ditemukan dalam sel tanaman berkayu sedangkan sebagian selulosa murni terdapat dalam bentuk biji-bijian seperti biji kapas (Klemm *et al.*, 1998).



Gambar 2.1 Struktur molekul selulosa (Kuo, 1999)

## 2.2 Sintesis Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Selulos Batang Jagung

Karboksimetil Selulosa (CMC) merupakan salah satu polimer turunan dari selulosa yang dikarboksimetilasi, yaitu eter polimer linier dengan gugus karboksimetil ( $-\text{CH}_2\text{COO}$ ) yang terikat dengan beberapa gugus OH dari monomer glukopiranososa. Struktur CMC didasarkan pada  $\beta$ -(1 $\rightarrow$ 4)-d-glukopiranososa polimer dari selulosa. Selain itu, CMC merupakan senyawa anion yang bersifat biokompatibel, biodegradasi, tidak berbau, tidak berwarna, memiliki rentang pH sekitar 6,5-8,0 dan stabil pada pH sekitar 2-10 serta larut dalam air Eriningsih dkk, (2011).



Gambar 2.2 Struktur molekul karboksimetil selulosa (Shui *et al.*, 2017)

Menurut Lestari dkk, (2013), CMC dapat disintesis melalui dua tahap yaitu karboksimetilasi dan alkalisasi. Metode alkalisasi menggunakan NaOH sebagai pengaktif gugus hidroksil pada selulosa sekaligus sebagai pengembang yang memudahkan reagen karboksimetilasi berdifusi, berupa monokloroasetat. Adapun konsentrasi NaOH yang digunakan adalah 30% karena menggunakan konsentrasi yang lebih tinggi dapat menyebabkan degradasi terhadap selulosa sehingga menyebabkan kadar selulosa semakin menurun. Adapun persamaan reaksi pembentukan karboksimetil selulosa melalui tahap alkalisasi ditunjukkan pada (Persamaan 2.1), sedangkan tahap karboksimetilasi ditunjukkan pada (Persamaan 2.2) hingga (Persamaan 2.3) Pitaloka dkk, (2015).

Tahap Alkalisasi:



Tahap Karboksimetilasi:

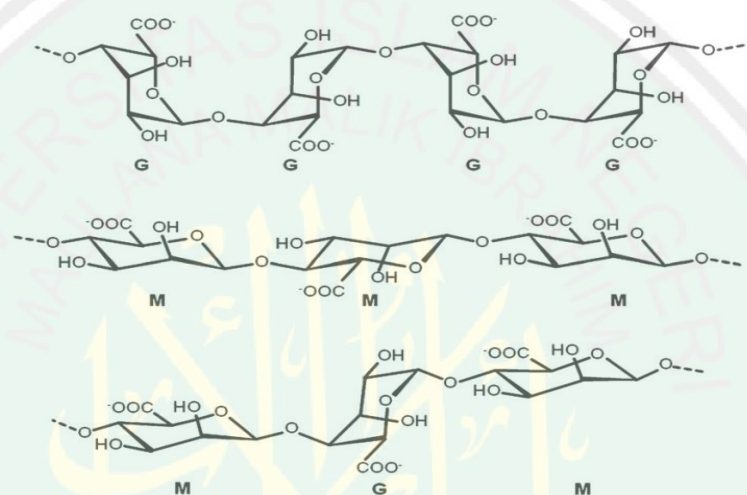


Pembuatan karboksimetil selulosa didasarkan pada rasio natrium monokloroasetat dan selulosa sesuai penelitian yang dilakukan Melisa dkk, (2014) menyatakan bahwa rasio natrium monokloroasetat-selulosa pada kondisi optimum yaitu 7:5 gram menghasilkan rendemen 55,79% dengan kadar air sebesar 10,10%. Menurut (Haleem *et al.*, 2014) menyatakan bahwa kondisi optimum karboksimetil selulosa menggunakan rasio natrium monokloroasetat-selulosa 5:5 gram dengan waktu reaksi selama 4 jam menghasilkan rendemen karboksimetil selulosa 1,437 gr/gr. Selain itu, menurut penelitian (Hariani, 2019) kombinasi pembuatan karboksimetil selulosa menggunakan natrium monokloroasetat-selulosa 5:5 menghasilkan kemurnian sebesar 99,2% dengan waktu reaksi selama 4 jam.

### 2.3 Komposisi Alginat Sebagai *Beads* Terbaik

Alginat merupakan polimer anionik alami berasal dari rumput laut coklat yang secara utuh kopolimer liniernya mengandung residu blok (1,4)-d-mannuronat (M) dan  $\alpha$ -l-guluronat (G). Blok terdiri G, M dan bergantian M dan G berturut-turut yaitu (GGGG), (MMMM) serta (MGMGMG) (Gambar 2.3). Setiap blok pada struktur alginat memiliki fungsi masing-masing diantaranya  $\alpha$ -l-guluronat (blok G) berfungsi sebagai pembentukan gel sedangkan (1,4)- $\beta$ -d-mannuronat (blok M) dan (blok GM) berfungsi untuk meningkatkan

kelenturannya dalam bentuk gelnya (Habib *et al.*, 2018). Selain itu, aplikasi alginat banyak digunakan dalam bidang medis karena beberapa keunggulannya seperti *biocompatible*, *biodegradable*, toksitas yang rendah, murah, meningkatkan kekuatan mekanik serta metode gelasi ringan dengan penambahan kation divalent seperti  $\text{Ca}^{2+}$ . Adapun kandungan alginat komersial sekitar 14,0-31,0% (Lee and Mooney, 2012).



Gambar 2.3 Struktur alginat (Lee and Mooney, 2012)

Menurut (Sonmez *et al.*, 2016), komposisi selulosa dalam pembuatan *beads* berpengaruh terhadap daya adsorpsi (*swelling*) ketika diaplikasikan. Suatu *beads* alginat menggunakan agen pengikat silang berupa zink asetat ( $\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) yang mengandung selulosa sebesar 10% dan 25% akan memberikan daya adsorpsi berturut yaitu 68% dan 80%. Hal tersebut berbanding terbalik dengan komposisi *beads* alginat tanpa adanya selulosa sehingga hanya mampu mengadsorpsi sebesar 19%. Penambahan selulosa dalam *beads* alginat sangat berpengaruh terhadap kemampuannya dalam mengadsorpsi sehingga semakin banyak penambahan selulosa maka daya *swelling* pun semakin meningkat. Berdasarkan penelitian terdahulu Yulianingtyas dkk, (2016),

penentuan komposisi alginat-selulosa harus tepat agar menghasilkan kekuatan mekanik yang kuat dan tidak mudah rapuh. Selain itu, formulasi yang tepat agar menghasilkan bentuk *beads* yang baik diperlukan kombinasi alginat dengan bahan yang dapat meningkatkan viskositas *beads* seperti HPMC, karageenan Yulianingtyas dkk, (2016) dan karboksimetil selulosa (Bayramoglu *et al.*, 2003). Adapun kombinasi alginat-CMC terbaik adalah 1:2 yang memiliki kemampuan meningkatkan viskositas *beads*.

Pembuatan *beads* menggunakan komposisi alginat dan modifikasi selulosa dari batang jagung merupakan salah satu bentuk pemanfaatan sumber daya dari limbah agar manusia bisa mengambil manfaat dari segala sesuatu yang diciptakan-Nya, sebagaimana tertera dalam Q.S An-Nahl ayat 14 yang berbunyi:

وَهُوَ الَّذِي سَخَّرَ الْبَحْرَ لَنَا كُلُّوْا مِنْهُ لَمَّْا طَرِيَّا وَنَسْتَحْرِجُوْا مِنْهُ حَلِيَةً تَلْبَسُوْنَهَا وَتَرَى الْفُلْكَ مَوَاجِرَ فِيْهِ وَلِتَبْتَغُوْا مِنْ فَضْلِهِ وَلَعَلَّكُمْ تَشْكُرُوْنَ ﴿١٤﴾

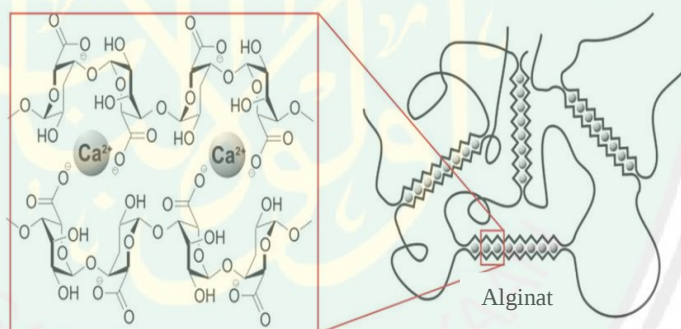
Artinya:”dan Dia-lah, Allah yang menundukkan lautan (untukmu), agar kamu dapat memakan daripada dagingnya yang segar (ikan), dan kamu mengeluarkan dari lautan itu perhiasan yang kamu pakai, dan kamu melihat bahtera berlayar padanya, dan supaya kamu mencari (keuntungan) dari karunia-Nya, dan supaya kamu bersyukur.

Berdasarkan ayat tersebut menjelaskan bahwasanya Allah SWT menciptakan segala sesuatu untuk makhluk-Nya supaya manusia bisa mengambil keuntungan (manfaat) dari sesuatu yang dihalalkan dan tidak ada satu pun di alam yang diciptakan secara sia-sia. Segala sesuatu yang terdapat di lingkungan baik berupa benda mati maupun hidup memiliki manfaat masing-masing seperti halnya pembuatan *beads* yang berasal dari limbah batang jagung yang memiliki beberapa manfaat salah satunya diaplikasikan dalam metode adsorpsi. Demikian sumber daya alam yang ada dapat dimanfaatkan untuk menjaga, mengelola dan

melestarikan lingkungan sekitar serta selalu bersyukur dengan segala sesuatu yang telah diciptakan (Utami, 2008).

## 2.4 Kemampuan Kalsium Klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) Sebagai Agen *Crosslink*

Berdasarkan proses pembuatan *beads* alginat-CMC diperlukan penambahan agen *crosslink* yang berfungsi sebagai pengikat silang rantai polimer. Agen pengikat silang yang digunakan bersamaan dengan natrium alginat diasumsikan bertindak sebagai pengompleks anion karboksilat ( $\text{COO}^-$ ) dari alginat yang biasanya menggunakan kation berupa ion *bivalent* (Costa *et al.*, 2018). Menurut (Choi *et al.*, 2009), ion yang dapat digunakan sebagai agen *crosslink* diantaranya adalah  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$  atau  $\text{Fe}^{3+}$ . Adapun reaksi antara alginat dengan agen pengikat silang divalen ( $\text{CaCl}_2$ ) ditunjukkan pada (Gambar 2.5).



Gambar 2.3 Alginat dan *Crosslink*  $\text{Ca}^{2+}$  (Shaari and Kamarudin, 2019)

Agen *crosslinking* yang digunakan pada penelitian ini adalah  $\text{Ca}^{2+}$  pada senyawa kalsium klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) dengan variasi konsentrasi. Sebagaimana yang telah dilakukan peneliti sebelumnya oleh (Ibrahim *et al.*, 2014), Penambahan agen *crosslinking* dalam pembuatan alginat-CMC *beads* yang menarik menggunakan kation *bivalent* berupa kalsium klorida, kemampuan alginat dalam membentuk *beads* maupun hidrogel stabil dan bioadhesif (lebih efektif) serta meningkatkan rendemen dibandingkan dengan penambahan besi klorida ( $\text{FeCl}_3$ ). Menurut

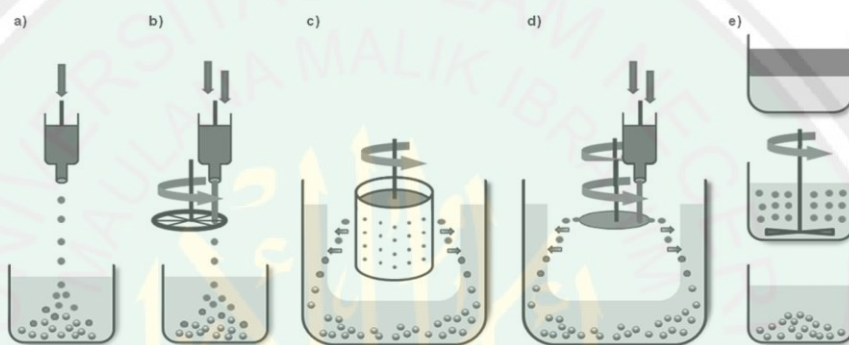
(Akalin and Pulat, 2018) menyatakan bahwa ion  $\text{Fe}^{3+}$  hanya mampu meningkatkan muatan elektrostatis dengan penurunan berat CMC akibat konsentrasi tinggi dan menghasilkan *beads* berwarna kuning.

Berdasarkan (Ibrahim *et al.*, 2014), penambahan *crosslink* kalsium klorida sebesar 3% menghasilkan daya *swelling* 791%, sedangkan menurut (Khazaeli *et al.*, 2010), penambahan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  3% dengan waktu 30 menit menghasilkan daya *swelling* 1.0262%. Menurut (Sankar, 2014), menyatakan bahwa penambahan konsentrasi *crosslink* 4% dengan waktu kurang dari 60 sekon (<60s) menghasilkan *beads* yang mudah dibentuk sedangkan menurut Wathoniyyah, (2016), penambahan konsentrasi 4% menghasilkan *beads* yang halus, sangat elastis dan mudah dibentuk sehingga menghasilkan daya *swelling* sebesar 177,60%. Selain itu, penambahan konsentrasi *crosslink* 5% dengan waktu 8 jam menghasilkan bentuk *beads* bulat yang memiliki densitas dan viskositas tinggi sehingga menghasilkan daya *swelling* sebesar 20% (Liu *et al.*, 2007).

## 2.5 Pembuatan Komposit *Beads* Alginat-Karboksimetil Selulosa

Menurut (Gericke *et al.*, 2013), Suatu *beads* dapat terbentuk berdasarkan teknik pembuatannya, dimana teknik yang berbeda akan menghasilkan bentuk dan ukuran yang berbeda pula. Berdasarkan alat yang digunakan, teknik pembuatan *beads* terbagi menjadi lima macam diantaranya *dropping* (teknik dengan meneteskan larutan polisakarida ke dalam larutan *crosslinker* melalui lubang kecil seperti *syringe needle*), *jet cutting* (teknik *dropping* dengan melewati polisakarida pada pisau berputar sebelum masuk ke bak koagulasi agar menghasilkan partikel berbentuk bola), *spinning drop atomization* (teknik yang menghasilkan butiran dengan mengeluarkan polisakarida melalui bejana silinder

berputar dengan lubang kecil), *spinning disc atomization* (teknik dengan menyebarkan larutan dalam piringan hitam berputar sehingga menghasilkan butiran akibat gaya sentrifugal) dan *dispersi* (teknik penentuan ukuran *beads* dari kecepatan pencampuran, jenis dan jumlah surfaktan, perbandingan pelarut hidrofilik dan hidrofobik serta viskositas larutan selulosa dan medium dispersi). Beberapa teknik pembuatan *beads* dapat diketahui melalui (Gambar 2.4).



Gambar 2.4 Teknik pembuatan *beads* a) *dropping* b) *jet cutting* c) *spinning drop atomization* d) *spinning disc atomization* dan e) *dispersi* (Gericke *et al.*, 2013)

Menurut (Ibrahim *et al.*, 2014), metode yang digunakan pada pembuatan *beads* dari batang jagung menggunakan teknik *dropping* (Gambar 2.4), hal tersebut dikarenakan alginat-kalsium *beads* terbentuk akibat terlarutnya natrium alginat dalam konsentrasi larutan kalsium klorida tertentu biasanya larutan encer. Selain itu, alasan lain penggunaan kalsium klorida digunakan sebagai agen *crosslink* menggunakan metode *dropping* karena kemampuan natrium alginat membentuk gel yang stabil dan bioadhesif. Selain itu, penggunaan teknik gelasi alginat dengan agen pengikat silang berupa  $\text{CaCl}_2$  membentuk ikatan *egg-box* antara ion logam divalen berupa  $\text{Ca}^{2+}$  dengan ion  $-\text{COO}^-$  blok G dari alginat membentuk gel dalam rantai polimer (Gambar 2.5) (Costa *et al.*, 2018). Sebagaimana firman Allah dalam Q.S Ad-Dzariat Ayat 49 yang berbunyi:

وَمِنْ كُلِّ شَيْءٍ خَلَقْنَا زَوْجَيْنِ لَعَلَّكُمْ تَذَكَّرُونَ ﴿٤٩﴾

Artinya: “Dan segala sesuatu Kami ciptakan berpasang-pasangan agar kamu mengingat kebesaran Allah”.

Ayat tersebut menjelaskan bahwasanya setiap makhluk diciptakan secara berpasang-pasangan baik siang-malam, pria-wanita maupun positif-negatif. Begitupun dengan sebuah atom yang memiliki muatan positif (proton) dan muatan negatif (elektron) yang saling tarik-menarik akibat sifat atom cenderung lebih elektronegatif ataupun elektropositif (Asmara, 2016). Kedua muatan tersebut saling tarik-menarik mendekati inti atom sebagaimana pergerakannya untuk mencapai keadaan stabil. Pergerakan atom tersebut berkaitan dengan firman Allah SWT yang lainnya dalam Q.S Yasin Ayat 40 yang berbunyi:

لَا الشَّمْسُ يَنْبَغِي لَهَا أَنْ تُدْرِكَ الْقَمَرَ وَلَا اللَّيْلُ سَابِقُ النَّهَارِ ۚ وَكُلٌّ فِي فَلَكٍ يَسْبَحُونَ ﴿٤٠﴾

Artinya: “Tidaklah mungkin bagi matahari mengejar bulan dan malam pun tidak dapat mendahului siang. Masing-masing beredar pada garis edarnya.”

Ayat tersebut menjelaskan bahwa setiap galaksi/planet berputar mengelilingi matahari, perputaran tersebut telah Allah SWT tetapkan sebagaimana garis edarnya masing-masing dengan waktu tertentu. Berkaitan dengan penciptaan atom yang bergerak mendekati inti atom layaknya peredaran planet-planet mengelilingi matahari (Asy-Syuyuthi, 2003). Sebuah atom memiliki muatan baik muatan positif (proton) maupun muatan negatif (elektron) yang digunakan untuk mendekati intinya. Kedua muatan tersebut saling tarik-menarik satu sama lain agar tercapai keadaan stabil meskipun di dalam atom terdapat gaya tolakan (gaya sentrifugal). Begitu pula dengan reaksi antara muatan negatif (-COO<sup>-</sup>) dari alginat dengan muatan positif (Ca<sup>2+</sup>) dari *crosslink* menunjukkan

bahwa ayat tersebut sesuai dengan ketentuan awal yang telah Allah SWT tetapkan. Sehingga senyawa yang bersifat elektronegatif akan berpasangan dengan senyawa yang memiliki keelektropositifan yang setara agar terbentuk keadaan yang stabil. Rasulullah SAW menyebutkan dalam haditsnya yang berbunyi:

الْمُؤْمِنُ لِلْمُؤْمِنِ كَالْبُنْيَانِ يَشُدُّ بَعْضُهُ بَعْضًا

Artinya: "Seorang mukmin terhadap mukmin lainnya seperti satu bangunan, sebagiannya menguatkan yang lainnya." (HR. Bukhari dan Muslim)

Hadits tersebut menjelaskan bahwa tujuan utama makhluk diciptakan adalah untuk menyembah kepada Allah SWT dan melaksanakan kewajiban yang dapat mewujudkan suatu kebaikan terhadap sesama. Bentuk persatuan tersebut dikaitkan dengan penelitian ini yaitu reaksi yang terjadi antara alginat dan *crosslink*, dimana keduanya tercipta untuk saling menguatkan satu sama lain membentuk ikatan "eggbox" yang bersifat stabil dibandingkan dengan keadaan sebelumnya (Asmara, 2016).

## 2.6 Karakterisasi

### 2.6.1 Derajat Substitusi (DS)

Derajat substitusi dilakukan untuk mengetahui keberhasilan dari sintesis karboksimetil selulosa (CMC) serta mengetahui banyaknya gugus  $-\text{CH}_2\text{COO}$  yang tersubstitusi dengan gugus  $\text{H}^+$  pada gugus  $-\text{OH}$  selulosa (Bono *et al.*, 2009). Penentuan derajat substitusi dipengaruhi oleh polaritas pelarut (media reaksi) yang digunakan, sehingga semakin tinggi kepolaritasan suatu pelarut maka semakin rendah nilai DS dari CMC Pitaloka dkk, (2015). Berikut persamaan untuk menghitung persentase CMC ditunjukkan pada (Persamaan 2.4) sedangkan untuk

menghitung derajat substitusi suatu CMC ditunjukkan pada (Persamaan 2.5) (Candido and Goncalves, 2016).

$$A = \left[ \frac{(BC-DE)}{F} \right] \dots \dots \dots (2.4)$$

$$DS = \left[ \frac{0.162A}{(1-(0.058A))} \right] \dots \dots \dots (2.5)$$

Keterangan:

A = mL equivalent asam per gram sampel

B = volume NaOH yang ditambahkan (mL)

C = normalitas dari NaOH (N)

D = volume HCl yang digunakan untuk menitrasi sampel (mL)

E = normalitas dari HCl (N)

F = berat CMC yang digunakan (gram)

162 = berat molekul dari selulosa (gr/mol)

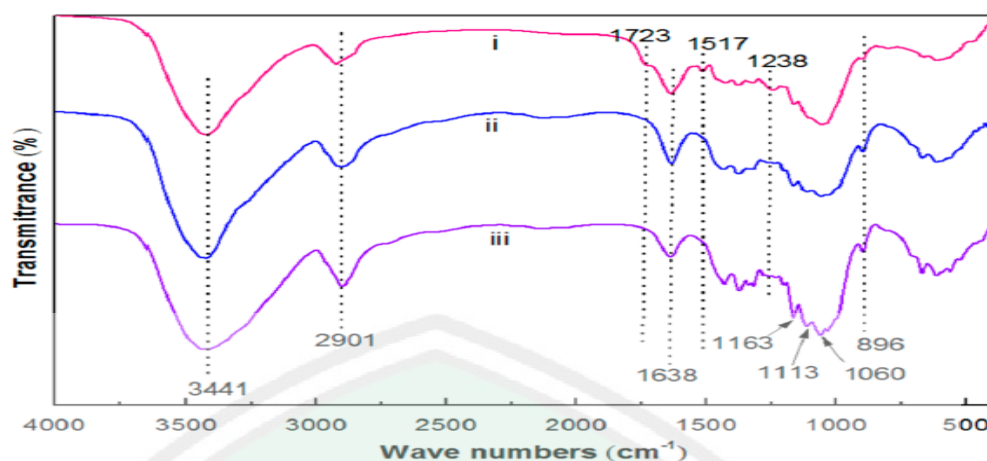
58 = berat molekul dari penambahan gugus karboksimetil (-CH<sub>2</sub>COO)

Menurut (Waring and Parsons, 2001), derajat substitusi merupakan factor utama dalam pembentukan serta kelarutan CMC dalam air. Berdasarkan standarisasi FAO, nilai derajat substitusi CMC dalam penggunaannya bidang pangan berkisar 0,2-1,5 sedangkan untuk industri pangan sekitar 0,7-0,9. Menurut Lestari dkk, (2013) menyatakan bahwa derajat substitusi untuk CMC komersial berkisar 0,4-0,8. Selain itu, derajat substitusi CMC dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya konsentrasi NaOH ketika proses alkalisasi dan berat NaCMC pada proses karboksimetilasi (Togrul and Arslan, 2003). Menurut Pitaloka dkk, (2015), suhu juga merupakan faktor yang mempengaruhi derajat substitusi CMC, semakin tinggi suhu yang digunakan ketika proses karboksimetilasi maka derajat

subtitusinya pun semakin meningkat. Akan tetapi, jika suhu terlalu tinggi maka derajat subtitusi juga akan mengalami penurunan.

### 2.6.2 Analisis gugus Fungsi CMC menggunakan FTIR

Penentuan uji FTIR perlu sekali dilakukan untuk membuktikan terbentuknya CMC yang telah dilakukan oleh tahap sebelumnya. Menurut (Huang *et al.*, 2017), material baku selulosa (sebelum delignifikasi) terdapat beberapa serapan diantaranya pada  $1517\text{ cm}^{-1}$  untuk gugus C=C aromatis lignin. Kemudian, pada serapan  $1723\text{ cm}^{-1}$  dan  $1238\text{ cm}^{-1}$  merupakan gugus C=O dan C-O hemiselulosa. Setelah proses delignifikasi muncul serapan IR pada daerah sekitar  $3441$ ,  $2901$  dan  $1060\text{ cm}^{-1}$  merupakan gugus O-H, C-H dan C-O-C ikatan  $\beta$ -glikosidik pada selulosa. Sedangkan, daerah serapan  $896\text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan gugus C-H *rocking (out of plane)* pada ditunjukkan pada (Gambar 2.6). Menurut (Ibrahim *et al.*, 2014), spektra FTIR alginat-CMC ditunjukkan gugus -OH overlap pada serapan sekitar  $3521\text{-}3610\text{ cm}^{-1}$  dan penambahan gugus karboksil ( $\text{COO}^-$ ) dan ikatan  $-\text{CH}_2$  pada serapan  $1604$  dan  $1419\text{ cm}^{-1}$ . Sedangkan, karakteristik FTIR untuk alginat terdapat dua pita serapan yaitu gugus C=O berada pada serapan sekitar  $1427\text{-}1646\text{ cm}^{-1}$  dan  $1141\text{ cm}^{-1}$  untuk gugus C-O dengan bentuk serapan tajam. Kemudian, penambahan *crosslink* berupa  $\text{CaCl}_2$  ditunjukkan pada serapan sekitar  $821\text{ cm}^{-1}$ , yaitu gugus ion  $\text{Ca}^{2+}$  yang berikatan dengan alginat (Gambar 2.7).



Gambar 2.6 Spektra FTIR selulosai). sebelum proses delignikasi dan ii). Sesudah proses delignifikasi (Huang *et al.*, 2017)



Gambar 2.7 Spektra FTIR alginat-CMC dengan penambahan *crosslink* CaCl<sub>2</sub> (Ibrahim *et al.*, 2014)

### 2.6.3 Analisis Daya Mengembang (*Swelling*) Alginat-CMC *Beads*

Uji *swelling* dilakukan untuk mengetahui kemampuan suatu sistem polimer dalam menyerap air ditandai dengan bertambahnya volume air yang terserap. Kemampuan *swelling* suatu polimer didasarkan pada kompatibilitas dan hidrofilitas air dengan polimer serta massa jenis *crosslinker* diantara rantai polimer (Ibrahim *et al.*, 2014). Suatu *beads* dapat dikatakan mengembang jika dilakukan uji perendaman selama beberapa waktu kemudian ditimbang beratnya.

Persamaan untuk persentase daya *swelling* ditunjukkan dalam (Persamaan 2.6) (Toğrul and Arslan, 2003).

$$\% \text{ Swelling} = \frac{W_t - W_o}{W_o} \times 100\% \dots\dots\dots(2.6)$$

$W_t$  adalah massa material basah dan  $W_o$  adalah massa material kering (Toğrul and Arslan, 2003).

Berdasarkan (Ibrahim *et al.*, 2014), penambahan konsentrasi *crosslink* kalsium klorida sebesar 3% menghasilkan daya *swelling* 791%, sedangkan menurut (Wathoniyyah, 2016), penambahan konsentrasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  sebesar 4% menghasilkan *beads* yang halus, sangat elastis dan mudah dibentuk sehingga menghasilkan daya *swelling* sebesar 177,60%. Penambahan konsentrasi *crosslink* 5% dengan waktu 8 jam menghasilkan bentuk *beads* bulat yang memiliki densitas dan viskositas tinggi sehingga menghasilkan daya *swelling* sebesar 20% (Liu *et al.*, 2007).

#### 2.6.4 Analisis Mikroskop Optik Alginat-CMC *Beads*

Analisis menggunakan mikroskop optik dilakukan untuk mengetahui ukuran dari diameter *beads* kering hingga mengalami sineresis. Menurut (Ramdhan *et al.*, 2019) diameter *beads* ketika ditetaskan ke dalam larutan *crosslink* menggunakan metode *dropping* memiliki diameter sekitar 2,5-3 mm. Sehingga dapat diketahui penambahan diameter ketika mengalami *swelling* hingga mengalami sineresis menggunakan (Persamaan 2.7).

$$D = \sqrt{\frac{LA \times 4}{3.14}} \dots\dots\dots(2.7)$$

Dimana, D adalah diameter *beads* dan LA adalah luas area permukaan *beads*.

### 2.6.5 Karakterisasi Kekuatan Mekanik (*Hardness*) BACMC

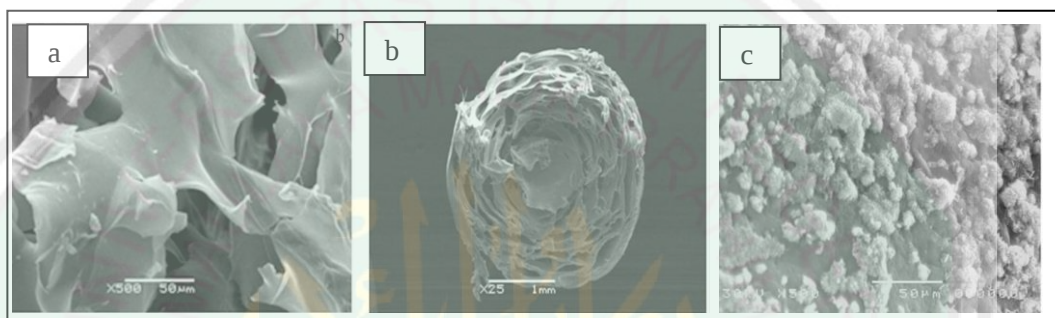
Karakterisasi kekuatan mekanik (*hardness*) bertujuan untuk mengetahui kekerasan yang dimiliki BACMC berdasarkan variasi konsentrasi *crosslink*. Uji kekerasan *beads* dilakukan berdasarkan 2 teknik yakni gelasi ionik internal dan eksternal. Teknik gelasi ionik eksternal yaitu teknik yang dilakukan dengan meneteskan droplet-droplet natrium alginat ke larutan yang mengandung ion *divalent*, sedangkan gelasi internal merupakan teknik yang dilakukan dengan cara mencampurkan larutan *crosslink* (mengandung ion *divalent*) dengan natrium alginat (Liu *et al.*, 2004).

Menurut (Rajmohan and Bellmer, 2019), preparasi pembuatan *beads* menggunakan metode gelasi eksternal lebih signifikan dibandingkan dengan gelasi internal. Hal tersebut dibuktikan dengan penelitian yang telah dilakukan, yaitu pembuatan *beads* menggunakan gelasi eksternal dengan komposisi alginat:CaCl<sub>2</sub> (7:15) memiliki kekuatan mekanik maksimum dalam satuan force sebesar 5600 g dan *beads* alginat:CaCl<sub>2</sub> (1:10) memiliki kekuatan mekanik sebesar 3500 g. Sedangkan *beads* menggunakan teknik gelasi internal dengan komposisi alginat-CaCl<sub>2</sub> (1:4) menghasilkan kekuatan mekanik maksimum sebesar 1500 g.

### 2.6.6 SEM-EDX

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) adalah suatu alat yang digunakan untuk mengamati dan menganalisa karakteristik mikrostruktur berupa padatan seperti polimer dan komposit (Griffin and Riessen, 1991). Prinsip kerja SEM yaitu seberkas elektron akan mengenai permukaan benda kemudian dipantulkan kembali dan ditangkap oleh detektor. Berkas elektron tersebut ditembakkan mengenai seluruh area permukaan yang akan diamati sehingga bentuk permukaan

dapat diketahui. Sedangkan, EDX merupakan karakterisasi suatu benda melibatkan sinar-X yang diemisikan oleh suatu material (tingkat energi emisi didasarkan pada material yang akan diamati). Perpaduan antara SEM dan EDX menghasilkan gambar permukaan material dengan resolusi tinggi dan dapat mengetahui jenis dan kadar suatu unsur penyusun didalamnya sehingga lebih efisien dan mempermudah menganalisa suatu material (Puspitasari, 2017). Hasil SEM dari alginat-CMC beads ditunjukkan pada (gambar 2.8).



Gambar 2.8 a) Alginat-CMC *beads* murni perbesaran 500x b) Alginat-CMC *beads* murni perbesaran 25x (Ren *et al.*, 2016) dan c) Alginat-CMC menggunakan *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  dengan perbesaran 500x (Ibrahim *et al.*, 2014)

Menurut (Ren *et al.*, 2016), Analisa morfologi menggunakan SEM (Gambar 2.8a) menunjukkan bahwa permukaan gel alginat *beads* memiliki daya serap (porositas) yang rendah akibat densitas tinggi sehingga bentuknya lebih berkerut, sedangkan adanya penambahan CMC pada pembentukan gel alginat-CMC *beads* ditampilkan bentuk permukaannya yang relatif kasar dengan porositas tinggi. Pada (Gambar 2.8b), menjelaskan bahwa perbesaran 25x dari bentuk awal menampilkan luas permukaan dan porositas yang spesifik, karena adanya interaksi struktur antara alginat dengan CMC. Penelitian terdahulu (Ibrahim *et al.*, 2014) menyatakan bahwa adanya penambahan *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  pada pembuatan alginat-CMC *beads*, menyebabkan bentuk permukaan yang beragam dan berlapis-lapis mengandung *crosslink* (ion  $\text{Ca}^{2+}$ ) yang mengelompok

dan saling berdekatan dengan alginat-CMC (Gambar 2.8c). Berdasarkan struktur permukaan tersebut, penambahan agen pengikat silang pada alginat-CMC *beads* dapat meningkatkan daya *swelling*. Akan tetapi, penambahan *crosslink* berlebihan dapat menyebabkan gaya elektrostatik pada gugus  $\text{-COO}^-$  alginat melemah, sehingga menyebabkan penurunan daya *swelling* akibat sedikitnya air yang dapat masuk pada *beads*. Hal tersebut disebabkan banyaknya ion  $\text{Ca}^{2+}$  yang menggantikan gugus  $\text{-H}$  pada gugus  $\text{-COOH}$  alginat.

#### 2.6.7 Uji Aktivitas *Beads* Terhadap Adsorpsi *Methylene Blue* (MB)

Uji aktivitas dilakukan untuk mengetahui daya adsorpsi *beads* menyerap adsorben. Keuntungan teknik metode adsorpsi diantaranya ekonomis, mudah meregenerasi dan lebih efektif untuk teknik penghilangan pewarna organik dan logam berat (Salama *et al.*, 2018). Adapun salah satu bentuk yang digunakan untuk mengadsorpsi *methylene blue* yaitu hidrogel *beads*, karena dapat digunakan sebagai adsorben untuk pemurnian dalam bidang perairan (Salama *et al.*, 2015).

Menurut (Dahlan *et al.*, 2017), beberapa faktor yang berpengaruh terhadap daya adsorpsi *beads* diantaranya waktu kontak dan pH. Pada keseimbangan waktu perendaman selama 5 jam menghasilkan kapasitas adsorpsi  $38,765 \pm 2,694 \text{ mg/g}$  sedangkan pada waktu perendama 22 jam menghasilkan kapasitas adsorpsi sebesar  $36,622 \pm 0,717 \text{ mg/g}$ . Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu perendaman maka kapasitas adsorpsi semakin menurun. Selain itu, faktor pH juga menentukan kemampuan *beads* dalam mengadsorpsi senyawa metilen biru. Adapun pH yang digunakan untuk mengukur daya adsorpsi *beads* berkisar pH 4-10. Pada pH 4-7 kapasitas adsorpsi *beads* semakin meningkat yaitu  $2,490 \pm 0,396$

hingga  $2,931 \pm 0,307$  mg/g, sedangkan jika pH 10 maka kapasitas adsorpsinya semakin menurun yakni  $1,986 \pm 0,214$  mg/g.



## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini telah dilakukan pada bulan Maret-September 2019 di Laboratorium Riset Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan meliputi: limbah batang jagung berasal dari Kabupaten Kediri, asam klorida (HCl) 37% p.a, natrium hidroksida (NaOH) p.a, natrium monokloroasetat, metanol, kalsium klorida ( $\text{CaCl}_2$ ) p.a, natrium klorit ( $\text{NaClO}_2$ ) p.a, natrium alginat ( $\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_6\text{Na}$ )<sub>n</sub>, asam asetat ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) p.a, akuades, dan aquademin.

##### 3.2.2 Alat

Alat yang digunakan meliputi: buret dan statif, seperangkat alat gelas, *hot plate*, kertas pH, oven, timbangan analitik, seperangkat alat *reflux*, kertas saring, termometer, *aluminium foil*, magnetik *stirrer*, *syringe* 18G, FTIR, mikroskop optik, *Texture Analyzer*, SEM-EDX dan UV-Vis.

#### 3.3 Rancangan Penelitian

Jenis penelitian yang dilakukan adalah *experimental laboratory*, yaitu Sintesis dan karakterisasi alginat-karboksimetil selulosa *beads* dari batang jagung. Adapun sampel yang digunakan berasal dari Kabupaten Kediri. Pertama, batang

jagung diekstraksi dengan basa kuat NaOH 10% untuk menghilangkan senyawa non-selulosa. Ekstrak selulosa yang diperoleh digunakan sebagai bahan pembuatan karboksimetil selulosa menggunakan pelarut NaOH 30% dengan perbandingan natrium monokloroasetat-selulosa sebesar 5:5 gram. Karboksimetil selulosa yang terbentuk dikarakterisasi dengan derajat substitusi untuk mengetahui kualitas pembentukan CMC. Selanjutnya, dilakukan variasi konsentrasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  3%, 4%, dan 5% untuk mengetahui beads optimum yang dilihat dari daya *swelling* dan kemampuan membentuk beads. Kemudian diidentifikasi berdasarkan daya swelling secara gravimetric dan mikroskop optik, gugus fungsi dengan FTIR, dan morfologi permukaan serta komposisi unsur dengan SEM-EDX.

### 3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi sampel
2. Ekstraksi selulosa dari batang jagung
3. Pembuatan CMC dengan perbandingan 5:5 gram natrium monokloroasetat:selulosa menggunakan pelarut NaOH 30%
4. Pembuatan BACMC dengan perbandingan komposisi alginat:selulosa 1:2
5. Penentuan konsentrasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  terbaik pada pembuatan BACMC
6. Karakterisasi
7. Analisis data

### 3.5 Pelaksanaan Penelitian

#### 3.5.1 Preparasi Sampel

Limbah batang jagung dibersihkan kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Sampel kering dihaluskan dengan digiling dan diayak dengan ayakan

100 mesh. Kemudian dioven selama 24 jam pada suhu 90°C. Serbuk yang diperoleh merupakan sampel penelitian dan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

### 3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Sebanyak 25 gram serbuk batang jagung direndam menggunakan NaOH 10% sebanyak 500 mL pada suhu 80°C selama 90 menit. Pulp yang diperoleh kemudian dicuci menggunakan akuades dan lalu diperas hingga pH netral. Setelah itu, ditambahkan NaClO<sub>2</sub> 1% sebanyak 100 mL dan ditambahkan CH<sub>3</sub>COOH 10% tetes per tetes sampai pH 5 pada suhu 75°C selama 1 jam. Selanjutnya, dicuci menggunakan akuades sampai pH netral dan diperas. Pulp selulosa yang didapatkan dihidrolisis dengan asam klorida 5% (1:20) pada 95°C selama 1 jam sehingga diperoleh microfibril-terdispersi (Suvachittanont and Pookingdao, 2013). Sampel yang diperoleh dikarakterisasi dengan FTIR.

### 3.5.3 Pembuatan Karboksimetil Selulosa

Lima gram ekstrak selulosa batang jagung ditambahkan dengan 100 mL aquades dalam beaker gelas 250 mL. Lalu, ditambahkan 10 mL NaOH 30% tetes per tetes selama 1 jam. Kemudian ditambahkan natrium monokloroasetat sebanyak 5 gram pada suhu 60-70°C selama 4 jam Nur'ain dkk, (2017). Campuran direndam residunya menggunakan 100 mL metanol selama 24 jam (Latifah et al., 2019). Campuran yang dihasilkan kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai diperoleh berat yang konstan Nur'ain dkk, (2017). Setelah itu, ditentukan derajat substitusinya dan dikarakterisasi menggunakan FTIR.

### 3.5.4 Pembuatan *Beads* Menggunakan Variasi Konsentrasi Crosslink $\text{CaCl}_2$

Satu gram natrium alginat dilarutkan dalam 25 mL aquademin. Selanjutnya, dimasukkan karboksimetil selulosa dengan perbandingan alginat-selulosa yaitu 1:2. Kemudian larutan tersebut diteteskan menggunakan *syringe* 18G ke dalam variasi konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  3, 4 dan 5% sebanyak 50 mL dimana jarak antara *syringe* dan larutan *crosslink* adalah 3 cm kemudian didiamkan selama 24 jam. *Beads* yang terbentuk disaring dan dicuci menggunakan aquademin.

### 3.5.5 Karakterisasi BACMC

#### 3.5.5.1 Penentuan Derajat Substitusi

Empat gram karboksimetil selulosa ditambahkan 10 mL larutan asam nitrat 2 M, kemudian campuran diaduk kembali selama 2 menit. Residu selanjutnya dikeringkan di dalam oven pada suhu  $60^\circ\text{C}$  hingga asam nitrat hilang. Satu gram residu dimasukkan ke dalam Erlenmeyer lalu ditambahkan 25 mL larutan NaOH 0,3 N. Setelah itu, campuran tersebut dititrasi dengan larutan HCl 0,3 N dengan menggunakan pH meter (Salama *et al.*, 2018). Penentuan derajat substitusi dilihat pada (Persamaan 2.5).

#### 3.5.5.2 Karakterisasi Gugus Fungsi

*Beads* dianalisa gugus fungsinya menggunakan FTIR. *Beads* dan padatan KBr digerus hingga menjadi serbuk menggunakan mortar agate. Lalu dibentuk menjadi pellet dengan cara ditempatkan dalam preparat dan dipress. Setelah itu pellet diletakkan pada *sample holder* dan dilanjutkan pengukuran gugus fungsinya.

Tabel 3.1 Data Karakterisasi FTIR

| Tahapan                       | Spektra IR |
|-------------------------------|------------|
| Serbuk batang jagung (A)      | IR A       |
| Delignikasi (B)               | IR B       |
| Bleaching (C)                 | IR C       |
| Hidrolisis/Selulosa Murni (D) | IR D       |
| Karboksimetil selulosa (E)    | IR E       |
| BACMC 3% (F)                  | IR F       |
| BACMC 4% (G)                  | IR G       |
| BACMC 5% (H)                  | IR H       |

### 3.5.5.3 Uji Swelling Beads Alginat:CMC

Sebanyak  $\pm 30$  mg beads alginat:CMC direndam dalam 10 mL aquademin. BACMC ditimbang setelah direndam selama 3, 5, 8, 24, 29 dan 31 jam. Uji *swelling* secara gravimetri ditentukan berdasarkan (Persamaan 3.1) dan secara mikroskop optik diolah menggunakan aplikasi *Image-J* (Latifah et al., 2019) berdasarkan (Persamaan 3.2) baik sebelum maupun setelah *swelling* (Ibrahim et al., 2014).

$$\% \text{ Swelling} = \frac{W_t - W_o}{W_o} \times 100\% \dots\dots\dots (3.1)$$

$$\text{Diameter (D)} = \sqrt{\frac{(\text{L area} \times 4)}{3,14}} \dots\dots\dots (3.2)$$

Tabel 3.2 Daya *swelling* pada variasi komposisi alginat:CMC

| Variasi Konsentrasi<br><i>Crosslink</i> CaCl <sub>2</sub> | Variasi waktu uji swelling |      |      |       |       |        |
|-----------------------------------------------------------|----------------------------|------|------|-------|-------|--------|
|                                                           | T3                         | T5   | T8   | T24   | T29   | T31    |
| 3% (1)                                                    | T31a                       | T51a | T81a | T241a | T291a | T311a  |
|                                                           | T31b                       | T51b | T81b | T241b | T291b | T311b  |
|                                                           | T31c                       | T51c | T81c | T241c | T291c | T311c  |
| 4% (2)                                                    | T32a                       | T52a | T82a | T242a | T292a | T312a  |
|                                                           | T32b                       | T52b | T82b | T32b  | T39b  | T312b  |
|                                                           | T32c                       | T52c | T82c | T242c | T292c | T3112c |
| 5% (3)                                                    | T33a                       | T53a | T83a | T243a | T293a | T313a  |
|                                                           | T33b                       | T53b | T83b | T243b | T293b | T313b  |
|                                                           | T33c                       | T53c | T83c | T243c | T293c | T313c  |

Keterangan : (T) = waktu penentuan daya *swelling*

#### 3.5.5.4 Karakterisasi Kekuatan Mekanik (*hardness*) BACMC

Uji kekuatan mekanik (*hardness*) BACMC dianalisa menggunakan *Texture Analyzer* (CT3 Brookfield) dan pengukuran dilakukan menggunakan jarum probe dengan diameter sebesar 3.5 mm. Pengujian sampel BACMC dilakukan dengan jarak pengukuran disesuaikan dengan dimensi sampel terhadap bagian atas alat penekan sampel (Rajmohan and Bellmer, 2019).

#### 3.5.5.5 Karakterisasi Morfologi Permukaan

Karakterisasi morfologi BACMC dilakukan dengan SEM-EDX. Sampel diletakkan pada *carbon tape* dan *fine gold sputtering* diaplikasikan pada evaporator bertekanan tinggi. Tegangan akselerasi diatur selama pemindaian berjalan agar diperoleh gambar yang akan diinginkan. Gambar diambil dengan perbesaran optimal sehingga morfologi permukaan terlihat jelas (Candido and Goncalves, 2016). Analisis ini dilakukan pada beads optimum.

#### 3.5.5.6 Uji Aktivitas *Beads* terhadap Adsorpsi *Methylene Blue*

Uji aktivitas zat warna *methylene blue* terhadap *beads* dengan berbagai variasi konsentrasi *crosslink* dilakukan dengan menggunakan konsentrasi awal *methylene blue* yaitu 50 ppm (Benhalima and Ferfera-Harrar, 2019). Sebanyak  $\pm 5$  mg metilen biru dilarutkan ke dalam 100 mL akuades, lalu dipipet 10 mL dan diletakkan ke dalam tabung reaksi berdasarkan variasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$ . Kemudian, sebanyak 3 buah *beads* berdasarkan variasi *crosslink* diletakkan ke dalam larutan metilen biru dan diukur absorbansi menggunakan UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm (Nasrullah *et al.*, 2018). Uji aktivitas *beads* dilakukan selama 168 jam (Sonmez *et al.*, 2016) dengan mengamati penurunan absorbansi

dari *beads* masing-masing variasi konsentrasi *crosslink*. Adapun penentuan kapasitas adsorpsi berdasarkan pada (Persamaan 3.3) (Almeida *et al.*, 2009).

$$q_t = \frac{C_o - C_t}{m} \times V \dots \dots \dots (3.3)$$

Dimana  $q_t$  merupakan kapasitas adsorpsi (mg/g),  $C_o$  adalah konsentrasi awal,  $C_t$  adalah konsentrasi akhir,  $m$  adalah massa *beads* (mg) dan  $V$  merupakan volume larutan yang digunakan untuk adsorpsi (mL).

### 3.5.6 Analisis Data

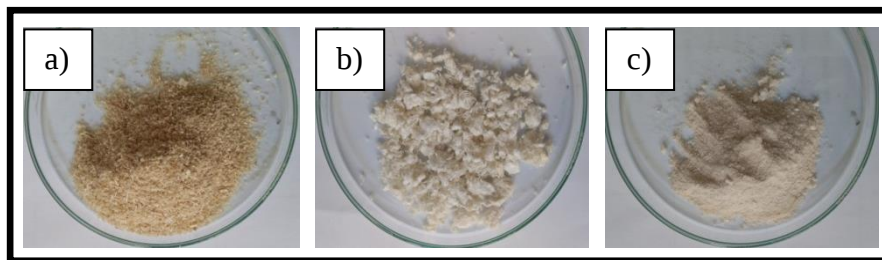
1. Gugus fungsi dari serbuk batang jagung, delignifikasi, bleaching, hidrolisis/ekstrak selulosa, karboksimetil selulosa, BACMC dengan variasi konsentrasi *crosslink* yaitu 3; 4; dan 5%. Hasil uji dengan IR dibandingkan dengan literatur dan diidentifikasi adanya senyawa yang hilang.
2. Identifikasi daya *swelling* BACMC secara gravimetri dan mikroskop optik dibandingkan dengan literatur.
3. Morfologi permukaan dari beads optimum spektra SEM-EDX dibandingkan dengan literatur.

## BAB IV

### PEMBAHASAN

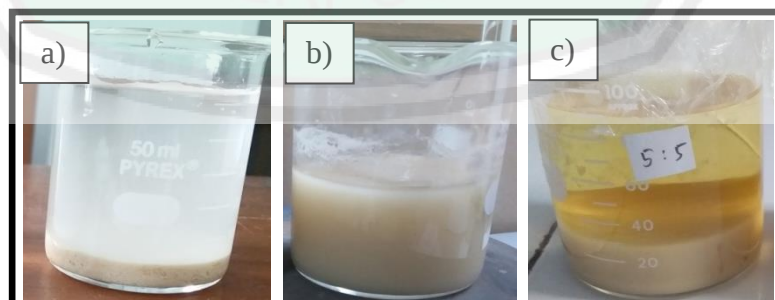
#### 4.1 Pembuatan *Beads-Alginat* Karboksimetil Selulosa dari Batang Jagung

Karboksimetil selulosa (CMC) adalah modifikasi selulosa yang memiliki nilai viskositas serta hidrofilitas yang tinggi, sehingga bentuk ini dijadikan kelebihan untuk pembuatan *beads*. Sebelum pembentukan modifikasi ini terlebih dahulu dilakukan beberapa tahapan agar sampel yang digunakan dapat dijadikan sebagai *beads*. Adapun proses sintesis CMC dari batang jagung meliputi: delignifikasi yaitu proses penghilangan non-selulosa menggunakan basa kuat seperti natrium hidroksida (NaOH). Hal tersebut didasarkan penelitian sebelumnya Yulianti dkk, (2019) menyatakan bahwa proses aktivasi (delignifikasi) menyebabkan serbuk batang jagung memiliki kalor lebih tinggi yang menyebabkan sisa kandungan selulosa mengalami *swelling* sehingga memudahkan untuk mengikat air serta pori-pori yang dihasilkan bertambah sehingga kapasitas adsorpsi yang dihasilkan meningkat Hartini dkk, (2014). Selanjutnya, proses *bleaching* dilakukan untuk menghilangkan lignin menggunakan larutan  $\text{NaClO}_2$  berfungsi menghilangkan zat warna lignin (coklat menjadi putih), lalu tahapan selanjutnya yaitu proses hidrolisis menggunakan asam kuat berupa HCl bertujuan untuk mengubah polimer selulosa menjadi polimer sederhana sehingga memecah bagian selulosa yang bersifat amorf menjadi kristalin berupa ekstrak selulosa.



Gambar 4.1 a) Batang jagung b) selulosa dan c) karboksimetil selulosa

Sintesis karboksimetil selulosa meliputi 2 tahapan yaitu, tahap alkalisasi yaitu proses pengaktifan gugus hidroksil (agen pengembang) agar memudahkan reagen karboksimetilasi berdifusi menggunakan NaOH (4.2a). Selanjutnya, tahap karboksimetilasi yaitu proses substitusi gugus alkil dari gugus karboksimetil ( $-\text{CH}_2\text{COO}$ ) menggantikan atom hidrogen pada gugus ( $-\text{OH}$ ) selulosa menggunakan rasio natrium monokloroasetat-selulosa (Gambar 4.2b). Kemudian, penambahan pelarut organik berupa alkohol murni (metanol) berfungsi meningkatkan efektivitas reaksi karboksimetilasi dan menjaga agar selulosa tidak terdekomposisi ke dalam larutan alkali (Gambar 4.2c). Pergantian gugus tersebut dapat diukur menggunakan derajat substitusi (DS), merupakan salah satu parameter utama yang dijadikan sebagai pengujian dalam proses pembuatan CMC. Sehingga, semakin besar derajat substitusinya maka tingkat keberhasilan sintesis CMC semakin tinggi.



Gambar 4.2 a) Tahap alkalisasi b) karboksimetilasi dan c) penambahan pelarut organik (metanol)

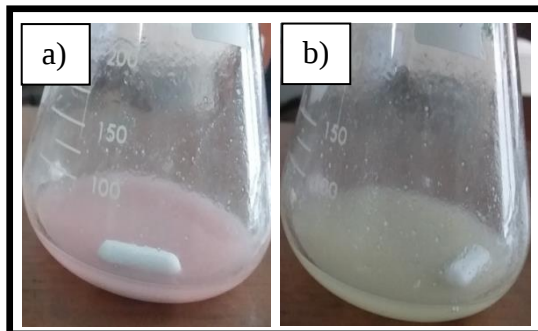
#### 4.2 Penentuan Derajat Substitusi Sintesis Karboksimetil Selulosa

Penentuan derajat substitusi ditentukan menggunakan titrasi dengan menambahkan NaOH sebagai larutan titran dan HCl sebagai larutan titer menggunakan pH meter sebagai penanda titik akhir titrasi. Adapun hasil DS dari penelitian ini ditunjukkan dalam (Tabel 4.1).

**Tabel 4.1 Hasil Penentuan Derajat Substitusi Berdasarkan Variasi Komposisi Natrium Monokloroasetat (NaMCA):Selulosa**

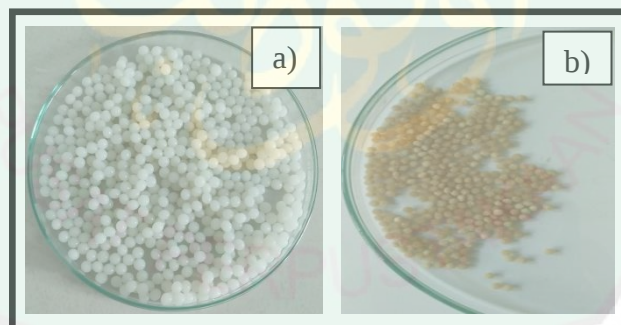
| NAMCA:Selulosa | Volume Titrasi (mL) |      |      | Vrata-rata (mL) | DS    | Standar SNI (DS) |
|----------------|---------------------|------|------|-----------------|-------|------------------|
|                | U1                  | U2   | U3   |                 |       |                  |
| 5:5            | 6,65                | 6,57 | 6,49 | 6,57            | 0,726 | 0,7-1,2          |
| 6:5            | 6,57                | 6,3  | 9,29 | 7,39            | 0,604 |                  |

Berdasarkan data yang diperoleh, komposisi NaMCA:Selulosa berpengaruh terhadap nilai DS dalam pembuatan karboksimetil selulosa (CMC) yaitu 5:5 dan 6:5 sehingga diperoleh nilai DS berurut sebesar 0,726 dan 0,604 menunjukkan bahwa menurut standarisasi SNI baku mutu I nilai DS CMC dengan perbandingan (5:5) memenuhi range standar DS yaitu 0,7-1,2. Penurunan derajat substitusi dari komposisi NaCMA:Selulosa (6:5) semakin menurun disebabkan komposisi NaCMCA lebih besar dibanding selulosa sehingga produk samping berupa natrium klorida (NaCl) dan natrium glikolat ( $\text{HOCH}_2\text{COONa}$ ) semakin banyak terbentuk dan menyebabkan derajat substitusinya semakin menurun. Sehingga berdasarkan nilai DS yang diperoleh dari (Tabel 4.1) maka komposisi NaMCA:Selulosa yang digunakan untuk pembuatan CMC adalah 5:5. Hal tersebut didukung pula dengan perubahan warna larutan dari merah muda (pink) menjadi putih menggunakan pH meter (Gambar 4.3).

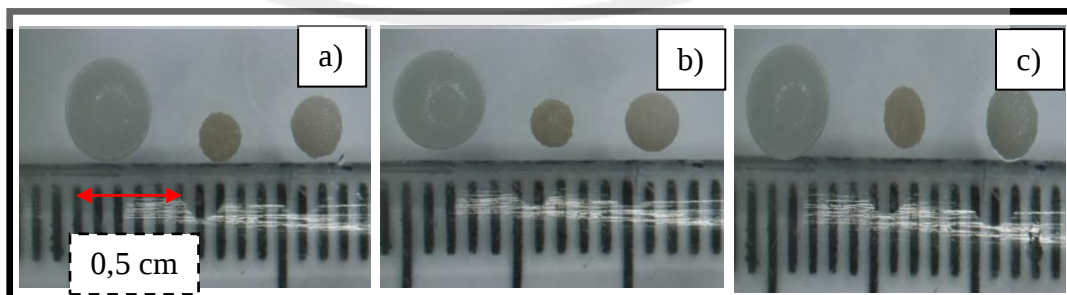


Gambar 4.3 a) Sebelum dan b) setelah titrasi penentuan derajat substitusi

Tahap selanjutnya, pembuatan *beads* alginate-karboksimetil selulosa (BACMC) menggunakan variasi konsentrasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  yaitu 3%, 4% dan 5%. Komposisi pembuatan *beads* didasarkan pada penelitian sebelumnya Yulianingtyas dkk, (2018) yaitu 1:2, menghasilkan *beads* yang memiliki kekuatan mekanik yang tinggi dan tidak mudah rapuh. Kemudian, *beads* didropping menggunakan *syringe* 18G ke dalam larutan *crosslink* dan didiamkan selama 24 jam agar *crosslink* berinteraksi dengan alginat hingga sempurna. Lalu, *beads* disaring dan dikeringkan pada suhu  $33^\circ\text{C}$  selama 24 jam hingga berat konstan (Gambar 4.4).



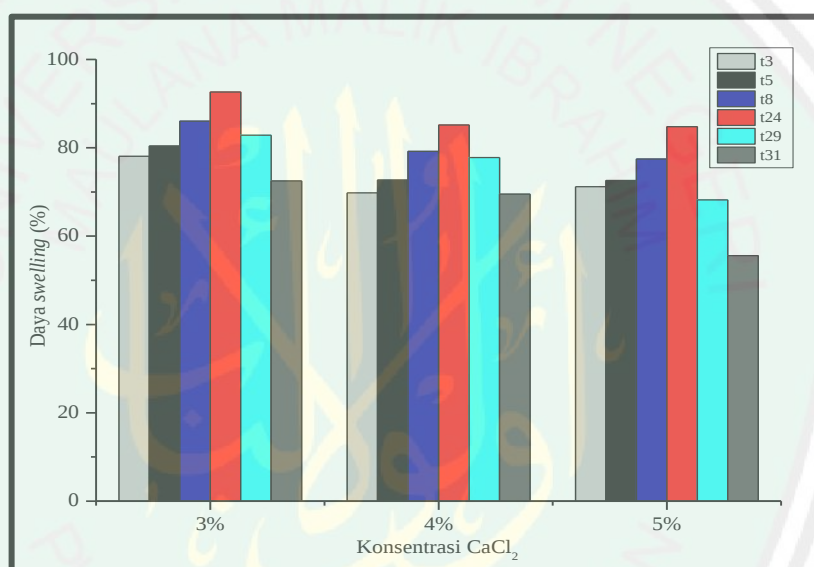
Gambar 4.4 Bentuk fisik (a) BACMC basah dan (b) BACMC kering



Gambar 4.5 Perbandingan *beads* basah, kering dan swelling a) BACMC 3% b) BACMC 4% dan c) BACMC 5%

### 4.3 Pengaruh Variasi *Crosslink* $\text{CaCl}_2$ Terhadap Diameter Pengukuran Mikroskop Optik, Daya Swelling dan Kekuatan Mekanik BACMC

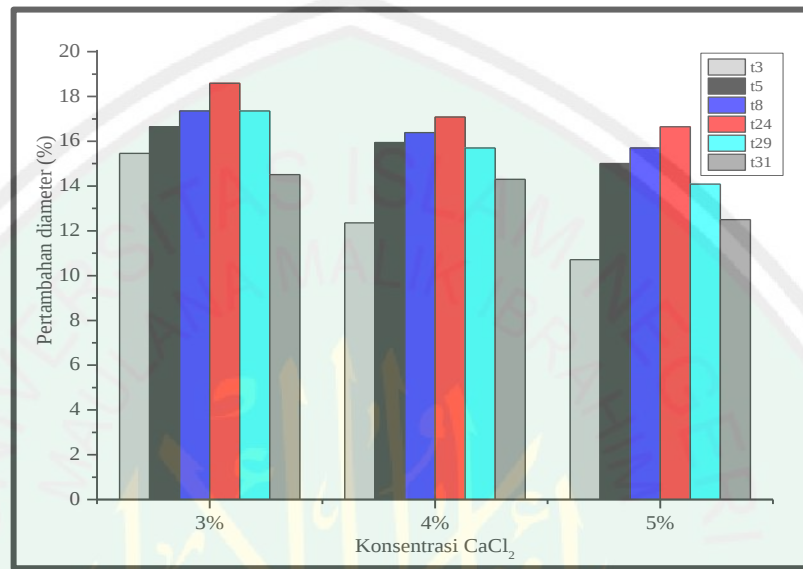
Penentuan konsentrasi terbaik BACMC didasarkan pada diameter dan daya *swelling*-nya. Adapun hasil pengolahan data yang ditampilkan, berupa grafik daya *swelling* serta diameter dengan berbagai variasi konsentrasi (Gambar 4.6). Nilai diameter *beads* menggunakan mikroskop optik diolah menggunakan aplikasi Image-J sehingga dapat ditampilkan pada (Gambar 4.7). Berikut ini grafik hasil uji *swelling* dan mikroskop optik *beads* dengan variasi konsentrasi *crosslink*.



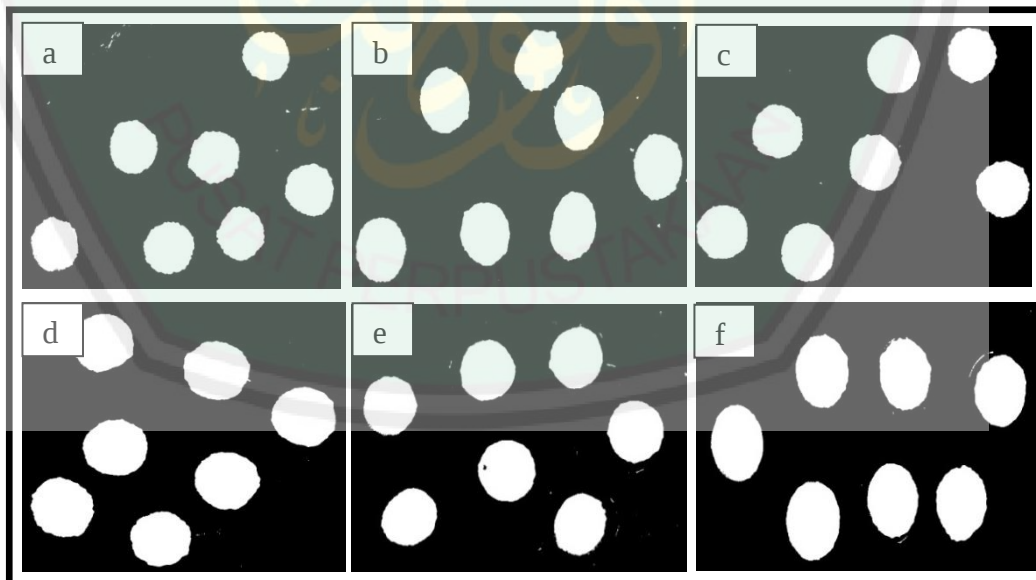
Gambar 4.6 Grafik persentase daya *swelling* *beads*

Berdasarkan Gambar 4.6 dapat diketahui bahwa hasil daya *swelling* *beads* menggunakan *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  3%, 4% dan 5% secara berturut yaitu 92,64%; 85,17%; dan 84,79% pada perendaman ke-24 jam. Hasil uji *swelling* tersebut menunjukkan bahwa meningkatkan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  menyebabkan daya *swelling* semakin menurun. Menurut (Ibrahim *et al.*, 2014), penambahan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  menunjukkan bahwa sejumlah ion  $\text{Ca}^{2+}$  berikatan dengan rantai natrium alginat, sehingga jaringan ruang *beads* berkurang dan menyebabkan molekul air mudah masuk ke dalam *beads*. Banyaknya jumlah gugus  $-\text{COOH}$

alginat yang berikatan dengan ion  $\text{Ca}^{2+}$  mengakibatkan gugus  $-\text{COO}^-$  menurun sehingga interaksi elektrostatik antara keduanya melemah dan menyebabkan daya *swelling* semakin menurun. Hal tersebut didukung dengan data pengukuran diameter menggunakan mikroskop optik.



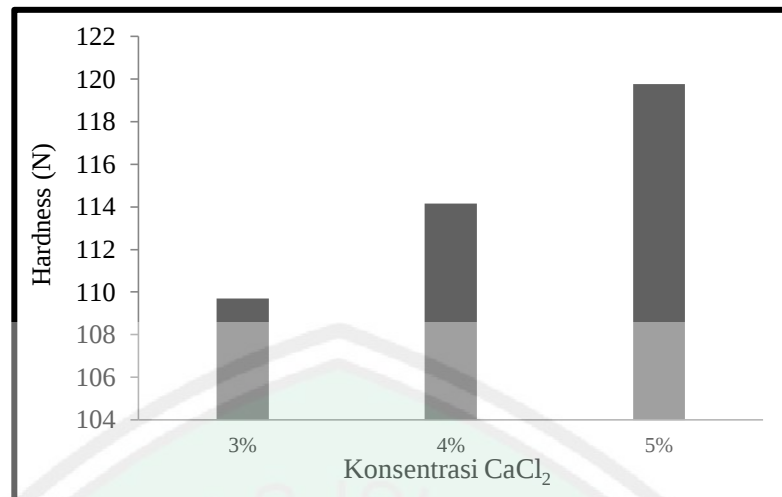
Gambar 4.7 Grafik persentase diameter *beads*



Gambar 4.8 Hasil karakterisasi mikroskop optik perbesaran 0,75x BACMC  $\text{CaCl}_2$ ,  
a) 3% kering b) 4% kering c) 5% kering d) 3% basah e) 4% basah dan  
f) 5% basah

Berdasarkan data yang diperoleh pada (Gambar 4.7) menjelaskan bahwa penambahan diameter pada BACMC  $\text{CaCl}_2$  3, 4 dan 5% secara berturut yakni 18,59; 17,09; dan 16,65% dengan lama perendaman 24 jam. Meningkatnya konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  mengakibatkan persentase diameter semakin menurun, kemungkinan mengalami sineresis (keadaan disaat *beads* mengeluarkan air secara alami) (Ayuningtyas, 2012). Berdasarkan penelitian terdahulu (Ramdhan *et al.*, 2019) menyatakan bahwa sineresis dapat terjadi akibat beberapa faktor diantaranya lama waktu perendaman dan penambahan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$ . Berdasarkan faktor tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu perendaman serta penambahan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  sebagai agen *crosslink* maka daya swelling dan diameter *beads* semakin menurun.

Pengukuran diameter *beads* menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 0,75x menunjukkan bahwa *beads* hasil *syringe* 18G (basah), sebelum dan sesudah *swelling* mengalami penambahan diameter baik secara fisik maupun perhitungan. Berdasarkan (Gambar 4.8) diketahui bahwa ciri fisik *beads* kering (sebelum *swelling*) terlihat lebih kecil dibandingkan dengan *beads* basah (setelah *swelling*). Hal tersebut didukung dengan hasil diameter *beads* dari pengolahan data menggunakan aplikasi *image-J* (Gambar 4.5) menunjukkan bahwa *beads* basah memiliki diameter sekitar 0,34-0,35 cm sedangkan *beads* kering memiliki diameter sekitar 0,18–0,19 cm dan *beads* setelah *swelling* memiliki diameter berkisar 0,23-0,24 cm. Menurut (Ramdhan *et al.*, 2019) pembuatan *beads* menggunakan *syringe* pada teknik *dropping* menghasilkan diameter *beads* setelah *swelling* sekitar 0,25-0,3 cm.



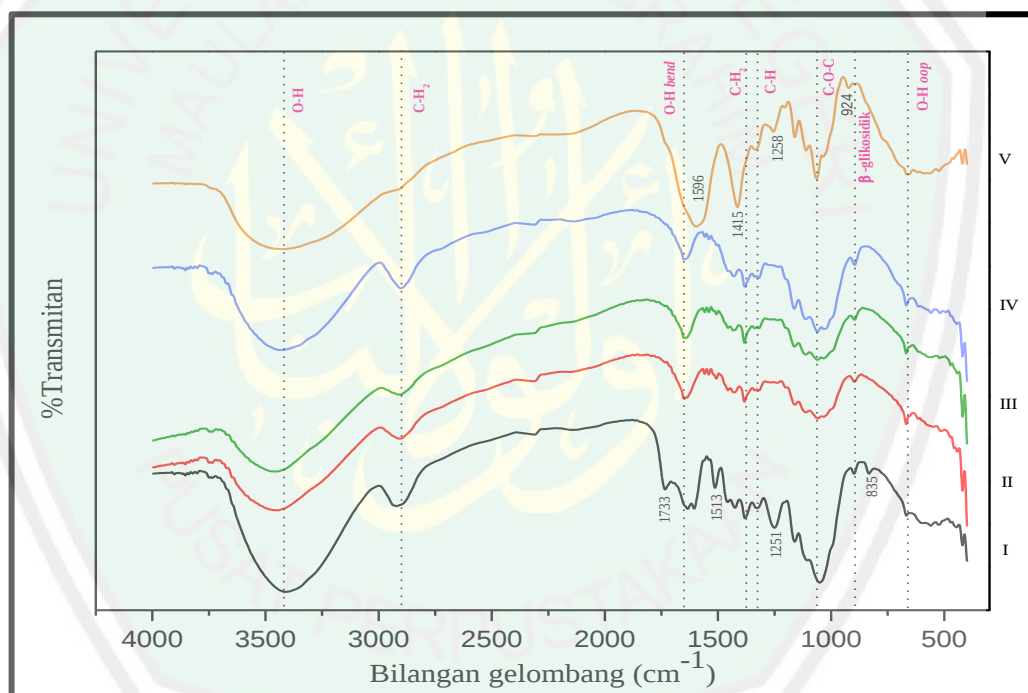
Gambar 4.9 Grafik hasil uji *hardness beads*

Peningkatan daya *swelling* didukung dengan data uji *hardness beads* dengan variasi konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  3, 4 dan 5% (Gambar 4.9) menggunakan *Texture Analyzer* yang diperoleh yaitu 11,19 kgf; 11,65 kgf dan 12,22 kgf. Berdasarkan data diperoleh dinyatakan bahwa hasil tersebut memenuhi standar kekerasan suatu komposit skala mikro yaitu 3-30 kgf. Kemudian hasil data tersebut dikonversi menjadi satuan gaya sistem SNI yaitu 109,71 N; 114,15 N; dan 119,78 N. Berdasarkan data tersebut menjelaskan bahwa kekerasan suatu *beads* semakin bertambah seiring meningkatnya konsentrasi  $\text{CaCl}_2$ . Menurut (Rajmohan and Bellmer, 2019) menyatakan bahwa *hardness beads* semakin bertambah seiring meningkatnya konsentrasi  $\text{CaCl}_2$ . Hal tersebut dipengaruhi oleh faktor eksternal dari metode gelasi ionik yang lebih berpengaruh terhadap *hardness beads* dibandingkan faktor internalnya, karena menunjukkan bentuk keseragaman dari *beads* sedangkan faktor internal menunjukkan morfologi *beads* yang sama. Sehingga, kekerasan dari *beads* berpengaruh terhadap daya *swelling* dan diameternya karena air semakin sulit untuk menembus bagian luar akibat banyaknya ion  $\text{Ca}^{2+}$  yang mengisi jaringan ruang *beads*. Berdasarkan data yang diperoleh dari uji daya *swelling*, diameter serta kekuatan mekanik (*hardness*)

BACMC, semakin banyak penambahan *crosslink* pada *beads* maka semakin kecil daya *swelling* maka diameternya sedangkan nilai uji *hardness* berbanding terbalik dengan pengukuran keduanya.

#### 4.4 Pengaruh Pembuatan CMC Hasil Sintesis dan BACMC Terhadap Karakter FTIR

Adapun hasil karakterisasi FTIR pembuatan BACMC meliputi beberapa tahapan, diantaranya batang jagung, delignifikasi, *bleaching*, ekstrak selulosa, CMC sintesis, BACMC berdasarkan variasi konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  ditunjukkan pada (Gambar 4.10).

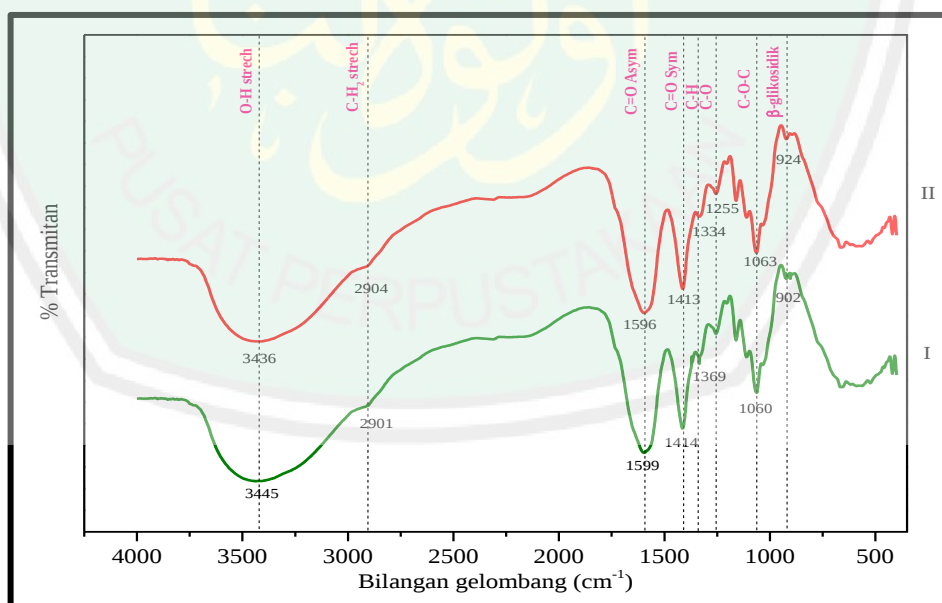


Gambar 4.10 Spektra IR tahap pembuatan karboksimetil selulosa i) batang jagung ii) delignifikasi iii) *bleaching* iv) selulosa murni dan v) karboksimetil selulosa

Berdasarkan Gambar 4.10 menunjukkan bahwa hasil spektra batang jagung terletak pada bilangan gelombang 3409, 2920, 1733, 1634, 1513, 1327, 1250, 1050, 832 dan  $666\text{ cm}^{-1}$ . Pada bilangan gelombang sekitar 1733 dan 1250  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan gugus  $\text{C=O}$  dan  $\text{C-O}$  ester pada hemiselulosa, gugus  $\text{C=C}$

aromatis pada lignin muncul pada bilangan gelombang  $1513\text{ cm}^{-1}$  dan pada bilangan gelombang sekitar  $1634\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus O-H kristalin pada air.

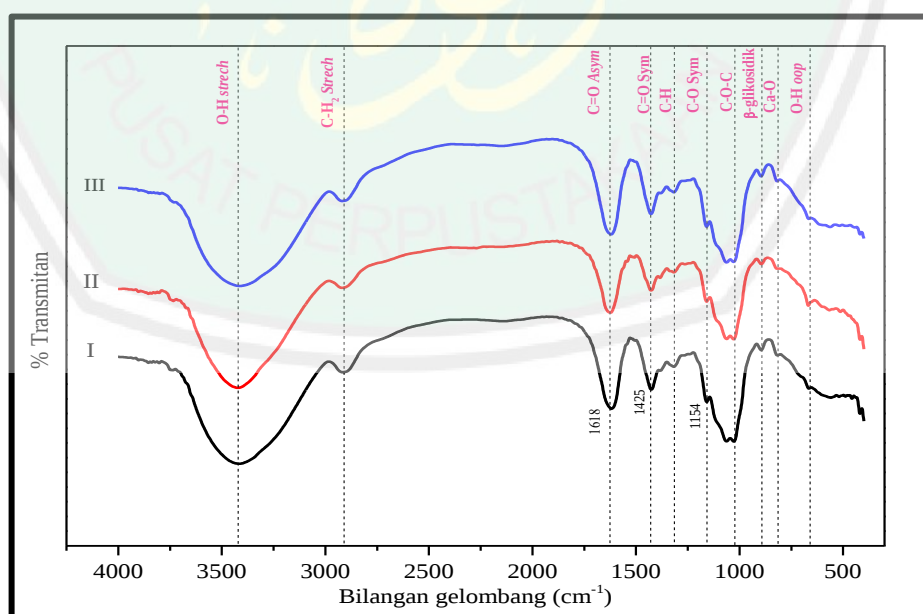
Berdasarkan spektra yang dihasilkan (Gambar 4.10) mengindikasikan bahwa batang jagung mengandung komponen hemiselulosa, lignin dan selulosa. Pada proses delignifikasi dan *bleaching* bilangan gelombang sekitar 1700 dan 1200 serta 1500-an tidak muncul spektra karena kedua proses tersebut berfungsi menghilangkan hemiselulosa dan lignin pada batang jagung. Kemudian, Intensitas bilangan gelombang pada spektra hidrolisis (selulosa murni) mengalami peningkatan. Menurut (Huang *et al.*, 2017) menyatakan bahwa bilangan gelombang yang muncul pada puncak  $1060\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi gugus C-O-C *stretching* dari cincin piranosa dengan  $\beta$ -glikosidik pada selulosa. Peningkatan intensitas spektra pada bilangan gelombang tersebut, kemungkinan mengindikasikan bahwa polimer selulosa telah terpecah menjadi polimer yang lebih sederhana.



Gambar 4.11 Spektra IR I) standar CMC dan II) sintesis CMC dari batang jagung

Adapun hasil spektra karboksimetil selulosa muncul pada bilangan gelombang 3436, 2904, 1596, 1413, 1334, 1255, 1063, 924 dan  $665\text{ cm}^{-1}$  yang

menandakan sintesis modifikasi selulosa telah berhasil. Hasil analisa tersebut didukung dengan membandingkan data analisa CMC sintesis dengan CMC standar (Gambar 4.11). Selain itu, pada bilangan gelombang  $665\text{ cm}^{-1}$  muncul spektra yaitu mengindikasikan terjadinya reaksi gugus O-H pada struktur selulosa C-2, C-3 dan C-6, sedangkan pada puncak bilangan gelombang  $1596$  dan  $1413\text{ cm}^{-1}$  merupakan ciri khas gugus C=O dari  $\text{COO}^-$  *asimetris* dan *simetris* serta pada bilangan gelombang  $1255\text{ cm}^{-1}$  merupakan gugus C-O dari  $\text{COO}^-$ . Namun, pada bilangan gelombang  $1063\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus C-O-C *stretching* dimana intensitas spektra semakin berkurang. Hal tersebut terjadi karena penambahan NaOH yang berfungsi pengaktifan gugus -OH pada molekul selulosa untuk mempermudah substitusi atom hidrogen pada gugus -OH selulosa menjadi - $\text{CH}_2\text{COO}$  serta mengembangkan selulosa (penghancuran struktur kristalin menjadi amorf). Hasil tersebut sesuai dengan hasil yang didapatkan pada penelitian sebelumnya (El-Sakhawy *et al.*, 2018).



Gambar 4.12 Spektra IR *beads* berdasarkan variasi  $\text{CaCl}_2$  i) BACMC 3% ii) BACMC 4% dan iii) BACMC 5%

Hasil spektra pada BACMC dengan variasi  $\text{CaCl}_2$  sebagai *crosslink* menunjukkan bahwa pada bilangan gelombang 1614; 1425 dan 1154 mengindikasikan gugus  $\text{C}=\text{O}$  dan  $\text{C}-\text{O}$  dari gugus karboksilat alginat, sedangkan pada penambahan *crosslink* muncul pada bilangan gelombang sekitar  $820\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan interaksi gugus  $\text{Ca}-\text{O}$  yakni reaksi antara gugus karboksilat ( $\text{COO}^-$ ) pada alginat dan ion  $\text{Ca}^{2+}$  dari *crosslink* dengan intensitas puncak spektra semakin tajam seiring penambahan *crosslink* dalam pembuatan *beads*. Menurut (Ibrahim *et al.*, 2014), penambahan *crosslink* yaitu  $\text{CaCl}_2$  ditunjukkan pada serapan sekitar  $820\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus ion  $\text{Ca}^{2+}$  yang berikatan dengan alginat.

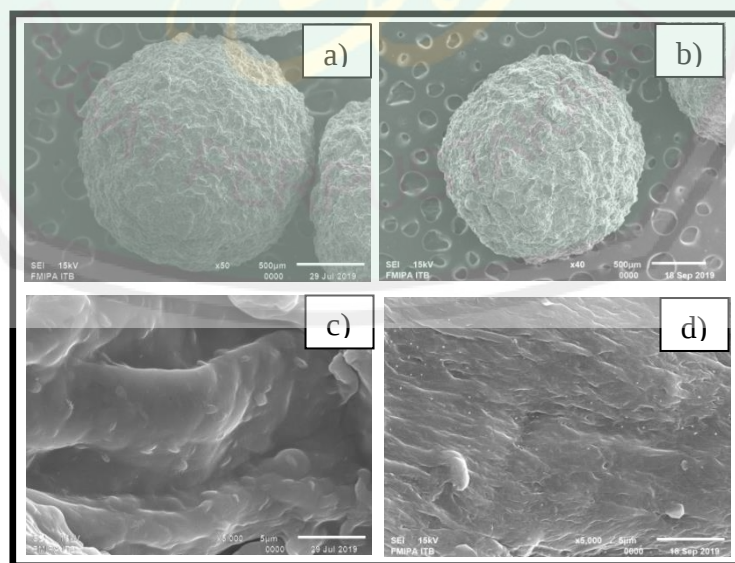
**Tabel 4.1 Data Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) spektrum IR serbuk batang jagung, delignifikasi, *bleaching*, hidrolisis (selulosa murni), karboksimetil selulosa serta *beads* dengan variasi  $\text{CaCl}_2$**

| Sampel               | Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) | Jenis Modus Vibrasi                             |
|----------------------|-----------------------------------------|-------------------------------------------------|
| Serbuk Batang Jagung | 3409                                    | O-H <i>stretching</i>                           |
|                      | 2920                                    | C-H <sub>2</sub> <i>stretching</i>              |
|                      | 1733                                    | C=O ester <i>stretching</i>                     |
|                      | 1634                                    | O-H <i>bending absorbed water</i>               |
|                      | 1513                                    | C=C <i>stretching</i>                           |
|                      | 1457                                    | C-H <sub>2</sub> <i>bending</i> cincin piranosa |
|                      | 1380                                    | C-H <i>bending</i>                              |
|                      | 1250                                    | C-O ester <i>stretching</i>                     |
|                      | 1050                                    | C-O-C <i>stretching</i> cincin piranosa         |
|                      | 832                                     | C-H Ikatan $\beta$ -glikosidik                  |
|                      | 666                                     | O-H <i>bending oop</i>                          |
| Delignifikasi        | 3446                                    | O-H <i>stretching</i>                           |
|                      | 2905                                    | C-H <sub>2</sub> <i>stretching</i>              |
|                      | 1648                                    | O-H <i>bending absorbed water</i>               |
|                      | 1428                                    | C-H <sub>2</sub> <i>bending</i> cincin piranosa |
|                      | 1382                                    | C-H <i>bending</i>                              |
|                      | 1059                                    | C-O-C <i>stretching</i> cincin piranosa         |
|                      | 896                                     | C-H Ikatan $\beta$ -glikosidik                  |
| Bleaching            | 668                                     | O-H <i>bending oop</i>                          |
|                      | 3447                                    | O-H <i>stretching</i>                           |
|                      | 2906                                    | C-H <sub>2</sub> <i>stretching</i>              |
|                      | 1648                                    | O-H <i>bending absorbed water</i>               |
|                      | 1431                                    | C-H <sub>2</sub> <i>bending</i> cincin piranosa |
|                      | 1383                                    | C-H <i>bending</i>                              |
|                      | 1032                                    | C-O-C <i>stretching</i>                         |
|                      | 896                                     | C-H Ikatan $\beta$ -glikosidik                  |
|                      | 668                                     | O-H <i>bending</i>                              |

|                       |      |                                                 |
|-----------------------|------|-------------------------------------------------|
| Selulosa murni        | 3435 | O-H <i>stretching</i>                           |
|                       | 2901 | C-H <sub>2</sub> <i>stretching</i>              |
|                       | 1648 | O-H <i>bending absorbed water</i>               |
|                       | 1431 | C-H <sub>2</sub> <i>bending cincin piranosa</i> |
|                       | 1381 | C-H <i>bending</i>                              |
|                       | 1030 | C-O-C <i>stretching cincin piranosa</i>         |
|                       | 819  | C-H Ikatan $\beta$ -glikosidik                  |
| Karbosimetil Selulosa | 667  | O-H <i>bending oop</i>                          |
|                       | 3436 | OH <i>stretching</i>                            |
|                       | 2904 | C-H <sub>2</sub> <i>stretching</i>              |
|                       | 1596 | C=O <i>stretching Anti-symmetric</i>            |
|                       | 1413 | C=O <i>stretching symmetric</i>                 |
|                       | 1334 | C-H <i>bending</i>                              |
|                       | 1255 | C-O <i>stretching</i>                           |
| BACMC 3%              | 1063 | C-O-C <i>stretching</i>                         |
|                       | 924  | C-H Ikatan $\beta$ -glikosidik                  |
|                       | 665  | O-H <i>bending oop</i>                          |
|                       | 3431 | O-H <i>stretching</i>                           |
|                       | 2917 | C-H <sub>2</sub> <i>stretching</i>              |
|                       | 1618 | C=O <i>stretching Anti-symmetric</i>            |
|                       | 1425 | C=O <i>stretching symmetric</i>                 |
| BACMC 4%              | 1317 | C-H <i>bending</i>                              |
|                       | 1154 | C-O <i>symmetric</i>                            |
|                       | 1062 | C-O-C <i>stretching</i>                         |
|                       | 895  | C-H Ikatan $\beta$ -glikosidik                  |
|                       | 820  | Ca-O                                            |
|                       | 667  | O-H <i>bending oop</i>                          |
|                       | 3421 | O-H <i>stretching</i>                           |
| BACMC 5%              | 2918 | C-H <sub>2</sub> <i>stretching</i>              |
|                       | 1622 | C=O <i>stretching Anti-symmetric</i>            |
|                       | 1426 | C=O <i>stretching symmetric</i>                 |
|                       | 1316 | C-H <i>bending</i>                              |
|                       | 1154 | C-O <i>symmetric</i>                            |
|                       | 1062 | C-O-C <i>stretching</i>                         |
|                       | 895  | C-H Ikatan $\beta$ -glikosidik                  |
| BACMC 5%              | 820  | Ca-O                                            |
|                       | 667  | O-H <i>bending oop</i>                          |
|                       | 3412 | O-H <i>stretching</i>                           |
|                       | 2918 | C-H <sub>2</sub> <i>stretching</i>              |
|                       | 1619 | C=O <i>stretching Anti-symmetric</i>            |
|                       | 1427 | C=O <i>stretching symmetric</i>                 |
|                       | 1317 | C-H <sub>2</sub> <i>bending</i>                 |
| BACMC 5%              | 1154 | C-O <i>symmetric</i>                            |
|                       | 1062 | C-O-C <i>stretching</i>                         |
|                       | 896  | C-H Ikatan $\beta$ -glikosidik                  |
|                       | 820  | Ca-O                                            |
|                       | 667  | O-H <i>bending oop</i>                          |

#### 4.5 Analisis SEM-EDX BACMC

Berdasarkan hasil karakterisasi *Scanning Electron Microscopy* (SEM) ditunjukkan dalam (Gambar 4.12). Adapun morfologi permukaan BACMC  $\text{CaCl}_2$  3% yang dihasilkan berbentuk bulat, permukaan halus, memiliki lekukan yang terlihat besar dan lebar seiring peningkatan perbesaran, sedangkan pada morfologi BACMC  $\text{CaCl}_2$  5% berbentuk bulat, permukaan kasar, tidak rata serta lekukan terlihat samar pada perbesaran 5000x. Hal tersebut terjadi karena peningkatan konsentrasi *crosslink* yang menyebabkan morfologi permukaan *beads* menjadi lebih kasar dan tidak rata sehingga lekukan terlihat samar (Halдар and Chakraborty, 2018). Hal tersebut didukung pula dengan pengukuran diameter menggunakan *Image-J application* bahwa pada (Gambar 4.13) karakterisasi *beads* menggunakan SEM dengan perbesaran 50x menghasilkan diameter *beads* kering sekitar 0,48–0,56 cm. Berbeda halnya pengukuran diameter *beads* menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 0,75x menghasilkan diameter *beads* kering sekitar 0,18-0,19 cm.



Gambar 4.13 Hasil analisa SEM (a) BACMC  $\text{CaCl}_2$  3% perbesaran 50x (b) BACMC  $\text{CaCl}_2$  5% perbesaran 40x (c) BACMC  $\text{CaCl}_2$  3% perbesaran 5000x dan (d) BACMC  $\text{CaCl}_2$  5% perbesaran 5000x

**Tabel 4.2 Persentase masing-masing unsur dari BACMC CaCl<sub>2</sub> 3 dan 5%**

| Sampel   | Berat masing-masing unsur (%) |       |      |      |      |
|----------|-------------------------------|-------|------|------|------|
|          | C                             | O     | Na   | Cl   | Ca   |
| BACMC 3% | 48,91                         | 45,87 | 0,80 | 1,74 | 2,69 |
| BACMC 5% | 46,18                         | 45,69 | 0,61 | 3,53 | 3,99 |

Hasil karakterisasi SEM didukung dengan data EDX, menjelaskan kandungan beberapa unsur dalam *beads*. Berdasarkan hasil EDX, diperoleh kandungan unsur pada BACMC yaitu C, O, Na, Cl dan Ca. Pada BACMC CaCl<sub>2</sub> 3% kandungan atom C, O dan Na lebih banyak dibandingkan BACMC CaCl<sub>2</sub> 5% sedangkan unsur Cl pada BACMC 3% lebih sedikit dibanding BACMC 5%. Perbedaan pembuatan BACMC secara signifikan terletak dari variasi CaCl<sub>2</sub>, yaitu 3 dan 5% menghasilkan persen atom Ca sebesar 2,69 dan 3,99%. Peningkatan persentase atom Ca menyebabkan bentuk *beads* semakin bulat dan memiliki sedikit lekukan (rata), sehingga homogenitas permukaan *beads* semakin meningkat seiring banyaknya interaksi antara alginat dengan ion Ca<sup>2+</sup> dari *crosslink* (Halдар and Chakraborty, 2018). Hal tersebut sesuai dengan penelitian terdahulu yang dilakukan (Sabino *et al.*, 2018) menyatakan bahwa berdasarkan hasil analisis EDX, konsentrasi *crosslink* berpengaruh terhadap bentuk partikel yang dihasilkan, semakin banyak konsentrasi *crosslink* yang ditambahkan maka tingkat aglomerasi semakin berkurang. Hal tersebut diketahui berdasarkan kekuatan mekanik pada BACMC 5% yang memiliki tekstur lebih keras dibanding BACMC 3%. Berdasarkan penjelasan tersebut, Allah SWT berfirman dalam Q.S Al-Haqqah ayat 38-39 berbunyi:

﴿٣٨﴾ فَلَا أُقْسِمُ بِمَا تُبْصِرُونَ ﴿٣٩﴾ وَمَا لَا تُبْصِرُونَ

Artinya: “Maka Aku bersumpah dengan apa yang kamu lihat, dan dengan apa yang tidak kamu lihat.”

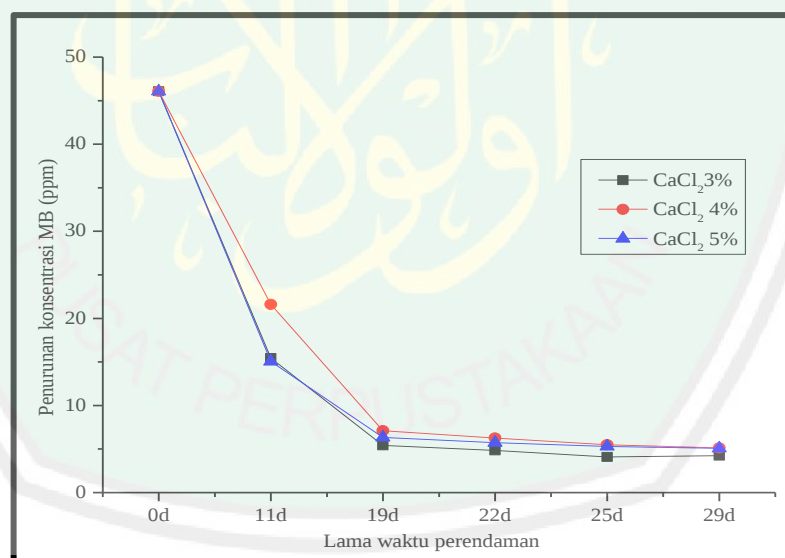
Ayat tersebut menjelaskan bahwasanya Allah SWT bersumpah kepada seluruh makhluk-Nya telah membersihkan nama Nabi SAW dari perkaatan musuh-musuhnya, hingga pada suatu waktu mereka melihat sifat dan akhlak Rasulullah SAW yang sebenarnya dan mereka menyadari kesalahan yang telah diperbuat sebelumnya (Asy-Syuyuthi, 2003). Berdasarkan ayat tersebut, seiring kemajuan teknologi kebenaran tentang kehidupan di bumi yang tidak diketahui oleh manusia akhirnya dapat terpaparkan secara jelas. Kehidupan di bumi yang terlihat merupakan wujud interaksi antar sesama, akan tetapi di sisi lain mereka tidak mengetahui bahwa sesuatu yang tak terlihat secara kasat mata pun juga berada dalam siklus kehidupan manusia. Mereka tidak mengetahui bahwa sesuatu yang tak terlihat memiliki peran dan pengaruh dalam kehidupan manusia seperti halnya dalam pembuatan *beads* (berbentuk kecil) yang memiliki beberapa fungsi tertentu salah satunya adalah mampu mengadsorpsi zat berwarna seperti *methylene blue*. Peranan tersebut dapat kita lihat menggunakan alat sejenis mikroskop berupa SEM-EDX yang berfungsi untuk mengetahui morfologi permukaan dari *beads* serta komponen unsur penyusunnya. Dari karakterisasi tersebut kita dapat mengetahui bahwasanya BACMC  $\text{CaCl}_2$  3% memiliki morfologi berbentuk bulat, permukaan halus dan memiliki lekukan besar dan lebar berkebalikan dengan morfologi pada BACMC 5% bentuk bulat, permukaan kasar dan lekukan terlihat samar.

Berdasarkan karakteristik morfologi permukaan (Gambar 4.13) dapat ditarik kesimpulan bahwa kemampuan adsorpsi BACMC 3% lebih tinggi dibanding BACMC 5%. Kemampuan adsorpsi tersebut berasal dari banyaknya pori yang dimiliki oleh masing-masing variasi konsentrasi *beads* yang dibuktikan

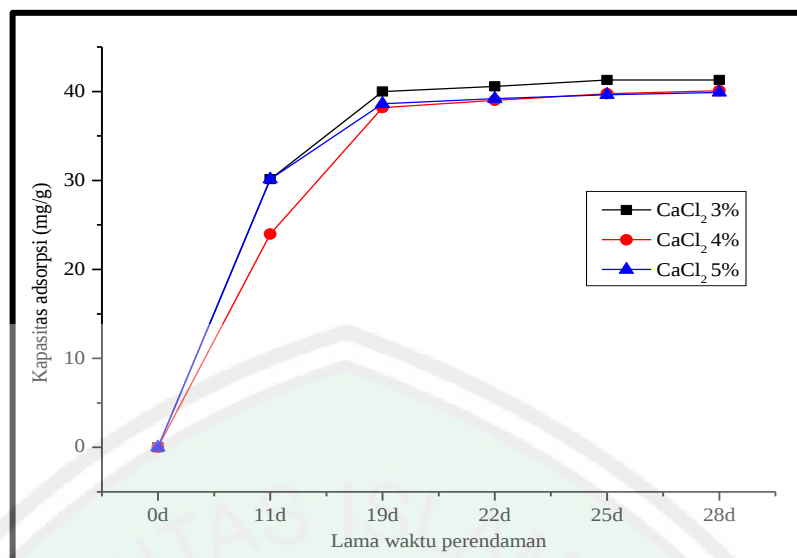
dengan penurunan konsentrasi *methylene blue* (Gambar 4.14). Sehingga dapat diketahui peningkatan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  terlihat samar pada pembuatan BACMC berpengaruh terhadap hasil yang diperoleh terutama ketika diaplikasikan dalam kehidupan sehari-hari seperti *drug delivery*, kromatografi kolom, metode adsorpsi zat berwarna dan lain-lainnya.

#### 4.6 Uji Aktivitas BACMC Menggunakan Metode Adsorpsi *Methylene Blue*

Adapun tujuan uji aktivitas BACMC yaitu untuk mengetahui kapasitas adsorpsi *beads* terhadap penurunan konsentrasi *methylene blue*. Penurunan konsentrasi *methylene blue* dilakukan dengan waktu perendaman selama 28 hari atau 672 jam. Hasil penurunan konsentrasi *methylene blue* ditunjukkan pada (Gambar 4.12)



Gambar 4.14 Grafik penurunan konsentrasi *methylene blue*



Gambar 4.15 Grafik kapasitas adsorpsi *methylene blue*

Berdasarkan grafik (Gambar 4.14) menunjukkan bahwa hasil penurunan konsentrasi *methylene blue* tertinggi berdasarkan variasi konsentrasi *crosslink* yaitu 3; 4; dan 5% secara berturut yaitu 41,99 ppm; 40,91 ppm; dan 41,07 ppm pada waktu perendaman selama 672 jam atau 28 hari. Hasil penurunan konsentrasi tersebut kemudian dikelola untuk menghitung kapasitas adsorpsi (Gambar 4.15) menggunakan (Persamaan 3.3) sehingga dihasilkan kapasitas adsorpsi berturut yaitu 41,30 mg/g; 40,08 mg/g; dan 39,90 mg/g.

#### 4.7 Perspektif Islam dan Sains

Berdasarkan hasil data yang diperoleh tersebut menunjukkan bahwa penambahan variasi konsentrasi *crosslink* berupa CaCl<sub>2</sub> berpengaruh terhadap daya *swelling*, diameter, kekuatan mekanik, morfologi permukaan serta kemampuan mengadsorpsi *methylene blue*. Semakin banyak penambahan CaCl<sub>2</sub> yang diberikan maka daya *swelling*, diameter dan kemampuannya mengadsorpsi adsorben semakin kecil sedangkan kekuatan mekaniknya semakin tinggi dengan bentuk bulat, permukaan kasar, tidak rata serta memiliki lekukan yang terlihat

samar. Berdasarkan kesimpulan tersebut dapat diketahui bahwa penambahan *crosslink* yang berlebihan menyebabkan hasil yang tidak maksimum, sesuai firman Allah SWT dalam Q.S Al-Maidah Ayat 77 yang berbunyi:

قُلْ يَا أَهْلَ الْكِتَابِ لَا تَغْلُوا فِي دِينِكُمْ غَيْرَ الْحَقِّ وَلَا تَتَّبِعُوا أَهْوَاءَ قَوْمٍ قَدْ ضَلُّوا مِنْ قَبْلُ وَأَضَلُّوا كَثِيرًا  
وَضَلُّوا عَنْ سَوَاءِ السَّبِيلِ ﴿٧٧﴾

Artinya: " Hai Ahli Kitab, janganlah kamu berlebih-lebihan (melampaui batas) dengan cara yang tidak benar dalam agamamu. Dan janganlah kamu mengikuti hawa nafsu orang-orang yang telah sesat terdahulunya (sebelum kedatangan Muhammad) dan mereka telah menyesatkan kebanyakan (manusia), dan mereka tersesat dari jalan yang lurus.

Ayat tersebut menjelaskan bahwa tentang sifat/perilaku berlebih-lebihan, dimana pada zaman dahulu (sebelum kedatangan Nabi Muhammad SAW) yaitu golongan yahudi dan nasrani mengikuti hawa nafsu mereka dalam urusan agama sehingga mereka cenderung berbuat sesuka hati dan akhirnya kufur terhadap nikmat yang telah Allah SWT berikan. Kekufuran tersebut memberikan dampak negatif terhadap orang-orang sekitar sehingga yang lainnya ikut ke dalam jurang kesesatan (Asy-Syuyuthi, 2003). Dalam hal ini, ayat tersebut memberikan hikmah kehidupan terhadap penelitian ini yaitu tentang pola hidup yang berlebihan yang dikaitkan dengan pembuatan *beads* dengan penambahan variasi konsentrasi *agent crosslink* ( $\text{CaCl}_2$ ).

Berdasarkan data tersebut, Penambahan kadar *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  yang berlebihan menghasilkan *beads* dengan data hasil karakterisasi yang kurang maksimal seperti daya *swelling*, diameter dan kemampuan adsorpsinya semakin kecil/menurun sehingga diperlukan  $\text{CaCl}_2$  yang tepat agar menghasilkan karakterisasi yang baik. Dari hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa penambahan kadar  $\text{CaCl}_2$  yang tepat dalam pembuatan *beads*-alginat karboksimetil yaitu 3%

menghasilkan daya *swelling* sebesar 92,64% dengan pertambahan diameter sebesar 18,59%, kekuatan mekanik sebesar 109,71 N sehingga menghasilkan kapasitas adsorpsi sebesar 41,30 mg/g karena memiliki morfologi berbentuk bulat, permukaan halus dan rata serta memiliki lekukan yang besar dan lebar.



## BAB V

### PENUTUP

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Variasi konsentrasi *crosslink* berupa  $\text{CaCl}_2$  berpengaruh terhadap daya *swelling*-nya, ukuran diameter, kekuatan mekanik serta kemampuannya dalam mengadsorpsi metilen biru. Pada penelitian ini, menggunakan variasi  $\text{CaCl}_2$  3; 4 dan 5% menghasilkan daya *swelling* berturut yaitu 92,64; 85,17; dan 84,79%, sedangkan pengukuran diameter yang dihasilkan adalah 18,59; 17,09; dan 16,65%. Hal tersebut berbanding terbalik dengan uji kekuatan mekanik yang dihasilkan sebesar 109,71 N; 114,15 N; dan 119,78 N.
2. Hasil analisis FTIR dalam pembuatan CMC hasil sintesis terdapat pada bilangan gelombang 1596; 1415 dan  $1251 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan gugus C=O dan C-O dari gugus karboksil, sedangkan pada BACMC dengan peningkatan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  terdapat pada bilangan gelombang sekitar  $820 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan interaksi gugus Ca-O dengan intensitas puncak semakin meningkat.
3. Hasil analisis SEM-EDX BACMC optimum yaitu didasarkan pada *beads* yang memiliki daya *swelling* dan pertambahan diameter tertinggi serta kekuatan mekaniknya adalah BACMC  $\text{CaCl}_2$  3%, menghasilkan bentuk bulat, permukaan halus dengan bentuk lekukan yang besar dan lebar.
4. Uji aktivitas BACMC berdasarkan variasi konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  yaitu 3; 4; dan 5% mengalami penurunan konsentrasi berturut sebesar 41,99 ppm; 40,91

ppm; dan 41,07 ppm sehingga menghasilkan kapasitas adsorpsi *methylene blue* berturut sebesar 41,30 mg/g; 40,08 mg/g; dan 39,90 mg/g.

## 5.2 Saran

1. Perlu dilakukan variasi konsentrasi *crosslink* terkecil untuk mengetahui lebih detail penambahan konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  untuk *beads* optimum.
2. Perlu penambahan porogen untuk mempercepat proses adsorpsi sehingga memungkinkan penyerapan *methylene blue* berlangsung sedikit lebih cepat (< 28 hari).



## DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, B.M. (2007). Tafsir ibnu katsir. Bogor Pustaka Imam Asy-Syafi" I.
- Akalin, G.O., and Pulat, M. (2018). Preparation and Characterization of Nanoporous Sodium Carboxymethyl Cellulose Hydrogel Beads. *J. Nanomater.* 2018.
- Almeida, C.A.P., Debacher, N.A., Downs, A.J., Cottet, L., and Mello, C.A.D. (2009). Removal of methylene blue from colored effluents by adsorption on montmorillonite clay. *J. Colloid Interface Sci.* 332, 46–53.
- Asmara, A.P. (2016). Kajian Integrasi Nilai-Nilai Karakter Islami dengan Kimia dalam Materi Kimia Karbon. *J. Pendidik. SAINS JPS* 4, 1–11.
- Asmoro, N.W., Afriyanti, A., and Ismawati, I. (2018). Ekstraksi Selulosa Batang Tanaman Jagung (*Zea mays*) Metode Basa. *J. Ilm. Teknosains* 4, 24–28.
- Asy-Syuyuthi, J. (2003). Jalaluddin Muhammad Ibn Ahmad Al-Mahalliy. Tafsir Jalalain.
- Ayuningtyas, F. (2012). Pembuatan dan Karakterisasi Beads Hidrogel dari Berbagai Polimer sebagai Media Tanam. Fak. Mat. Dan Ilmu Pengetah. Alam Program Studi Paralel Dep. Farm. Depok.
- Basir, I.F., Mahatmanti, F.W., and Haryani, S. (2017). Sintesis Komposit Beads Kitosan/Arang Aktif Tempurung Kelapa Untuk Adsorpsi Ion Cu (II). *Indones. J. Chem. Sci.* 6, 181–188.
- Bayramoglu, G., Bektaş, S., and Arica, M.Y. (2003). Biosorption of heavy metal ions on immobilized white-rot fungus *Trametes versicolor*. *J. Hazard. Mater.* 101, 285–300.
- Benhalima, T., and Ferfera-Harrar, H. (2019). Eco-friendly porous carboxymethyl cellulose/dextran sulfate composite beads as reusable and efficient adsorbents of cationic dye methylene blue. *Int. J. Biol. Macromol.* 132, 126–141.
- Candido, R.G., and Goncalves, A.R. (2016). Synthesis of cellulose acetate and carboxymethylcellulose from sugarcane straw. *Carbohydr. Polym.* 152, 679–686.
- Chang, C., Duan, B., Cai, J., and Zhang, L. (2010). Superabsorbent hydrogels based on cellulose for smart swelling and controllable delivery. *Eur. Polym. J.* 46, 92–100.
- Choi, J.-W., Yang, K.-S., Kim, D.-J., and Lee, C.E. (2009). Adsorption of zinc and toluene by alginate complex impregnated with zeolite and activated carbon. *Curr. Appl. Phys.* 9, 694–697.

- Costa, M.J., Marques, A.M., Pastrana, L.M., Teixeira, J.A., Sillankorva, S.M., and Cerqueira, M.A. (2018). Physicochemical properties of alginate-based films: Effect of ionic crosslinking and mannuronic and guluronic acid ratio. *Food Hydrocoll.* 81, 442–448.
- Dahlan, N.A., Ng, S.L., and Pushpamalar, J. (2017). Adsorption of methylene blue onto powdered activated carbon immobilized in a carboxymethyl sago pulp hydrogel. *J. Appl. Polym. Sci.* 134.
- El-Sakhawy, M., Kamel, S., Salama, A., and Tohamy, H.-A.S. (2018). Preparation and infrared study of cellulose based amphiphilic materials. *Cellul. Chem. Technol.* 52, 193–200.
- Eriningsih, R., Yulina, R., and Mutia, T. (2011). Pembuatan Karboksimetil Selulosa dari Limbah Tongkol Jagung Untuk Pengental Pada Proses Pencapan Tekstil. *Arena Tekst.* 26.
- Ferdiansyah, M.K., Marseno, D.W., and Pranoto, Y. (2016). Kajian Karakteristik Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Pelepah Kelapa Sawit Sebagai Upaya Diversifikasi Bahan Tambahan Pangan yang Halal. *J. Apl. Teknol. Pangan* 5.
- Gericke, M., Trygg, J., and Fardim, P. (2013). Functional cellulose beads: preparation, characterization, and applications. *Chem. Rev.* 113, 4812–4836.
- Griffin, B.J., and Riessen, V.A. (1991). Scanning Electron Microscopy Course Notes. Univ. West. Aust. Nedlands Hal 1–8.
- Gupta, V.K., Carrott, P.J.M., Singh, R., Chaudhary, M., and Kushwaha, S. (2016). Cellulose: a review as natural, modified and activated carbon adsorbent. *Bioresour. Technol.* 216, 1066–1076.
- Habib, A., Sathish, V., Mallik, S., and Khoda, B. (2018). 3D printability of alginate-carboxymethyl cellulose hydrogel. *Materials* 11, 454.
- Haldar, K., and Chakraborty, S. (2018). Effect of liquid pool concentration on chemically reactive drop impact gelation process. *J. Colloid Interface Sci.* 528, 156–165.
- Haleem, N., Arshad, M., Shahid, M., and Tahir, M.A. (2014). Synthesis of carboxymethyl cellulose from waste of cotton ginning industry. *Carbohydr. Polym.* 113, 249–255.
- Hariani, R. (2019). Pembuatan Carboxymethyl Cellulose (CMC) dari Pelepah Kelapa Sawit. *J. Sains Dan Ilmu Terap.* 2, 1–6.
- Hartini, L., Yulianti, E., Mahmudah, R., and Mahmudah, R. (2014). Karakterisasi karbon aktif teraktivasi NaCl dari ampas tahu. *ALCHEMY* 145–153.

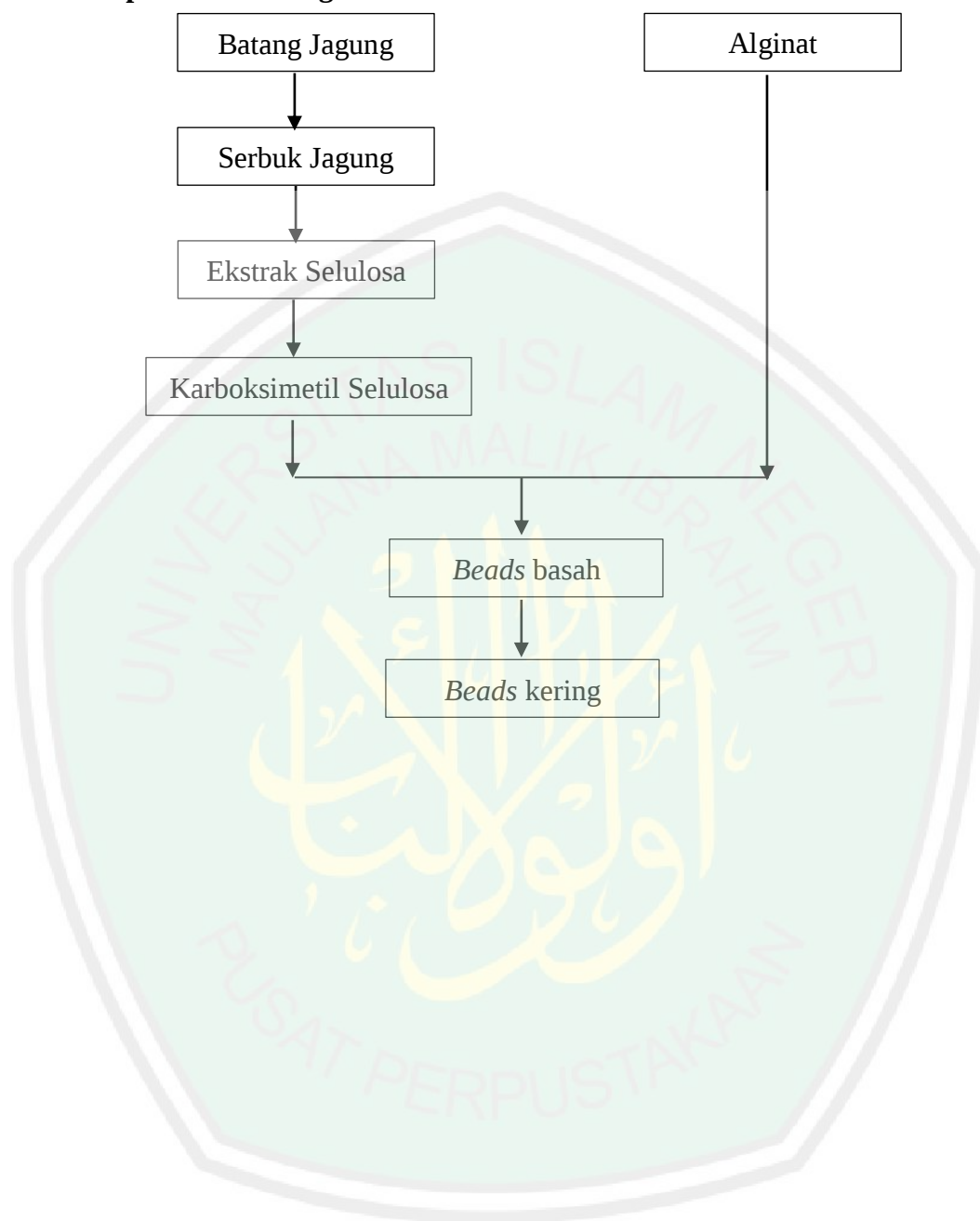
- Huang, S., Zhou, L., Li, M.-C., Wu, Q., and Zhou, D. (2017). Cellulose nanocrystals (CNCs) from corn stalk: Activation energy analysis. *Materials* 10, 80.
- Ibrahim, S.M., El Fadl, F.I.A., and El-Naggar, A.A. (2014). Preparation and characterization of crosslinked alginate–CMC beads for controlled release of nitrate salt. *J. Radioanal. Nucl. Chem.* 299, 1531–1537.
- Indrawati, D. (2013). Pengaruh Perbandingan Komposisi Kitosan dan Silika Terhadap Karakterisasi Adsorben Kitosan-Silika Beads (Effect of Chitosan and Silica Composition to Characterization of Chitosan-Silica Beads Adsorbent). *UNESA J. Chem.* 2.
- Islamiyati, R., and Surahman, Y.A. (2017). Kandungan Protein Dan Serat Kasar Tongkol Jagung Yang Diinokulasi *Trichoderma* SP. Pada Lama Inkubasi Yang Berbeda. *Bul. Nutr. Dan Makanan Ternak* 12.
- Khazaeli, P., Pardakhty, A., and Hassanzadeh, F. (2010). Formulation of ibuprofen beads by ionotropic gelation. *Iran. J. Pharm. Res.* 163–170.
- Klemm, D., Philipp, B., Heinze, T., Heinze, U., and Wagenknecht, W. (1998). *Comprehensive cellulose chemistry. Volume 1: Fundamentals and analytical methods.* (Wiley-VCH Verlag GmbH).
- Kuo, A.C. (1999). *Polymer data handbook.* Polym. Data Handb. 962.
- Latifah, A.F., Yulianti, E., and Khoiroh, L.M. (2019). Synthesis And Characterization Of Alginate-Carboxymethyl Cellulose Beads From Corn Stalk (*Zea mays*) With Crosslink Variation  $C_4H_6O_4Zn$ . *J. Islam. Pharm.* 4, 40–55.
- Lee, K.Y., and Mooney, D.J. (2012). Alginate: properties and biomedical applications. *Prog. Polym. Sci.* 37, 106–126.
- Lestari, P., Hidayati, T.N., Lestari, S.H.I., and Marseno, D.W. (2013). Pengembangan Teknologi Pembuatan Biopolimer Bernilai Ekonomi Tinggi Dari Limbah Tanaman Jagung (*Zea Mays*) Untuk Industri Makanan: Cmc (Carboxymethylcellulose). *Program Kreat. Mhs.-Penelit.*
- Liu, Z., Jiao, Y., and Zhang, Z. (2007). Calcium-carboxymethyl chitosan hydrogel beads for protein drug delivery system. *J. Appl. Polym. Sci.* 103, 3164–3168.
- Melisa, M., Bahri, S., and Nurhaeni, N. (2014). Optimasi Sintesis Karboksimetil Selulosa Dari Tongkol Jagung Manis (*Zea Mays* L Saccharata). *Nat. Sci. J. Sci. Technol.* 3.
- Nasrullah, A., Bhat, A.H., Naeem, A., Isa, M.H., and Danish, M. (2018). High surface area mesoporous activated carbon-alginate beads for efficient removal of methylene blue. *Int. J. Biol. Macromol.* 107, 1792–1799.

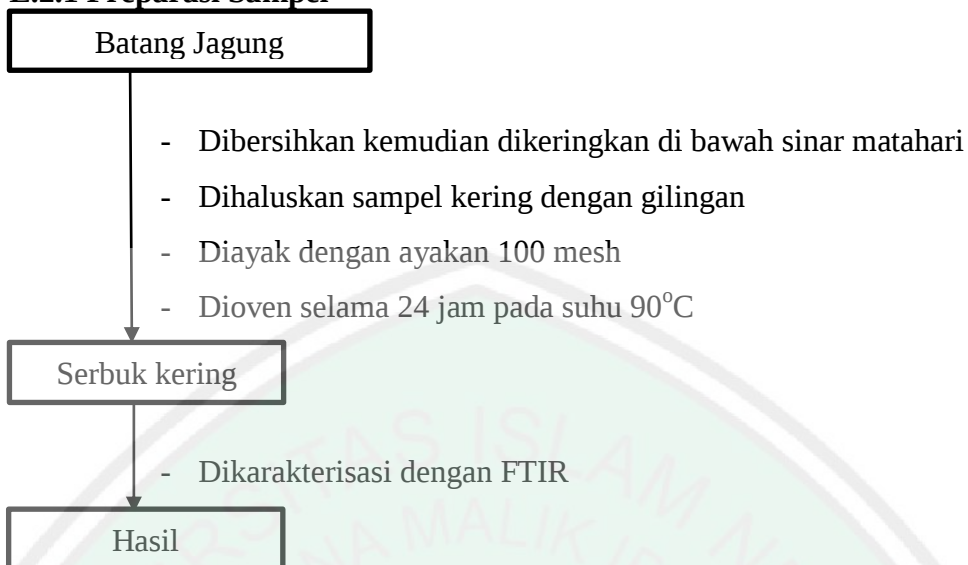
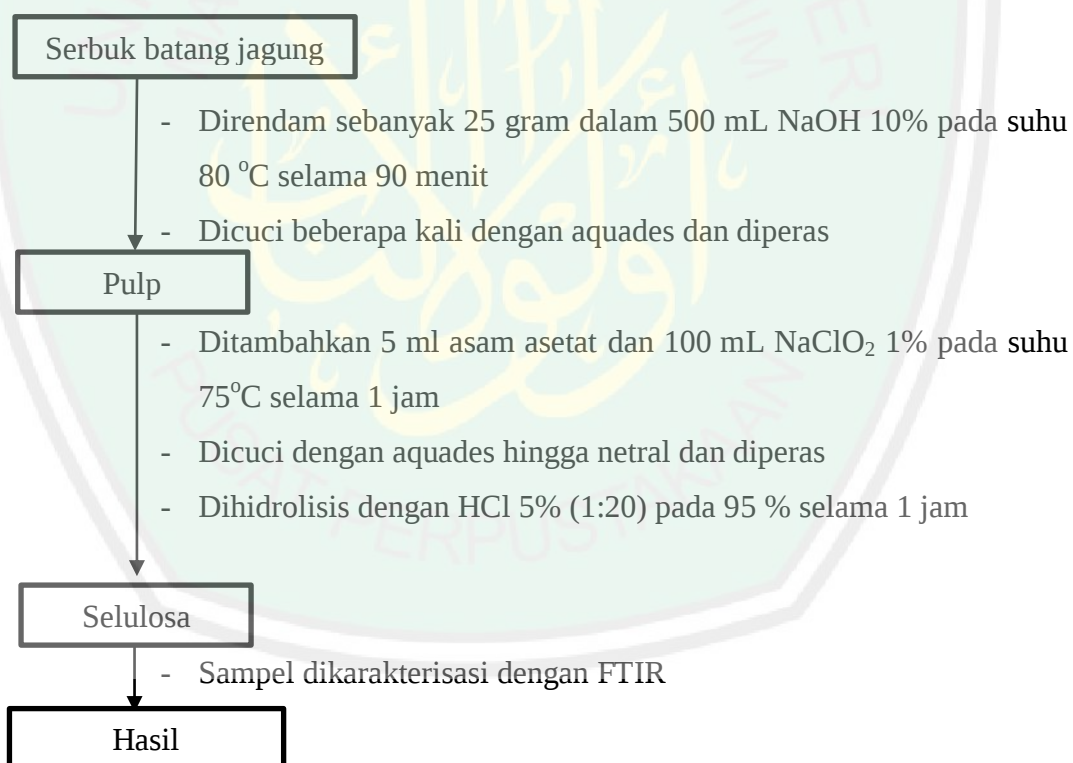
- Nur'ain, N., Nurhaeni, N., and Ridhay, A. (2017). Optimasi Kondisi Reaksi Untuk Sintesis Karboksimetil Selulosa (Cmc) Dari Batang Jagung (*Zea mays* L.). KOVALEN 3, 112–121.
- Nurmasari, R., Santoso, U.T., Umaningrum, D., and Rohman, T. (2009). Immobilization Of Humicacid On Chitosan Beads By Protectedcrosslinking Methodand Its Application As Sorbent For Pb (II) Imobilisasi Asam Humat pada Beads Kitosan dengan Metode Pengikatan-Silang Terproteksi dan Aplikasinya. Indones. J. Chem. 10.
- Pitaloka, A.B., Hidayah, N.A., Saputra, A.H., and Nasikin, M. (2015). Pembuatan Cmc Dari Selulosa Eceng Gondok Dengan Media Reaksi Campuran Larutan Isopropanol-Isobutanol Untuk Mendapatkan Viskositas Dan Kemurnian Tinggi. J. Integrasi Proses 5.
- Puspitasari, S. (2017). Preparasi Dan Karakterisasi Beads Alginat: Selulosa Xantat Dari Ampas Tebu Melalui Metode Gelasi Ionik dengan  $\text{CaCO}_3$  sebagai Porogen.
- Rajmohan, D., and Bellmer, D. (2019). Characterization of Spirulina-Alginate Beads Formed Using Ionic Gelation. Int. J. Food Sci. 2019.
- Ramdhan, T., Ching, S.H., Prakash, S., and Bhandari, B. (2019). Time dependent gelling properties of cuboid alginate gels made by external gelation method: Effects of alginate- $\text{CaCl}_2$  solution ratios and pH. Food Hydrocoll. 90, 232–240.
- Sabino, M.A., Sereno, O., and Dantas, F.L. (2018). Morphology study of alginate micro/nano particles for the encapsulation of divalents  $\text{Mg}^{2+}$  AND  $\text{Zn}^{2+}$  IONS. Int. J. Adv. Med. Biotechnol. - IJAMB 1, 22–30.
- Salama, A., Etri, S., Mohamed, S.A., and El-Sakhawy, M. (2018). Carboxymethyl cellulose prepared from mesquite tree: New source for promising nanocomposite materials. Carbohydr. Polym. 189, 138–144.
- Sankar, S. (2014). Fabrication and characterization of porous 3D TCP-CMC-alginate fibrous constructs for implant applications. PhD Thesis.
- Shaari, N., and Kamarudin, S.K. (2019). Recent advances in additive-enhanced polymer electrolyte membrane properties in fuel cell applications: An overview. Int. J. Energy Res. 43, 2756–2794.
- Shui, T., Feng, S., Chen, G., Li, A., Yuan, Z., Shui, H., Kuboki, T., and Xu, C. (2017). Synthesis of sodium carboxymethyl cellulose using bleached crude cellulose fractionated from cornstalk. Biomass Bioenergy 105, 51–58.
- Sonmez, M., Fikai, A., Fikai, D., Trusca, R., and Andronescu, E. (2016). Alginate/Cellulose Composite Beads For Environmental Applications. Univ. Politeh. Buchar. Sci. Bull. Ser. B-Chem. Mater. Sci. 78, 165–176.

- Suvachittanont, S., and Pookingdao, W. (2013). Development of Porous Spherical Cellulose Bead Production from Corn Cob as an Exfoliating Agent for Cosmetic Industries. 8.
- Swatloski, R.P., Spear, S.K., Holbrey, J.D., and Rogers, R.D. (2002). Dissolution of cellulose with ionic liquids. *J. Am. Chem. Soc.* 124, 4974–4975.
- Togrul, H., and Arslan, N. (2003). Production of carboxymethyl cellulose from sugar beet pulp cellulose and rheological behaviour of carboxymethyl cellulose. *Carbohydr. Polym.* 54, 73–82.
- Waldron, K.W., Parker, M.L., and Smith, A.C. (2003). Plant cell walls and food quality. *Compr. Rev. Food Sci. Food Saf.* 2, 128–146.
- Wathoniyyah, M. (2016). Pembuatan Dan Karakterisasi Komposit Sodium Alginat-Karaginan Dengan Crosslinker  $\text{CaCl}_2$  Dan Plasticizer Gliserol Sebagai Material Drug Release. PhD Thesis. Universitas Airlangga.
- Yulianingtyas, Y., Herawati, D., and Sukanta, S. (2018). Karakterisasi Natrium Alginat untuk Pembuatan Cangkang Kapsul Keras.
- Yulianti, E., Mahmudah, R., and Royana, I. (2018). Pemanfaatan Biosorben Batang Jagung Teraktivasi Asam Nitrat dan Asam Sulfat untuk Penurunan Angka Peroksida–Asam Lemak Bebas Minyak Goreng Bekas. *ALCHEMY* 5, 9–18.
- Yulianti, E., Jannah, R., Khoiroh, L.M., and Istighfarini, V.N. (2019). Briket Arang Tempurung Kawista (*Limonia acidissima*) Teraktivasi NaOH dengan Perekat Alami. *Al-Kim. J. Ilmu Kim. Dan Terap.* 6, 1–8.
- Zare-Akbari, Z., Farhadnejad, H., Furughi-Nia, B., Abedin, S., Yadollahi, M., and Khorsand-Ghayeni, M. (2016). PH-sensitive bionanocomposite hydrogel beads based on carboxymethyl cellulose/ZnO nanoparticle as drug carrier. *Int. J. Biol. Macromol.* 93, 1317–1327.

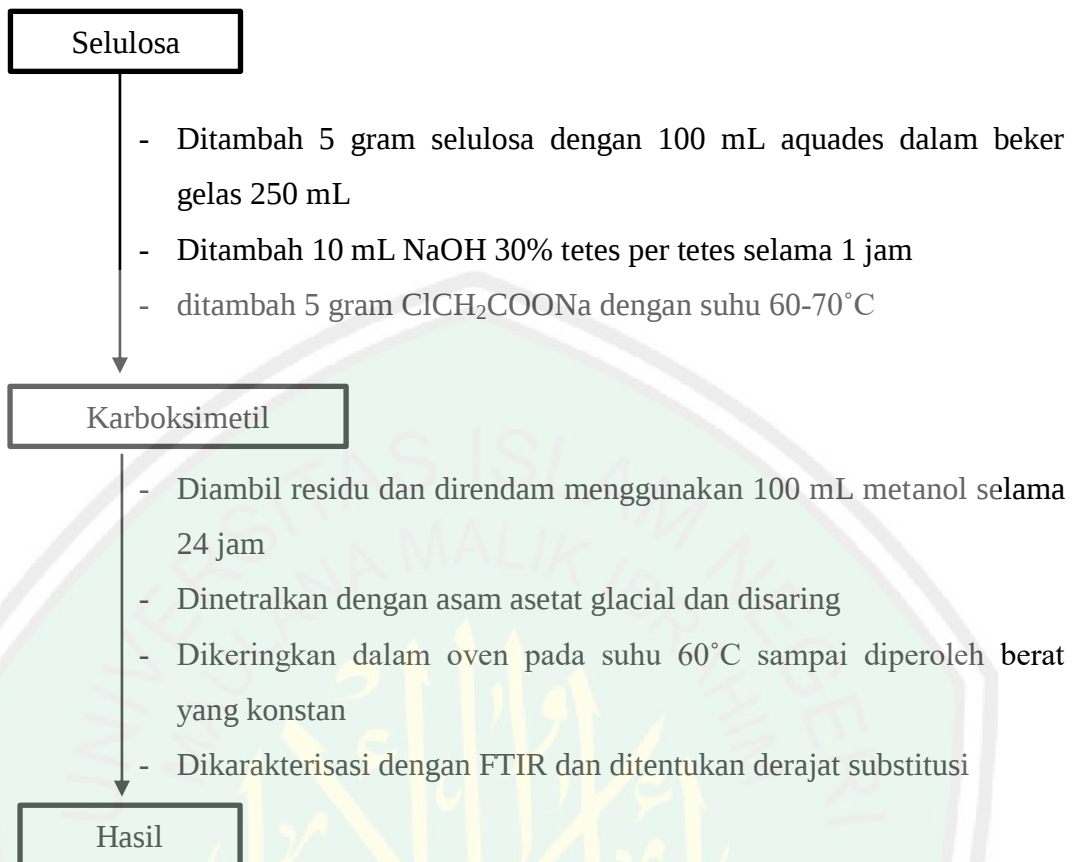
## LAMPIRAN

## Lampiran I Rancangan Penelitian

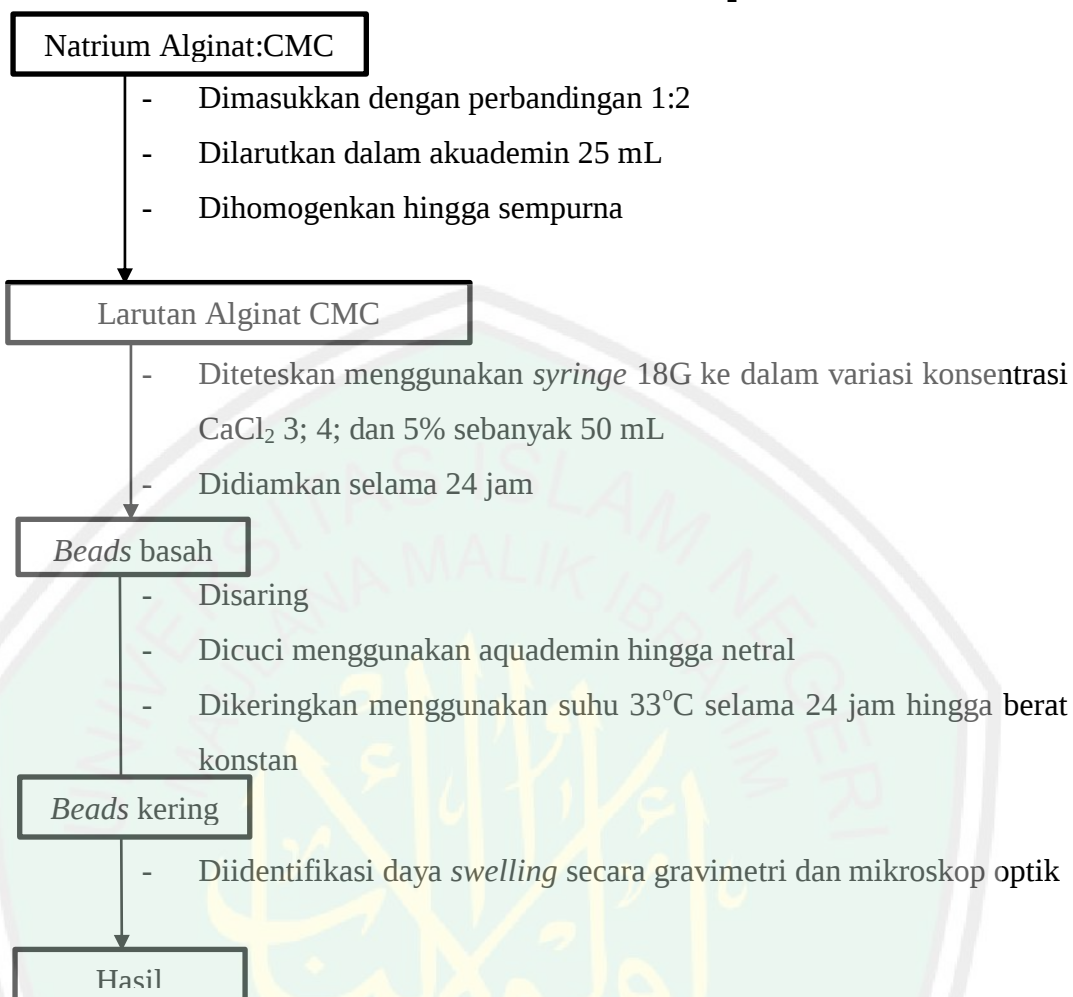


**Lampiran II Diagram Alir****L.2.1 Preparasi Sampel****L.2.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung**

### L.2.3 Pembuatan Karboksimetil Selulosa

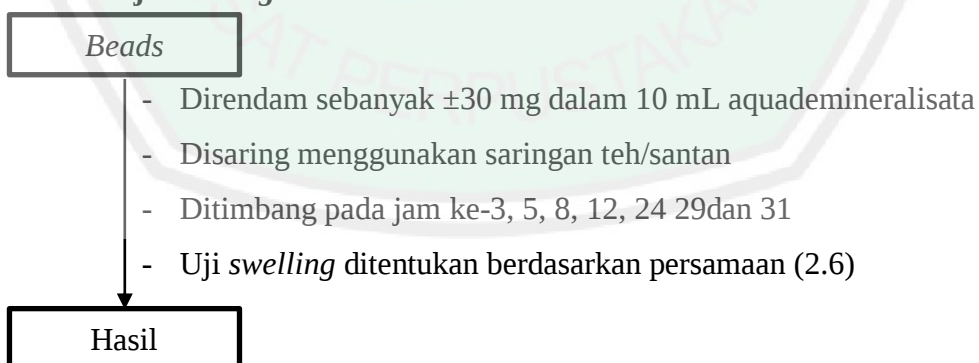


#### L.2.4 Penentuan Variasi Konsentrasi *Crosslink* $\text{CaCl}_2$ Terbaik

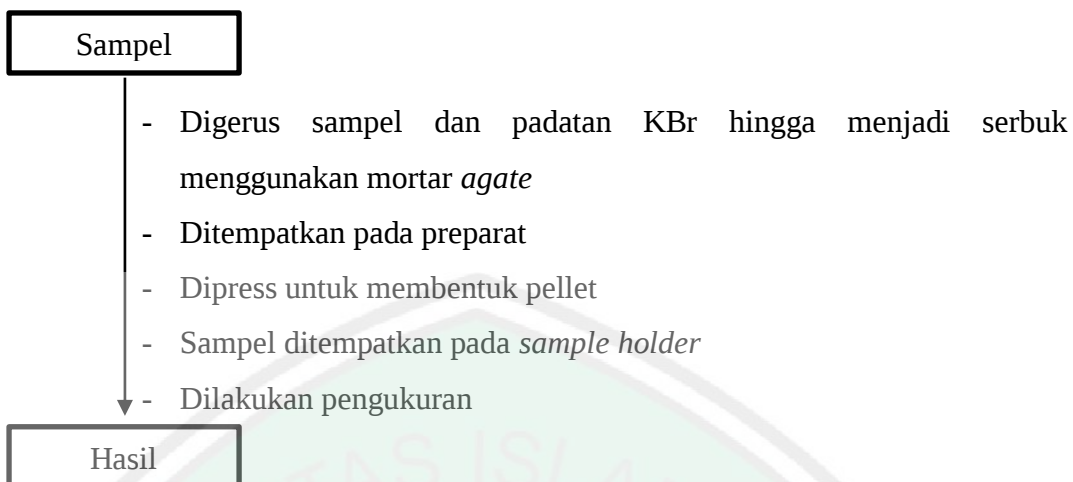


#### L.2.5 Karakterisasi

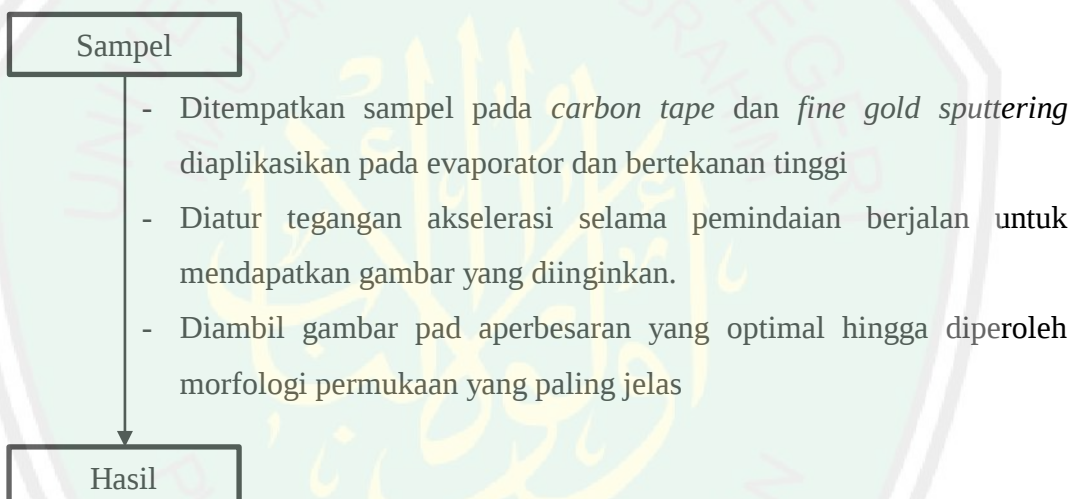
##### L.2.5.1 Uji *Swelling Beads*



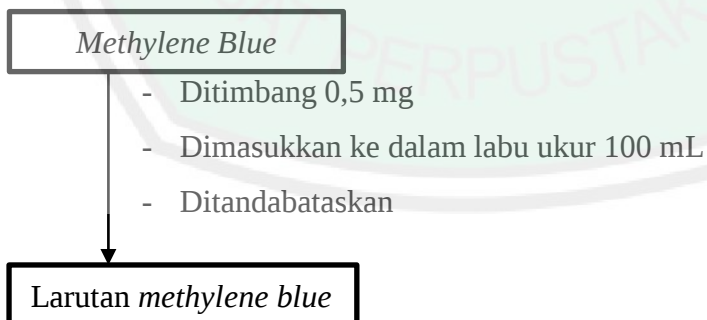
#### L.2.5.2 Analisis Gugus Fungsi



#### L.2.5.3 Analisis Morfologi Permukaan



#### L.2.5.4 Analisis Adsorpsi Methylene Blue



Beads 3, 4 dan 5%

- Dipipet 12 mL larutan *methylene blue*
- Dimasukkan ke dalam tabung reaksi
- Dimasukkan 3 butir *beads* pada tabung reaksi masing-masing variasi konsentrasi *crosslink*
- Diduplo
- Dianalisa menggunakan Uv-Vis menggunakan panjang gelombang 665 nm

Hasil

### Lampiran III Perhitungan

#### L.3.1 Ekstraksi Selulosa

##### a. NaOH 10% dalam 1000mL

Diketahui:

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

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

Ditanya: m

Jawab:

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

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

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

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

##### b. NaClO<sub>2</sub> 1% dalam 100 mL

Diketahui:

$$M_1 = 1\%$$

$$M_2 = 25\%$$

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

Ditanya: V<sub>1</sub>

Jawab:

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

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

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

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

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

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

Diketahui:

$$M_1 = 99,85\%$$

$$M_2 = 10\%$$

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

Ditanya: V<sub>1</sub>

Jawab:

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

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

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

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

**d. HCl 5 % dalam 1000 mL**

Diketahui:

$$M_1 = 37\%$$

$$M_2 = 5\%$$

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

Ditanya:  $V_1$ 

Jawab:

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

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

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

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

**e. NaOH 30% dalam 100 mL**

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 30\%$$

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

Ditanya:  $m$ 

Jawab:

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

$$30\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

$$m = 30 \text{ gr}$$

Jadi, larutan NaOH 30% dibuat dengan 30 gr NaOH yang diencerkan dalam 100 mL aquades.

**L.3.2 Derajat Substitusi****a. NaOH 0,3 N dalam 100 mL**

Diketahui:

$$N_1 = 0,3 \text{ N} \rightarrow N = BE \times M, \text{ sehingga } 0,3 \text{ N} = 1 \times M$$

$$\frac{0,3 \text{ N}}{1} = M \rightarrow M = 0,3$$

$$M_r = 40 \text{ gr/mol}$$

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

Ditanya:  $m$ 

Jawab:

$$M = \frac{\text{gr}}{M_r} \times \frac{1000}{100} \dots\dots\dots (L.3.1 (c))$$

$$0,3 \text{ M} = \frac{\text{gr}}{40} \times \frac{1000}{100}$$

$$0,3 \times 40 = \text{gr} \times 10$$

$$\frac{12}{10} = \text{gr}$$

$$1,2 = \text{gr}$$

Jadi, NaOH 0,3 N dibuat dengan 1,2 gr NaOH yang diencerkan dalam 100 mL aquades.

**b. HCl 0,3 N dalam 100 mL**

Diketahui:

$$M_1 = 37\%$$

$$M_2 = 0,3 \text{ N} = 0,3 \text{ M}$$

$$M_r = 36,5 \text{ gr/mol}$$

$$\rho = 1,19$$

Ditanya:  $V_1$

Jawab:

$$M = \frac{10 \times \% \times \rho}{M_r} \dots\dots\dots (L.3.1 \text{ (d)})$$

$$M = \frac{10 \times 37 \times 1,19}{36,5}$$

$$M = 12 \text{ M} \quad \rightarrow \quad M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$$

$$12 \text{ M} \times V_1 = 0,3 \text{ M} \times 100$$

$$V_1 = \frac{30 \text{ M/mL}}{12 \text{ M}}$$

$$V_1 = 2,5 \text{ mL}$$

adi, larutan HCl 0,3 N dibuat dari larutan HCl 37% dengan mengencerkan 2,5 mL HCl dalam 100 mL aquades.

**L.3.3 Preparasi Beads**

**a. Kalsium klorida 3% dalam 50 mL**

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 3\%$$

$$v = 50 \text{ mL}$$

$$3\% = \frac{m}{50 \text{ mL}}$$

$$m = 1,5 \text{ gr}$$

Jadi, larutan kalsium klorida 3% dibuat dengan 1,5 gr kalsium klorida dalam 50 mL aquades

**b. Kalsium klorida 4% dalam 50 mL**

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 4\%$$

$$v = 50 \text{ mL}$$

$$4\% = \frac{m}{50 \text{ mL}}$$

$$m = 2 \text{ gr}$$

Jadi, larutan kalsium klorida 4% dibuat dengan 2 gr kalsium klorida dalam 50 mL aquades.

**c. Kalsium klorida 5% dalam 100 mL**

Diketahui:

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

$$v = 50 \text{ mL}$$

$$5\% = \frac{m}{50 \text{ mL}}$$

$$m = 2,5 \text{ gr}$$

Jadi, larutan kalsium klorida 5% dibuat dengan 2,5 gr kalsium klorida dalam 50 mL aquades

**L. 3.4 Preparasi Adsorpsi Methylene Blue**

**a. Methylene Blue dalam 100 mL**

Diketahui:

$$\% \frac{b}{v} = 50 \text{ ppm}$$

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

Ditanya: m

Jawab:

$$\text{ppm} = \frac{\text{mg}}{\text{L}} \dots\dots\dots (\text{L.3.1 (e)})$$

$$50 \text{ ppm} = \frac{50 \text{ mg}}{1000 \text{ mL}}$$

$$= 5 \text{ mg}$$

Jadi, larutan metilen biru 50 ppm dibuat dengan 5 mg *methylene blue* dalam 100 mL aquades.

## Lampiran IV Data Analisa

### L.4.1 Rendemen Selulosa

$$\begin{aligned}
 \text{Randemen} &= \frac{\text{Berat setelah ekstraksi}}{\text{Berat awal}} \times 100\% \dots\dots\dots (\text{L.4.1}) \\
 &= \frac{50,0-35,0}{50,0} \times 100 \% \\
 &= 30,0 \%
 \end{aligned}$$

### L.4.2 Derajat Substitusi

#### L.4.2.1 Titrasi Potensiometri

Perhitungan volume titik akhir titrasi potensiometri (TE) menggunakan persamaan (L.4.2). Data-data yang digunakan pada perhitungan perbandingan NaMCA:Selulosa yaitu 5:5 pada perlakuan 1, sebagai berikut:

$$\text{TE} = \frac{\text{titik batas atas} \frac{\Delta 2\text{pH}}{\Delta V_2}}{\text{titik batas atas} \frac{\Delta 2\text{pH}}{\Delta V_2} - \text{titik batas bawah} \frac{\Delta 2\text{pH}}{\Delta V_2}} \times \Delta V \dots\dots\dots (\text{L.4.1})$$

$$\text{TE} = \frac{3,3}{3,3 - (-14,9)} \times 0,3 = \frac{3,3}{18,2} \times 0,3 = 0,05$$

$$\text{TE} = 6,6 + 0,05 = 6,65 \text{ mL}$$

Perhitungan pada volume titik akhir titrasi dengan perlakuan dan variasi lain dilakukan dengan cara yang sama.

## Perlakuan ke-1

| Volume (mL) | pH    | $\Delta\text{pH}/\Delta V$ | $\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$ | $\Delta^3\text{pH}/\Delta V^3$ |
|-------------|-------|----------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| 0           | 12,93 |                            |                                |                                |
| 0,3         | 12,92 | 0,01                       |                                |                                |
| 0,3         | 12,91 | 0,01                       | 0                              |                                |
| 0,3         | 12,87 | 0,04                       | -0,3                           | 0,3                            |
| 0,3         | 12,86 | 0,01                       | 0,3                            | -0,6                           |
| 0,3         | 12,84 | 0,02                       | -0,1                           | 0,4                            |
| 0,3         | 12,81 | 0,03                       | -0,1                           | -0,2                           |
| 0,3         | 12,79 | 0,02                       | 0,1                            | -0,2                           |
| 0,3         | 12,75 | 0,04                       | 0,2                            | -0,1                           |
| 0,3         | 12,74 | 0,01                       | 0,3                            | -0,1                           |
| 0,3         | 12,68 | 0,06                       | -0,5                           | 0,8                            |
| 0,3         | 12,64 | 0,04                       | 0,2                            | -0,7                           |
| 0,3         | 12,60 | 0,04                       | 0                              | 0,2                            |
| 0,3         | 12,56 | 0,04                       | 0                              | 0                              |
| 0,3         | 12,51 | 0,05                       | -0,1                           | 0,1                            |
| 0,3         | 12,44 | 0,07                       | -0,2                           | 0,1                            |
| 0,3         | 12,36 | 0,08                       | -0,1                           | 0,3                            |
| 0,3         | 12,22 | 0,14                       | -0,6                           | 0,5                            |
| 0,3         | 12,04 | 0,18                       | -0,4                           | -0,2                           |
| 0,3         | 11,83 | 0,21                       | -0,3                           | -0,1                           |
| 0,3         | 11,39 | 0,44                       | -2,3                           | 2,0                            |
| 0,3         | 10,20 | 1,19                       | -7,5                           | 5,2                            |
| 0,3         | 9,34  | 0,86                       | 3,3                            | -4,2                           |
| 0,3         | 6,99  | 2,35                       | -14,9                          | 11,6                           |

## Perlakuan ke-2

| Volume (mL) | pH    | $\Delta\text{pH}/\Delta V$ | $\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$ | $\Delta^3\text{pH}/\Delta V^3$ |
|-------------|-------|----------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| 0           | 12,99 |                            |                                |                                |
| 0,3         | 12,99 | 0                          |                                |                                |
| 0,3         | 12,99 | 0                          | 0                              |                                |
| 0,3         | 12,95 | 0,04                       | -0,4                           | 0,4                            |
| 0,3         | 12,93 | 0,02                       | -0,2                           | -0,2                           |
| 0,3         | 12,88 | 0,05                       | -0,3                           | 0,1                            |
| 0,3         | 12,87 | 0,01                       | 0,4                            | -0,7                           |
| 0,3         | 12,83 | 0,04                       | -0,3                           | 0,1                            |
| 0,3         | 12,79 | 0,04                       | 0                              | -0,3                           |
| 0,3         | 12,75 | 0,04                       | 0                              | 0                              |
| 0,3         | 12,73 | 0,02                       | 0,2                            | -0,2                           |
| 0,3         | 12,70 | 0,03                       | -0,1                           | 0,3                            |
| 0,3         | 12,64 | 0,06                       | -0,3                           | 0,2                            |
| 0,3         | 12,60 | 0,04                       | 0,2                            | -0,5                           |

|     |       |      |       |      |
|-----|-------|------|-------|------|
| 0,3 | 12,55 | 0,05 | -0,1  | 0,3  |
| 0,3 | 12,46 | 0,09 | -0,4  | 0,3  |
| 0,3 | 12,39 | 0,07 | 0,2   | -0,6 |
| 0,3 | 12,28 | 0,11 | -0,4  | 0,6  |
| 0,3 | 12,16 | 0,12 | -0,1  | -0,3 |
| 0,3 | 11,96 | 0,2  | -0,8  | 0,7  |
| 0,3 | 11,59 | 0,37 | -1,7  | 0,9  |
| 0,3 | 10,77 | 0,82 | -4,5  | 2,8  |
| 0,3 | 9,79  | 0,98 | -1,6  | -2,9 |
| 0,3 | 7,00  | 2,79 | -18,1 | 16,5 |

$$= \frac{-1,6}{-1,6 - (-18,1)} \times 0,3 = \frac{-1,6}{16,5} \times 0,3 = -0,029$$

$$TE = 6,6 + (-0,029) = 6,57 \text{ mL}$$

Perlakuan ke-3

| Volume (mL) | pH    | $\Delta\text{pH}/\Delta V$ | $\Delta^2\text{pH}/\Delta V^2$ | $\Delta^3\text{pH}/\Delta V^3$ |
|-------------|-------|----------------------------|--------------------------------|--------------------------------|
| 0           | 13,02 |                            |                                |                                |
| 0,3         | 12,99 | 0,03                       |                                |                                |
| 0,3         | 12,98 | 0,01                       | 0,2                            |                                |
| 0,3         | 12,96 | 0,02                       | -0,1                           | 0,3                            |
| 0,3         | 12,92 | 0,04                       | -0,2                           | 0,1                            |
| 0,3         | 12,88 | 0,04                       | 0                              | -0,2                           |
| 0,3         | 12,84 | 0,04                       | 0                              | 0                              |
| 0,3         | 12,82 | 0,02                       | 0,2                            | -0,2                           |
| 0,3         | 12,79 | 0,03                       | -0,1                           | 0,3                            |
| 0,3         | 12,75 | 0,04                       | -0,1                           | 0                              |
| 0,3         | 12,73 | 0,02                       | 0,2                            | -0,3                           |
| 0,3         | 12,69 | 0,04                       | -0,2                           | 0,4                            |
| 0,3         | 12,63 | 0,06                       | -0,2                           | 0                              |
| 0,3         | 12,58 | 0,05                       | 0,1                            | -0,3                           |
| 0,3         | 12,52 | 0,06                       | -0,1                           | 0,2                            |
| 0,3         | 12,43 | 0,09                       | -0,3                           | 0,2                            |
| 0,3         | 12,29 | 0,14                       | -0,5                           | 0,2                            |
| 0,3         | 12,20 | 0,09                       | 0,5                            | -1,0                           |
| 0,3         | 12,05 | 0,15                       | -0,6                           | 1,1                            |
| 0,3         | 11,77 | 0,28                       | -1,3                           | 0,7                            |
| 0,3         | 11,16 | 0,61                       | -3,3                           | 2,0                            |
| 0,3         | 10,14 | 1,02                       | -4,1                           | 0,8                            |
| 0,3         | 8,87  | 1,27                       | -2,5                           | -1,6                           |
| 0,3         | 6,67  | 2,2                        | -9,3                           | 6,8                            |

$$= \frac{-2,5}{-2,5 - (-9,3)} \times 0,3 = \frac{-2,5}{6,8} \times 0,3 = -0,11$$

$$TE = 6,6 + (-0,11) = 6,49 \text{ mL}$$

$$\Sigma TE = \frac{6,65 + 6,57 + 6,49}{3} = 6,57 \text{ mL}$$

Jadi, titik akhir titrasi potensiometri dari CMC adalah 6,57 mL

#### L.4.2.2 Penentuan Derajat Substitusi

$$A = \left[ \frac{(BC - DE)}{F} \right], \text{ sehingga } DS = \left[ \frac{0.162A}{(1 - (0.058A))} \right]$$

$$A = \frac{(12,5 \times 0,3) - (6,57 \times 0,3)}{0,5} = \frac{1,779}{0,5} = 3,558$$

$$DS = \frac{(0,162 \times 3,558)}{(1 - (0,058 \times 3,558))} = \frac{0,576396}{0,793636} = 0,726$$

Jadi, derajat substitusi (DS) dari karboksimetil selulosa adalah 0,726.

#### L.4.3 Daya Swelling

Perhitungan daya *swelling* karboksimetil selulosa *beads* menggunakan persamaan (2.6). Data-data yang digunakan pada perhitungan daya *swelling* BACMC konsentrasi 3% pada jam ke-3, sebagai berikut:

$$(W_t - W_o)_{rata} = 24,85 \text{ mg} \quad W_{o \text{ rata}} = 31,83 \text{ mg}$$

Sehingga, daya *swelling*-nya, adalah:

$$Swelling = \frac{W_t - W_o}{W_o} \times 100\% = \frac{24,85}{31,83} \times 100\% = 78,07\%$$

Perhitungan pada *beads* dengan variasi lain dilakukan dengan cara yang sama. Nilai daya *swelling* menggunakan variasi *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  3, 4 dan 5 % dapat ditampilkan pada Tabel L.4.1.

**Tabel L.4.1 Nilai daya *swelling beads* menggunakan variasi *crosslink* CaCl<sub>2</sub> 3, 4 dan 5%**

| BACMC                | Waktu (jam) | Berat (mg)   |              |       |       |                  | Daya swelling (%) |
|----------------------|-------------|--------------|--------------|-------|-------|------------------|-------------------|
|                      |             | Wo rata (mg) | Wt - Wo (mg) |       |       | (Wt-Wo)rata (mg) |                   |
| CaCl <sub>2</sub> 3% | 3           | 31.83        | 21.40        | 28.30 | -     | 24.85            | 78.07             |
|                      | 5           | 32.27        | 25.90        | -     | 26.00 | 25.95            | 80.42             |
|                      | 8           | 31.10        | 24.80        | -     | 32.00 | 28.40            | 91.32             |
|                      | 24          | 32.33        | 33.20        | -     | 26.70 | 29.95            | 92.64             |
|                      | 29          | 32.40        | 29.20        | 24.50 | -     | 26.85            | 82.87             |
|                      | 31          | 30.97        | 21.00        | 23.90 | -     | 22.45            | 72.49             |
| CaCl <sub>2</sub> 4% | 3           | 31.73        | 22.30        | -     | 22.00 | 22.15            | 69.81             |
|                      | 5           | 32.20        | 24.20        | -     | 22.60 | 23.40            | 72.67             |
|                      | 8           | 32.20        | 23.10        | -     | 27.90 | 25.50            | 79.19             |
|                      | 24          | 31.70        | 26.30        | 27.70 | -     | 27.00            | 85.17             |
|                      | 29          | 32.77        | 24.60        | 26.40 | -     | 25.50            | 77.82             |
|                      | 31          | 32.87        | 23.30        | 22.40 | -     | 22.85            | 69.52             |
| CaCl <sub>2</sub> 5% | 3           | 32.10        | 25.30        | -     | 20.40 | 22.85            | 71.18             |
|                      | 5           | 33.00        | 22.30        | -     | 24.70 | 23.50            | 71.21             |
|                      | 8           | 32.27        | 22.50        | -     | 27.50 | 25.00            | 77.47             |
|                      | 24          | 33.67        | 29.30        | -     | 27.80 | 28.55            | 84.79             |
|                      | 29          | 32.03        | 23.80        | -     | 19.90 | 21.85            | 68.22             |
|                      | 31          | 32.37        | 22.60        | 13.40 | -     | 18.00            | 55.61             |

## Lampiran V Dokumentasi

### L.5.1 Pembuatan BACMC 3; 4; dan 5% Menggunakan Teknik *Dropping*



Batang Jagung



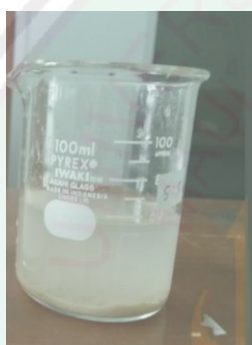
Delignifikasi



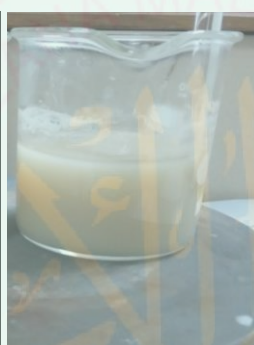
Bleaching



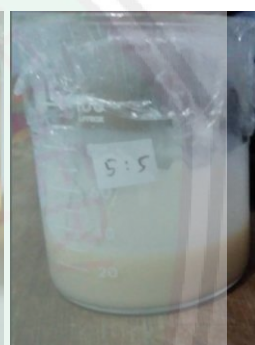
Hidrolisis



Alkalisasi



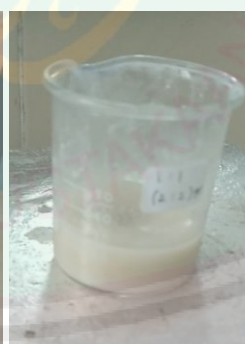
Karboksimetilasi

Perendaman dengan  
Metanol

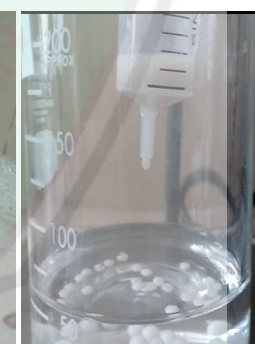
Filtrasi Metanol



Titrasi Potensiometri



Alginat-CMC

Teknik *Dropping*



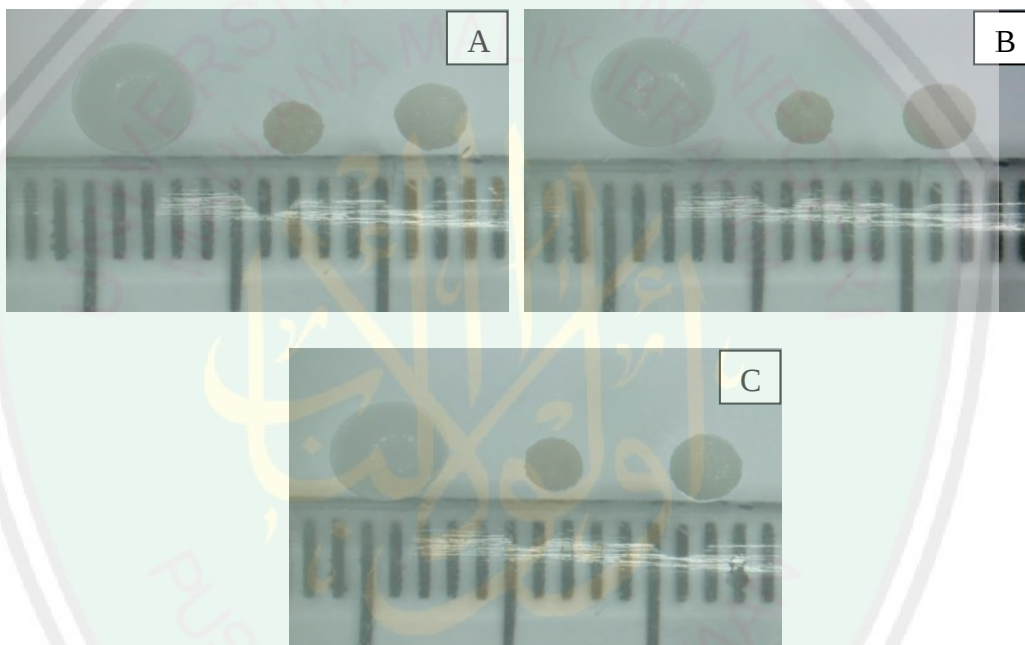
Perendaman 24 jam

Beads Basah

Beads Kering

Adsorpsi Methylene Blue

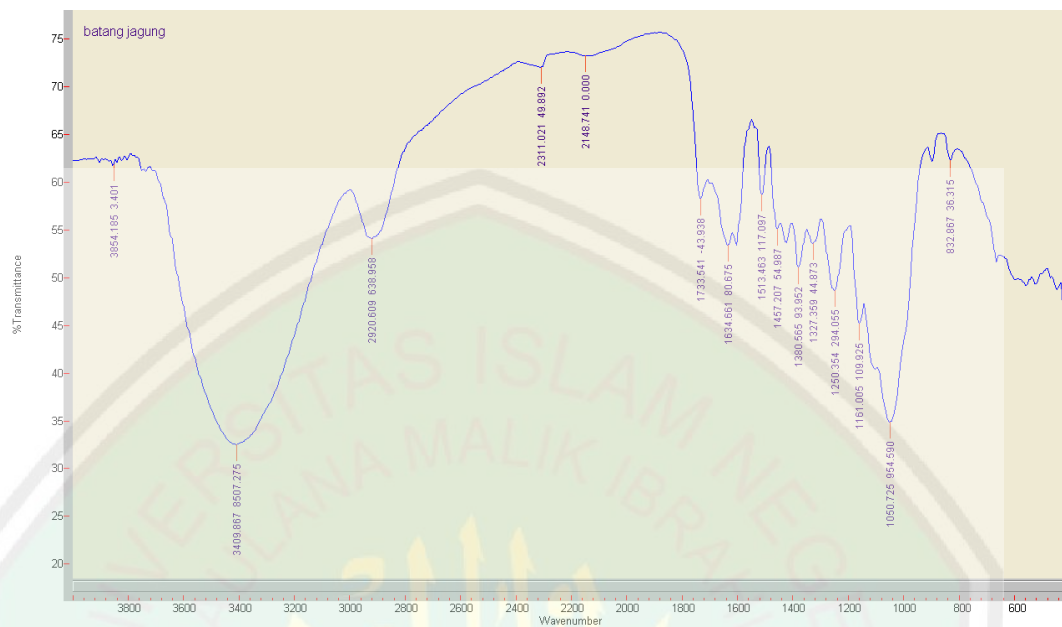
#### L.5.2 Data Analisis Mikroskop Optik BACMC $\text{CaCl}_2$ 3; 4; dan 5% (basah, kering, setelah swelling)



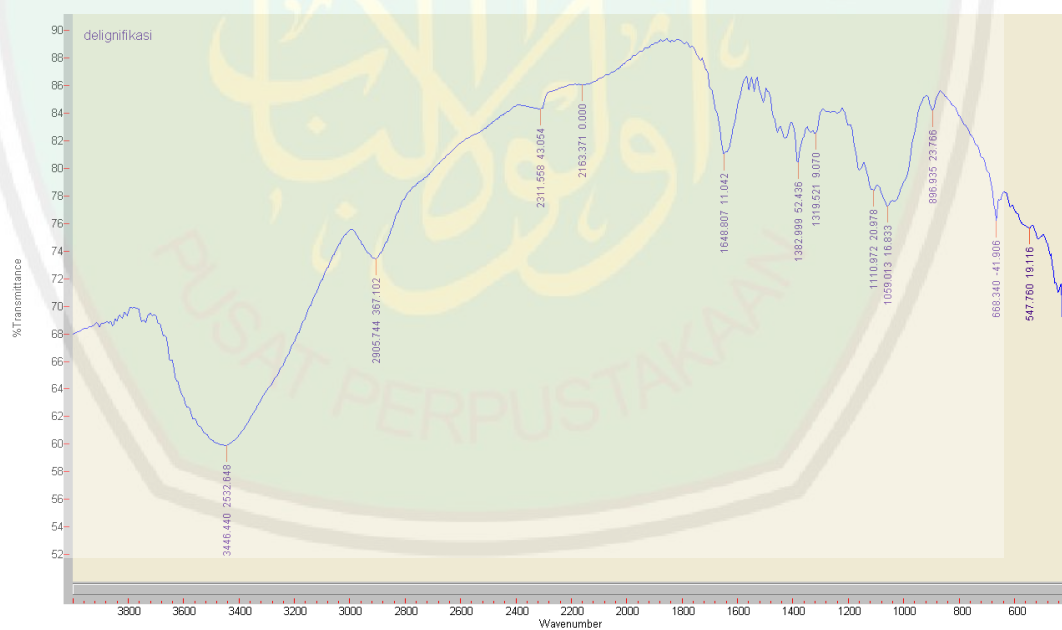
Gambar L.5. 2 (A) BACMC 3% (basah, kering, setelah swelling), (B) BACMC 4% (basah, kering, setelah swelling), (C) BACMC 5% (basah, kering, setelah swelling)

### L.5.3 Data Analisis FTIR Pembuatan BACMC dari Batang Jagung

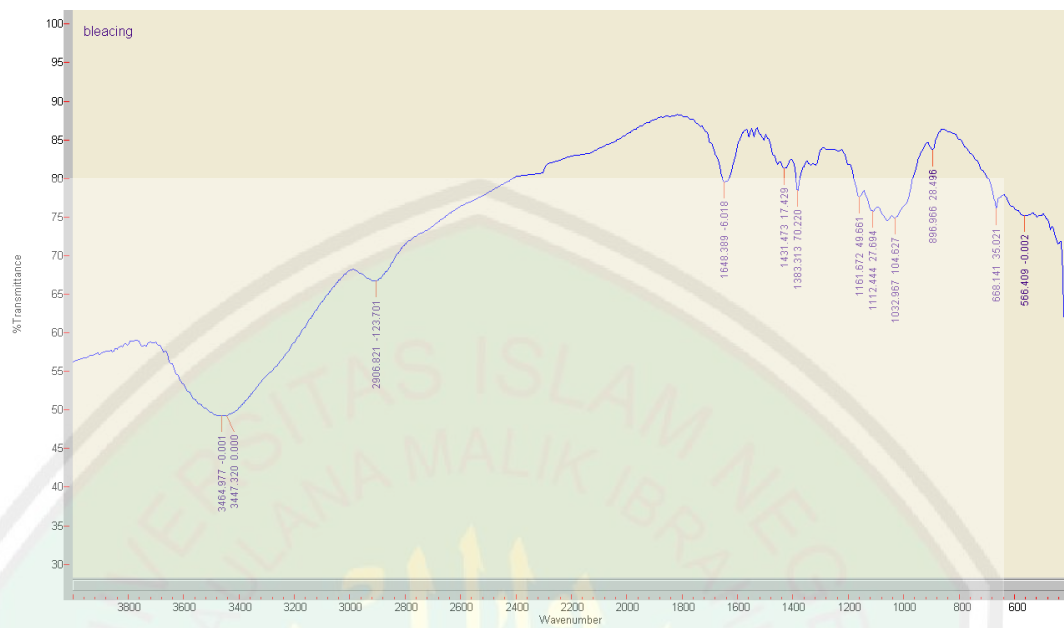
#### L.5.3.1 Batang Jagung



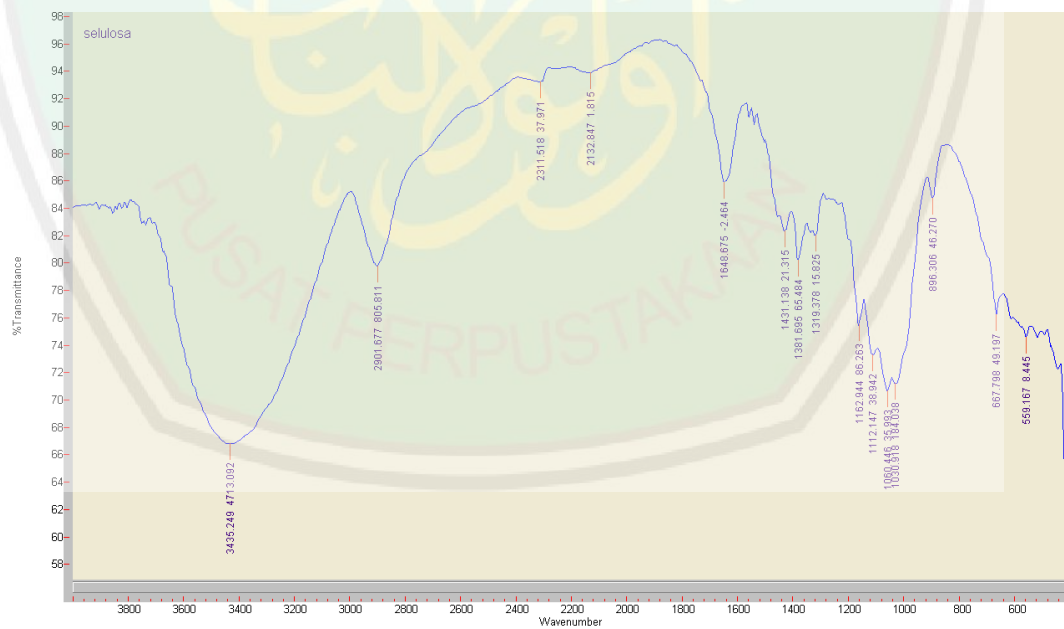
#### L.5.3.2 Tahap Delignifikasi



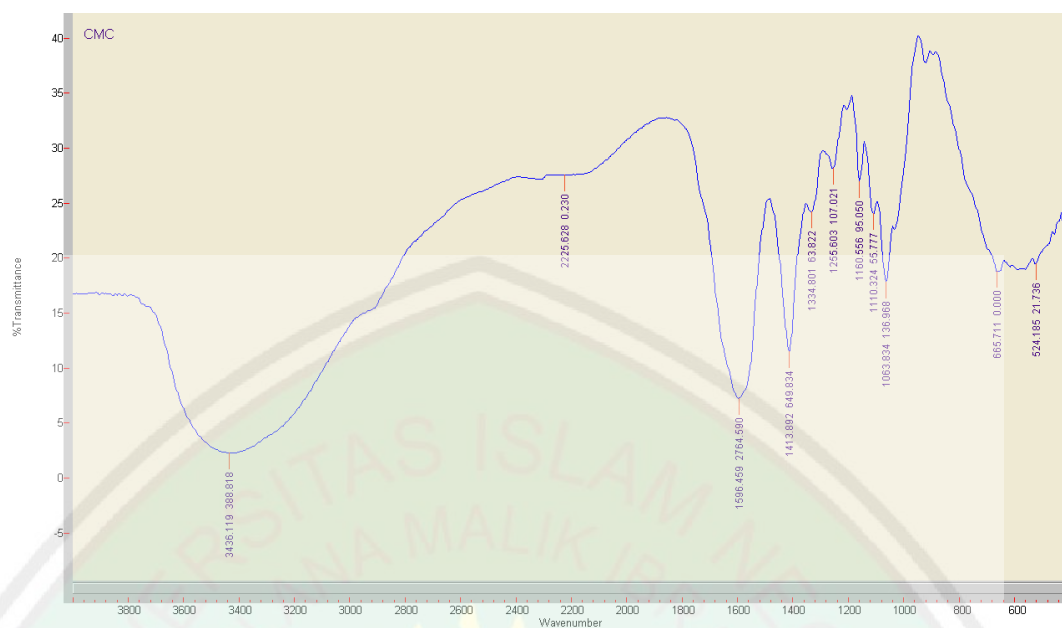
### L.5.3.3 Tahap Bleaching



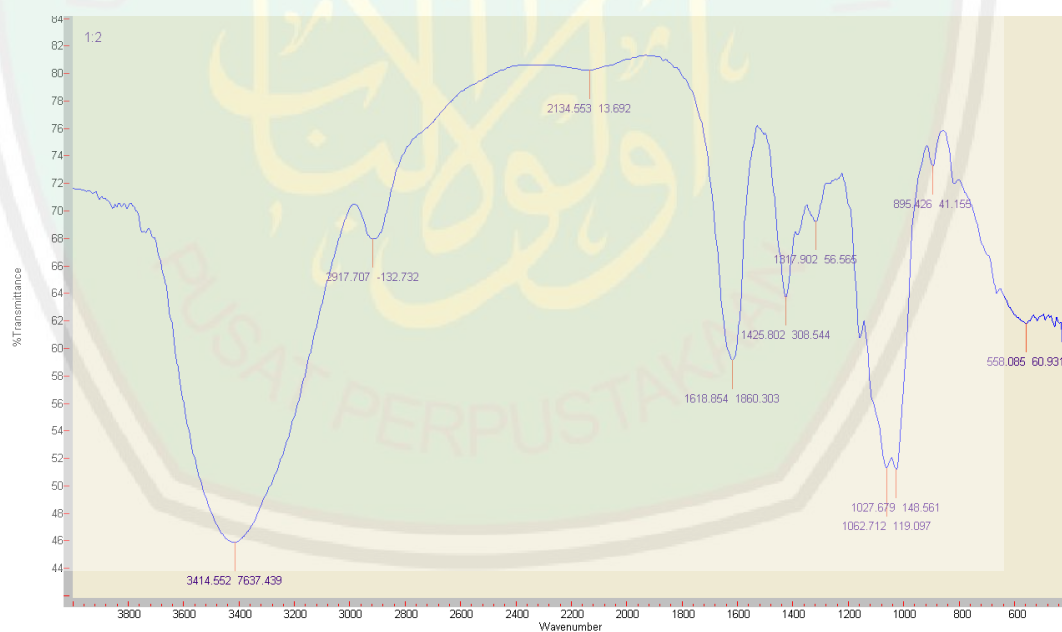
### L.5.3.4 Tahap Hidrolisis (Selulosa Murni)



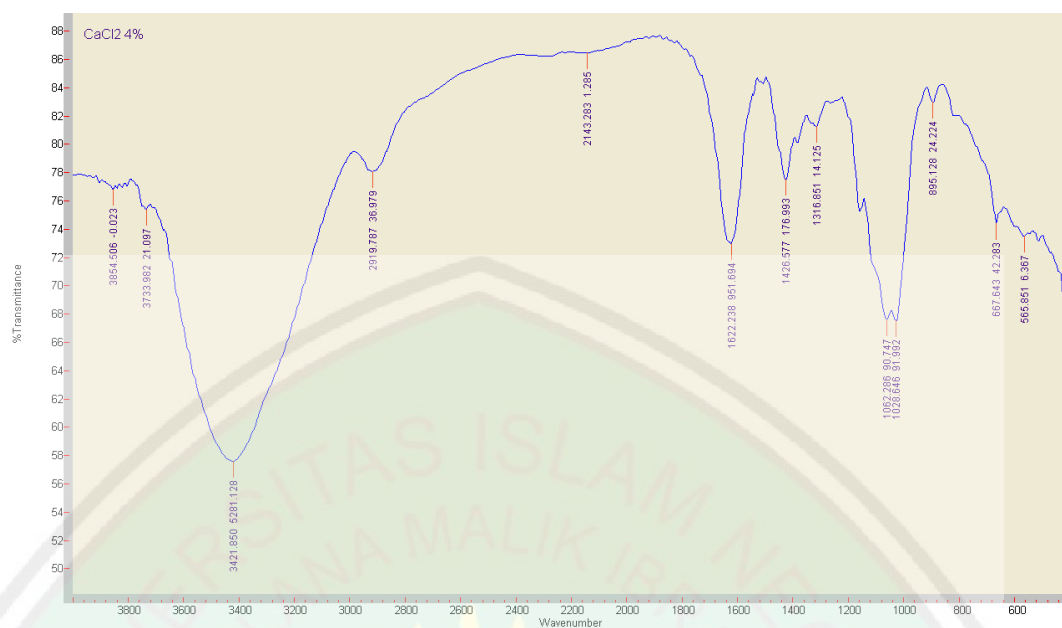
#### L.5.3.5 Pembuatan Karbosimetil Selulosa (CMC)



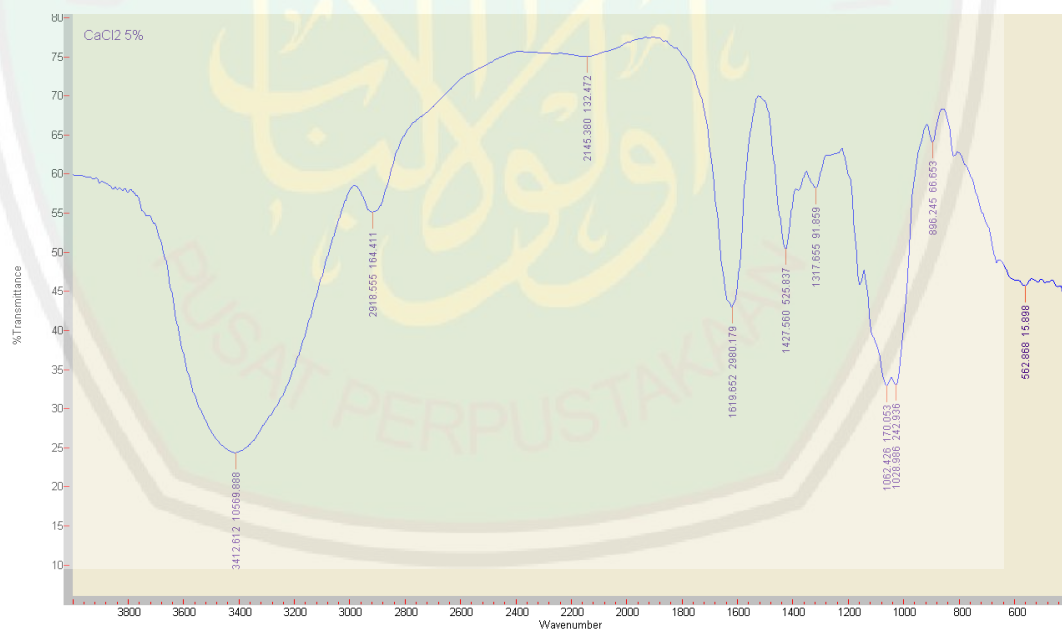
### L.5.3.6 BACMC $\text{CaCl}_2$ 3%



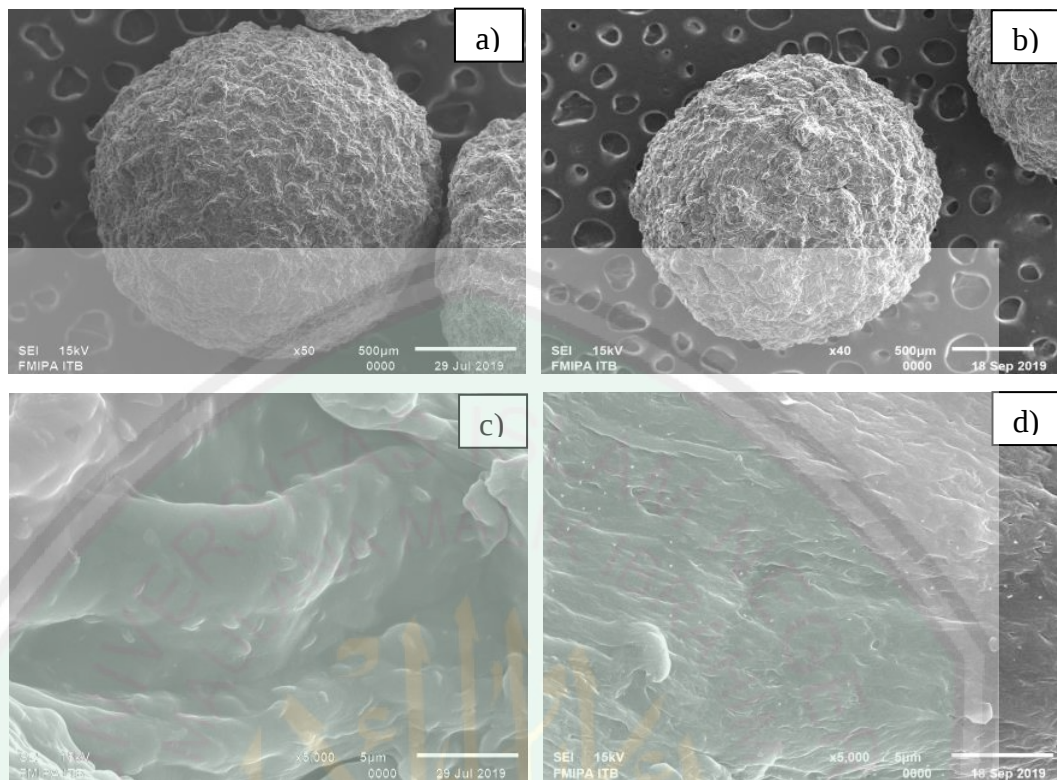
### L.5.3.7 BACMC $\text{CaCl}_2$ 4%



### L.5.3.8 BACMC $\text{CaCl}_2$ 5%



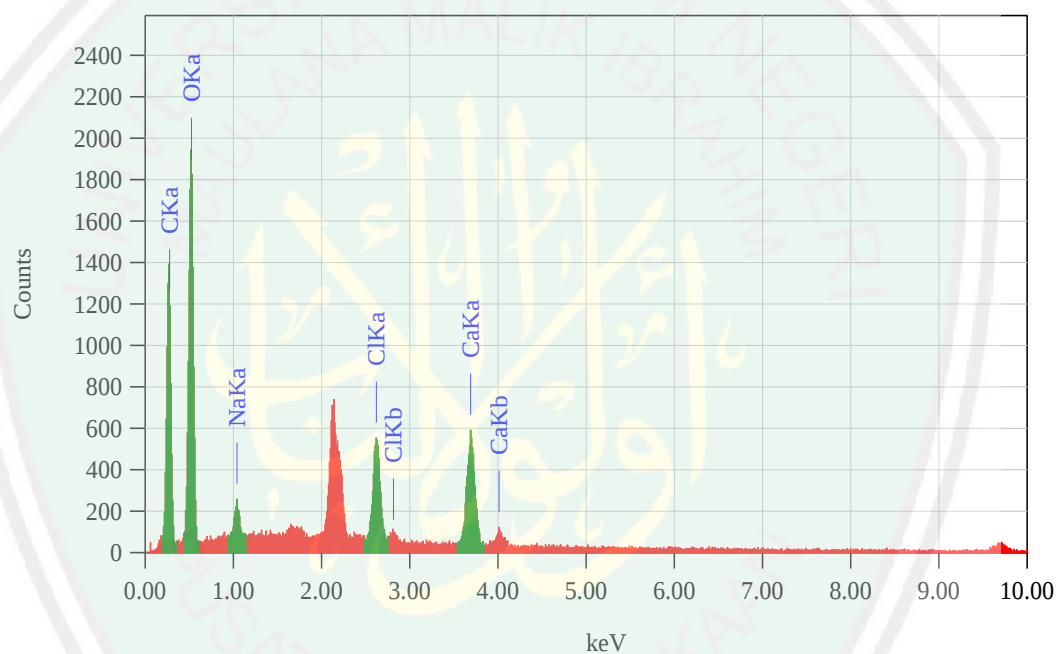
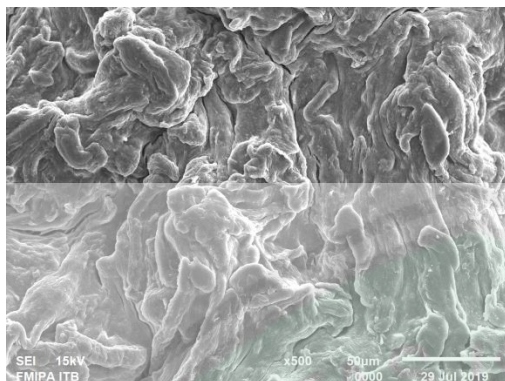
#### L.5.4 Data Analisis BACMC 3% dan 5% Menggunakan SEM



Gambar L. 5.4 Karakterisasi SEM (a) BACMC  $\text{CaCl}_2$  3% perbesaran 50x (b) BACMC  $\text{CaCl}_2$  5% perbesaran 40x (c) BACMC  $\text{CaCl}_2$  3% perbesaran 5000x dan (d) BACMC  $\text{CaCl}_2$  5% perbesaran 5000x.

### L.5.5 Data Analisis BACMC $\text{CaCl}_2$ 3% dan 5% Menggunakan EDX

#### L.5.5.1 Analisis SEM-EDX BACMC $\text{CaCl}_2$ 3%

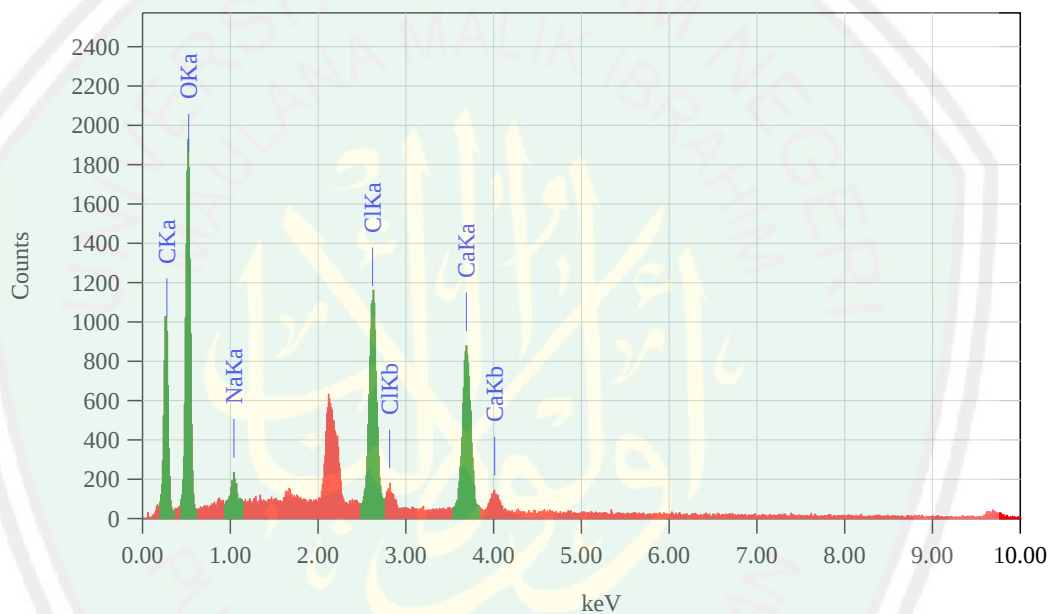
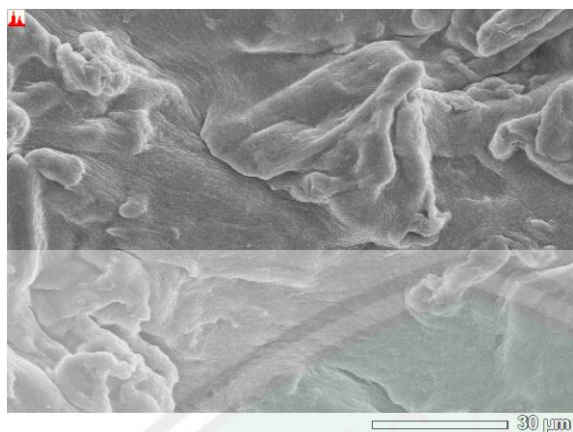


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2970

| Element | (keV) | Mass%  | Error% | Atom%  | Compound | Mass% | Cation | K       |
|---------|-------|--------|--------|--------|----------|-------|--------|---------|
| C K     | 0.277 | 38.93  | 0.08   | 48.91  |          |       |        | 27.5134 |
| O K     | 0.525 | 48.64  | 0.21   | 45.87  |          |       |        | 50.8154 |
| Na K    | 1.041 | 1.21   | 0.09   | 0.80   |          |       |        | 1.3993  |
| Cl K    | 2.621 | 4.08   | 0.10   | 1.74   |          |       |        | 7.3269  |
| Ca K    | 3.690 | 7.13   | 0.18   | 2.69   |          |       |        | 12.9450 |
| Total   |       | 100.00 |        | 100.00 |          |       |        |         |

### L.5.5.2 Analisis SEM-EDX BACMC $\text{CaCl}_2$ 5%



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

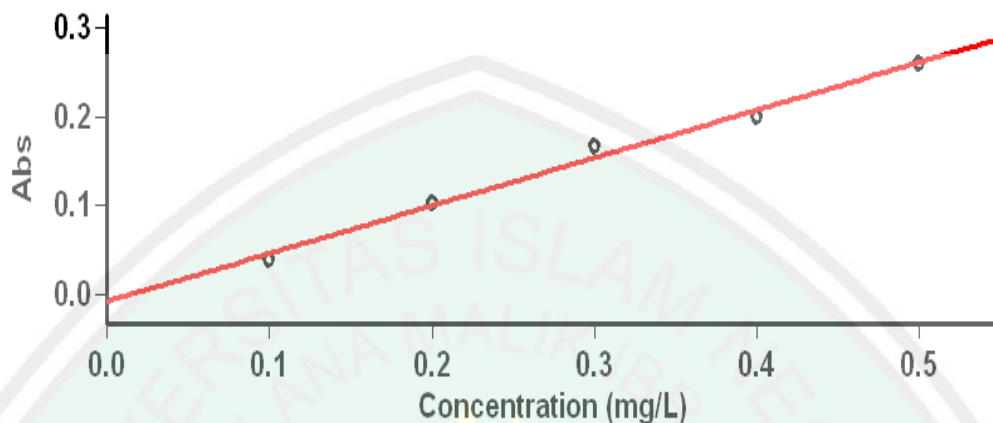
Fitting Coefficient : 0.2573

| Element | (keV) | Mass%  | Error% | Atom%  | Compound | Mass% | Cation | K       |
|---------|-------|--------|--------|--------|----------|-------|--------|---------|
| C K     | 0.277 | 35.00  | 0.08   | 46.18  |          |       |        | 19.4007 |
| O K     | 0.525 | 46.12  | 0.18   | 45.69  |          |       |        | 45.9274 |
| Na K    | 1.041 | 0.89   | 0.08   | 0.61   |          |       |        | 1.0605  |
| Cl K    | 2.621 | 7.90   | 0.08   | 3.53   |          |       |        | 14.7541 |
| Ca K    | 3.690 | 10.09  | 0.15   | 3.99   |          |       |        | 18.8574 |
| Total   |       | 100.00 |        | 100.00 |          |       |        |         |

### L.5.6 Data Analisis Adsorpsi *Methylene Blue* BACMC $\text{CaCl}_2$ 3; 4; dan 5% Menggunakan UV-Vis

## Kurva Standar Methylene Blue 2

Tanggal Analisa : 16 September 2019



### Concentration Analysis Report

Report time 9/16/2019 10:39:26 AM  
 Method  
 Batch name D:\Laila\Kurva Standar Metilen Blue 2  
 (16-09-2019).BCN  
 Application Concentration 3.00(339)  
 Operator Rika

#### Instrument Settings

Instrument Cary 50  
 Instrument version no. 3.00  
 Wavelength (nm) 665.0  
 Ordinate Mode Abs  
 Ave Time (sec) 0.1000  
 Replicates 3  
 Standard/Sample averaging OFF  
 Weight and volume corrections OFF  
 Fit type Linear  
 Min  $R^2$  0.95000  
 Concentration units mg/L

Comments:

#### Zero Report

| Read | Abs      | nm    |
|------|----------|-------|
| Zero | (0.1186) | 665.0 |

#### Calibration

Collection time 9/16/2019 9:58:01 AM

| Standard | Concentration mg/L | F | Mean   | SD     | %RSD | Readings |
|----------|--------------------|---|--------|--------|------|----------|
| Std 1    |                    |   |        |        |      | 0.0394   |
|          |                    |   |        |        |      | 0.0394   |
|          | 0.1                |   | 0.0395 | 0.0002 | 0.45 | 0.0397   |

|       |     |        |        |      |        |
|-------|-----|--------|--------|------|--------|
| Std 2 |     |        |        |      | 0.1035 |
|       |     |        |        |      | 0.1032 |
|       | 0.2 | 0.1032 | 0.0002 | 0.24 | 0.1030 |
| Std 3 |     |        |        |      | 0.1687 |
|       |     |        |        |      | 0.1677 |
|       | 0.3 | 0.1672 | 0.0017 | 1.05 | 0.1653 |
| Std 4 |     |        |        |      | 0.2003 |
|       |     |        |        |      | 0.2000 |
|       | 0.4 | 0.2002 | 0.0001 | 0.07 | 0.2003 |
| Std 5 |     |        |        |      | 0.2604 |
|       |     |        |        |      | 0.2609 |
|       | 0.5 | 0.2606 | 0.0002 | 0.09 | 0.2606 |

Calibration eqn                      Abs = 0.53928\*Conc - 0.00764  
Correlation Coefficient            0.99011  
Calibration time                    9/16/2019 10:40:47 AM

#### Results Flags Legend

U = Uncalibrated                    O = Overage  
N = Not used in calibration       R = Repeat reading

#### L.5.6.1 Perhitungan Kapasitas Adsorpsi *Methylene Blue*

Penentuan kapasitas adsorpsi *beads* menggunakan persamaan (3.3). Data-data yang digunakan pada perhitungan kapasitas adsorpsi BACMC konsentrasi 3% pada hari ke-11, sebagai berikut:

$$C_o = 46,0781 \text{ ppm} \quad m_{rata} = 12,2 \text{ mg}$$

$$C_t = 15,4456 \text{ ppm} \quad V = 12 \text{ mL}$$

Sehingga, kapasitas adsorpsi-nya, adalah:

$$qt = \frac{C_o - C_t}{m} \times V = \frac{(46,078 - 15,4456) \text{ ppm}}{12,2 \text{ mg}} \times 12 \text{ mL} = 30,13 \text{ mg/mL}$$

Perhitungan pada *beads* dengan variasi lain dilakukan dengan cara yang sama. Nilai kapasitas adsorpsi menggunakan variasi *crosslink* CaCl<sub>2</sub> 3, 4 dan 5 % dapat ditampilkan pada Tabel L.4.2

**Tabel L.4.2 Nilai kapasitas adsorpsi *beads* menggunakan variasi *crosslink* CaCl<sub>2</sub> 3, 4 dan 5%**

| Waktu<br>(hari) | Kapasitas adsorpsi (mg/g) |       |       |
|-----------------|---------------------------|-------|-------|
|                 | 3%                        | 4%    | 5%    |
| 11              | 30,13                     | 23,97 | 30,14 |
| 19              | 40,00                     | 38,18 | 38,62 |
| 22              | 40,56                     | 38,99 | 39,20 |
| 25              | 41,28                     | 39,76 | 39,63 |
| 28              | 41,30                     | 40,08 | 39,90 |

