

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT KARBOKSIMETIL
SELULOSA DARI BATANG JAGUNG (*Zea mays*) MENGGUNAKAN
VARIASI KONSENTRASI *CROSSLINK* BaCl₂**

SKRIPSI

Oleh:
LAILA NIHAYATUL KHUSNA
NIM. 15630004



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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT KARBOKSIMETIL
SELULOSA DARI BATANG JAGUNG (*Zea mays*) MENGGUNAKAN
VARIASI KONSENTRASI *CROSSLINK* BaCl₂**

SKRIPSI

Oleh:
LAILA NIHAYATUL KHUSNA
NIM. 15630004

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 (*Zea mays*) MENGGUNAKAN
VAIASI KONSENTRASI *CROSSLINK* BaCl₂**


SKRIPSI

Oleh:
LAILA NIHAYATUL KHUSNA
NIM. 15630004

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 10 Desember 2019

Pembimbing I


Pembimbing II


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


Mochamad Imamudin, Lc., M.A
NIP. 19740602 200901 1 010

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**




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

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI *BEADS* ALGINAT KARBOKSIMETIL
SELULOSA DARI BATANG JAGUNG (*Zea mays*) MENGGUNAKAN
VAIASI KONSENTRASI *CROSSLINK* BaCl₂**

SKRIPSI

Oleh:
LAILA NIHAYATUL KHUSNA
NIM. 15630004

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

Penguji Utama : Rachmawati Ningsih, M.Si
NIP. 19810811 200801 2 010

(.....)

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

(.....)

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

(.....)

Anggota Penguji : Mochamad Imamudin, Lc., M.A
NIP. 19740602 200901 1 010

(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan



Elok Kurnilah Hayati M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertandatangan di bawah ini:

Nama : Laila Nihayatul Khusna

NIM : 15630004

Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi/Kimia

Judul Penelitian : “Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat Karboksimetil Selulosa dari Batang Jagung (*Zea mays*) Menggunakan Variasi Konsentrasi *Crosslink* $BaCl_2$ ”

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia mempertanggung jawabkannya sesuai peraturan yang berlaku.

Malang, 20 Desember 2019

Yang Membuat Pernyataan,



Laila Nihayatul Khusna

NIM. 15630004

PERSEMBAHAN

Dengan mengucapkan puji syukur alhamdulillah, skripsi ini saya persembahkan khusus kepada :

1. Kedua orang tua tercinta Bapak Marsaid, S.Ag dan Ibu Zumrotul Aliyah yang telah memberikan banyak dukungan, perhatian, kasih sayang, nasihat, motivasi dan doa untuk keberhasilan saya.
2. Keluarga Kimia-A, khususnya Ayyuma, Ain, Rani, dan Safira yang selalu memberikan semangat, dan mendengarkan keluh kesah saya dalam menyelesaikan skripsi ini.
3. Sahabat Pondok Pesantren Raudhatul Jannah, khususnya santri PPRJ angkatan 2015 dan teman-teman kamar 4 yang telah mensupport dan memberikan motivasi selama penyusunan skripsi ini.

KATA PENGANTAR

Assalamu'alaikum Wr. Wb

Puji syukur kehadirat Allah SWT, karena dengan rahmat dan hidayah-Nya penulis dapat menyelesaikan skripsi dengan judul “**Sintesis dan Karakterisasi Beads Alginat Karboksimetil Selulosa dari Batang Jagung (*Zea mays*) Menggunakan Variasi Konsentrasi Crosslink $BaCl_2$** ”. Sholawat dan salam tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Muhammad SAW yang telah menunjukkan jalan kebenaran bagi seluruh umat islam. Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dalam penyelesaian proposal penelitian ini, khususnya kepada:

4. Kedua orang tua tercinta yang telah memberikan banyak dukungan, perhatian, kasih sayang, nasihat dan doa.
5. Ibu Eny Yulianti, M.Si selaku dosen pembimbing yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
6. Ibu Lilik Miftahul Khoiroh, M.Si selaku dosen konsultan, serta Bapak Mochamad Imamudin, L.c., M.A selaku pembimbing agama yang telah memberikan bimbingan, pengarahan, dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
7. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si sebagai Kepala Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
8. Segenap civitas akademika Jurusan Kimia, terutama seluruh dosen, terimakasih atas segenap ilmu yang telah diberikan.

9. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si selaku dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
10. Bapak Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag selaku rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
11. Ustadz-ustadzah dan teman-teman seperjuangan di PPRJ yang telah memberikan motivasi dan menyalurkan ilmunya baik ilmu dunia maupun ilmu akhirat kepada penulis.
12. Teman-teman seperjuangan penelitian khususnya kelompok riset selulosa *beads* 2019 yaitu Anggun, Fayrus, Miftah, dan teman laboratorium KF Riset yang selalu memberi semangat dan bantuan dalam menyelesaikan skripsi ini.
13. Teman-teman Kimia angkatan 2015, khususnya kelas Kimia-A yang telah menjadi keluarga terbaik selama di Malang
14. Semua pihak yang turut membantu dalam menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Penulis menyadari bahwa proposal penelitian ini masih jauh dari sempurna. Oleh karena itu kritik dan saran yang bersifat konstruktif sangat penulis harapkan. Akhirnya dengan penuh rasa syukur kehadiran Allah SWT, semoga proposal penelitian ini dapat bermanfaat bagi penulis dan pembaca pada umumnya.

Malang, 20 Desember 2019

Penulis

DAFTAR ISI

| | |
|--|------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| LEMBAR PENGESAHAN | ii |
| HALAMAN PERSETUJUAN | iii |
| LEMBAR PERNYATAAN | iv |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | v |
| KATA PENGANTAR | vi |
| DAFTAR ISI | viii |
| DAFTAR TABEL | x |
| DAFTAR GAMBAR | xi |
| DAFTAR RUMUS | xii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiii |
| ABSTRAK | xiv |
| ABSTRACT | xv |
| مستخلص البحث | xvi |
| BAB I PENDAHULUAN | |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 5 |
| 1.3 Tujuan Penelitian | 6 |
| 1.4 Batasan Masalah | 6 |
| 1.5 Manfaat Penelitian | 6 |
| BAB II TINJAUAN PUSTAKA | |
| 2.1 Kandungan dan Potensi Batang Jagung sebagai Sumber Biopolimer | 7 |
| 2.2 Selulosa | 7 |
| 2.3 Ekstraksi Selulosa Batang Jagung | 8 |
| 2.4 Modifikasi Selulosa | 11 |
| 2.5 Natrium Alginat | 13 |
| 2.6 Potensi Barium Klorida (BaCl ₂) sebagai Agen Crosslink | 14 |
| 2.7 Metode Pembuatan <i>Beads</i> Alginat-CMC | 16 |
| 2.8 Karakterisasi | 17 |
| 2.8.1 Analisis Gugus Fungsi menggunakan FTIR | 17 |
| 2.8.2 Analisis Daya Mengembang (<i>Swelling</i>) | 19 |
| 2.8.3 Analisis Kekuatan Mekanik <i>Beads</i> | 20 |
| 2.8.4 Morfologi Permukaan menggunakan SEM-EDX | 20 |
| 2.8.5 Uji Aktivitas <i>Beads</i> terhadap <i>Methylene Blue</i> | 21 |
| 2.9 Prespektif Islam dan Sains | 22 |
| BAB III METODOLOGI PENELITIAN | |
| 3.1 Pelaksanaan Penelitian | 25 |
| 3.2 Alat dan Bahan | 25 |
| 3.2.1 Alat | 25 |
| 3.2.2 Bahan | 25 |
| 3.3 Rancangan Penelitian | 26 |

| | |
|--|----|
| 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 | 28 |
| 3.5.4 Penentuan Derajat Substitusi | 28 |
| 3.5.5 Pembuatan BACMC pada Variasi Konsentrasi <i>Crosslink</i> BaCl ₂ | 29 |
| 3.5.6 Karakterisasi BACMC | 29 |
| 3.5.6.1 Karakterisasi Gugus Fungsi menggunakan FTIR | 29 |
| 3.5.6.2 Uji <i>Swelling</i> BACMC | 30 |
| 3.5.6.3 Karakterisasi Kekuatan Mekanik BACMC | 30 |
| 3.5.6.4 Uji Aktivitas BACMC Terhadap <i>Methylene Blue</i> | 30 |
| 3.5.6.5 Karakterisasi Morfologi BACMC Menggunakan SEM-EDX | 31 |
| 3.5.7 Analisis Data | 31 |
| BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN | |
| 4.1 Pembuatan <i>Beads</i> Alginat-CMC | 33 |
| 4.1.1 Preparasi Sampel..... | 33 |
| 4.1.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung | 34 |
| 4.1.3 Komposisi Terbaik Selulosa:Monokloroasetat dalam Pembuatan Karboksimetil Selulosa (CMC) | 38 |
| 4.1.4 Pengaruh Variasi Konsentrasi <i>Crosslink</i> BaCl ₂ pada Pembuatan <i>Beads</i> Alginat-CMC | 42 |
| 4.2 Uji Aktivitas <i>Beads</i> Alginat-CMC Terhadap Adsorpsi <i>Methylene Blue</i> | 50 |
| 4.3 Analisis SEM-EDX <i>Beads</i> Alginat-CMC | 51 |
| 4.4 Manfaat Batang Jagung dalam Prespektif Islam dan Sains..... | 53 |
| BAB V PENUTUP | |
| 5.1 Kesimpulan..... | 56 |
| 5.2 Saran..... | 57 |
| DAFTAR PUSTAKA | 58 |

DAFTAR TABEL

| | |
|--|----|
| Tabel 3.1 Data Karakterisasi FTIR | 29 |
| Tabel 3.2 Daya <i>Swelling Beads</i> Alginat-CMC | 30 |
| Tabel 4.1 Data Bilangan gelombang FTIR Tahapan Ekstraksi Selulosa..... | 37 |
| Tabel 4.2 Penentuan Derajat Substitusi | 39 |
| Tabel 4.3 Data Bilangan Gelombang FTIR CMC | 41 |
| Tabel 4.4 Data Bilangan Gelombang FTIR BACMC..... | 49 |
| Tabel 4.5 Data Kandungan unsur BACMC | 52 |



DAFTAR GAMBAR

| | |
|--|----|
| Gambar 2.1 Struktur selulosa..... | 8 |
| Gambar 2.2 Mekanisme reaksi pemutusan ikatan lignin dan selulosa..... | 10 |
| Gambar 2.3 Mekanisme reaksi pembentukan CMC | 11 |
| Gambar 2.4 Struktur CMC..... | 12 |
| Gambar 2.5 Struktur natrium alginat | 13 |
| Gambar 2.6 Model “egg-box” kation Ca^{2+} dan Ba^{2+} | 16 |
| Gambar 2.7 Pembuatan <i>beads</i> teknik <i>dropping</i> | 16 |
| Gambar 2.8 Interaksi ionik antara <i>crosslink</i> Ba^{2+} dan gugus karboksil | 17 |
| Gambar 2.9 Spektra IR batang jagung | 17 |
| Gambar 2.10 Spektra IR dari karboksimetil selulosa..... | 18 |
| Gambar 2.11 Hasil SEM <i>beads</i> menggunakan <i>crosslink</i> $BaCl_2$ | 21 |
| Gambar 4.1 Serbuk batang jagung setelah penggilingan dan pegayakan | 33 |
| Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pemutusan ikatan lignin dengan selulosa..... | 34 |
| Gambar 4.3 Larutan lindi hitam dan ekstrak hasil delignifikasi | 35 |
| Gambar 4.4 Hasil ekstraksi selulosa, <i>bleaching</i> dan hidrolisis..... | 36 |
| Gambar 4.5 Spektra IR tahapan ekstraksi | 36 |
| Gambar 4.6 Mekanisme reaksi pembentukan CMC | 38 |
| Gambar 4.7 Proses pembuatan CMC dan perendaman CMC dengan metanol | 39 |
| Gambar 4.8 Bentuk fisik selulosa dan CMC..... | 40 |
| Gambar 4.9 Spektra IR senyawa selulosa dan CMC | 41 |
| Gambar 4.10 Proses Pembentukan <i>beads</i> dengan teknik <i>dropping</i> | 42 |
| Gambar 4.11 Reaksi pembentukan <i>beads</i> | 42 |
| Gambar 4.12 Bentuk fisik <i>beads</i> basah dan kering..... | 43 |
| Gambar 4.13 Bentuk fisik <i>beads</i> menggunakan mikroskop optik | 44 |
| Gambar 4.14 Perbedaan diameter <i>beads</i> basah, kering, dan <i>swelling</i> | 45 |
| Gambar 4.15 Grafik hasil analisis daya <i>swelling</i> | 46 |
| Gambar 4.16 Grafik hasil analisis diameter <i>beads</i> | 47 |
| Gambar 4.17 Grafik tingkat kekerasan <i>beads</i> | 48 |
| Gambar 4.18 Spektra IR BACMC | 49 |
| Gambar 4.19 Grafik kapasitas <i>adsorpsi methylene blue</i> | 50 |
| Gambar 4.20 Hasil karakterisasi SEM..... | 51 |

DAFTAR RUMUS

| | |
|---|----|
| Rumus 2.1 A (volume <i>equivalent</i>) | 12 |
| Rumus 2.2 Derajat Substitusi | 12 |
| Rumus 2.3 Daya <i>swelling</i> | 19 |
| Rumus 2.4 Kapasitas <i>adsorpsi</i> | 21 |



DAFTAR LAMPIRAN

| | |
|--|----|
| Lampiran 1 Rancangan Penelitian | 64 |
| Lampiran 2 Diagram Alir | 65 |
| 2.1 Preparasi sampel | 65 |
| 2.2 Ekstraksi selulosa dari batang jagung | 65 |
| 2.3 Pembuatan karboksimetil selulosa | 66 |
| 2.4 Penentuan konsentrasi terbaik variasi <i>crosslink</i> BaCl ₂ | 66 |
| 2.5 Karakterisasi | 67 |
| 2.5.1 Uji <i>swelling beads</i> | 67 |
| 2.5.2 Analisis gugus fungsi | 67 |
| 2.5.3 Analisis morfologi permukaan | 67 |
| 2.5.4 Analisis kekuatan mekanik | 67 |
| 2.5.5 Uji kapasitas <i>adsorpsi</i> | 68 |
| Lampiran 3 Perhitungan dan preparasi larutan | 69 |
| 3.1 Ekstraksi selulosa | 69 |
| 3.2 Pembuatan karboksimetil selulosa (CMC) | 70 |
| 3.3 Preparasi pembuatan <i>beads</i> | 71 |
| 3.4 Preparasi <i>adsorpsi methylen blue</i> | 72 |
| Lampiran 4 Perhitungan Pembahasan | 73 |
| 4.1 Rendemen selulosa | 73 |
| 4.2 Penentuan derajat substitusi | 73 |
| 4.3 Daya <i>swelling</i> | 73 |
| Lampiran 5 Spektra IR | 75 |
| 5.1 Serbuk batang jagung | 75 |
| 5.2 Tahapan delignifikasi | 75 |
| 5.3 Tahapan <i>bleaching</i> | 76 |
| 5.4 Selulosa setelah hidrolisis | 76 |
| 5.5 Karboksimetil selulosa | 77 |
| 5.6 <i>Beads</i> alginat-CMC dengan <i>crosslink</i> 3% | 77 |
| 5.7 <i>Beads</i> alginat-CMC dengan <i>crosslink</i> 5% | 78 |
| 5.8 <i>Beads</i> alginat-CMC dengan <i>crosslink</i> 10% | 78 |
| Lampiran 6 Hasil absorbansi UV-Vis <i>methylene blue</i> | 79 |
| 6.1 <i>Absorbansi</i> kurva standart | 79 |
| 6.2 <i>Absorbansi methylene blue</i> setelah perendaman | 79 |
| 6.3 Kapasitas <i>adsorpsi</i> | 81 |
| Lampiran 7 Hasil uji morfologi <i>beads</i> menggunakan SEM-EDX | 82 |
| 7.1 <i>Beads</i> alginat-CMC 5% | 82 |
| 7.2 <i>Beads</i> alginat-CMC 10% | 82 |

ABSTRAK

Khusna, L. N. 2019. **Sintesis dan Karakterisasi *Beads* Alginat Karboksimetil Selulosa dari Batang Jagung (*Zea mays*) Menggunakan Variasi Konsentrasi *Crosslink* BaCl₂**. Skripsi. Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si, Pembimbing II: Mochamad Imamudin, Lc., M.A

Kata kunci : Batang Jagung, *Beads* Alginat-CMC, BaCl₂

Batang jagung merupakan salah satu limbah pertanian yang memiliki kandungan selulosa tinggi. Selulosa dari batang jagung dimodifikasi menjadi karboksimetil selulosa (CMC) yang berpotensi dijadikan sebagai komposisi pembuatan *beads* alginat-CMC (BACMC). Dalam penelitian ini, sintesis BACMC menggunakan metode gelasi ionik dengan variasi *crosslink* BaCl₂ 3%, 5%, dan 10%. BACMC hasil sintesis dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), uji *swelling*, digital penetrometer, mikroskop optik, *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersion X-ray* (SEM-EDX), dan spektroskopi UV-Vis. Nilai *swelling* dan diameter tertinggi ditunjukkan pada konsentrasi *crosslink* 5%, yaitu 95,54% dan 13,46%. Data FTIR BACMC menunjukkan adanya ikatan Ba-COO⁻ pada bilangan gelombang 805 cm⁻¹. Hasil data kekuatan mekanik menunjukkan BACMC 10% memiliki nilai kekerasan tertinggi, yaitu 15,39 Kgf. Sedangkan hasil UV-Vis yang menunjukkan penyerapan maksimum terdapat pada BACMC 3% sebesar 14,75%. Data SEM-EDX BACMC 5% menunjukkan permukaan yang kasar dan berongga, sedangkan permukaan BACMC 10% halus dan sedikit berongga.

ABSTRACT

Khusna, L. N. 2019. **Synthesis and Characterization of *Beads* Alginate Carboxymethyl Cellulose from Corn Stalk (*Zea mays*) using BaCl₂ as Crosslink with Variation Concentration.** Thesis. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Eny Yulianti, M.Si, Supervisor II: Mochamad Imamudin, Lc., M.A

Key Word : Corn stalk, *Beads* Alginate-CMC, BaCl₂

Corn stalk is one of agricultural waste that has a high cellulose content. Cellulose from corn stalk is modified to carboxymethyl cellulose (CMC) which is potentially used as a composition for making alginate-CMC *beads* (BACMC). In this study, the synthesis of BACMC uses an ionic gelation method with variation concentration of BaCl₂ crosslink 3%, 5%, and 10%. The synthesized BACMC was characterized using Fourier Transform Infra Red (FTIR), swelling test, digital penetrometer, optical microscope, Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersion X-ray (SEM-EDX), and UV-Vis spectroscopy. The highest swelling and diameter values are shown at 5% of crosslink concentrations, this is 95.54% and 13.46%. BACMC FTIR shows the presence of Ba-COO⁻ bonds at wave number 805 cm⁻¹. The results of mechanical strength show that 10% BACMC has the highest hardness value, which is 15.39 Kgf. UV-Vis results show the maximum absorption were found at BACMC 3%. Then 5% BACMC SEM-EDX shows a rough and hollow surface, while the 10% BACMC surface is smooth and slightly hollow.

مستخلص البحث

حسنى، ليل. نهاية. ٢٠١٩. توليف وتوصيف حبات ألجينات كاربوكسي ميثيل السليلوز من سيقان الذرة (*Zea mays*) باستخدام تركيز التباين للروابط المتقاطعة $BaCl_2$. رسالة. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: أي يوليانتى، الماجستير، المشرف الثاني: محمد إمام الدين، الماجستير.

الكلمات المفتاحية: سيقان الذرة، الجينات - CMC، الخرز، $BaCl_2$

سيقان الذرة هي واحدة من النفايات الزراعية التي تحتوي على نسبة عالية من السليلوز، وهو ما يعادل ٤٠.٨٦٪. يتم تعديل السليلوز من سيقان الذرة إلى كاربوكسي ميثيل السليلوز (CMC) والذي لديه القدرة على استخدامه كتركيبة لصنع حبات الجينات - CMC (BACMC). في هذه البحث، استخدم تخليق BACMC طريقة جيلاتي الأيونية مع اختلافات في الارتباط التشعبي $BaCl_2$ ٣٪، ٥٪، و ١٠٪. تم توصيف BACMC المركب باستخدام الأشعة تحت الحمراء (Fourier Transform Infra red (FTIR)، اختبار التورم، مقياس الاختراق الرقمي، المجهر البصري، أشعة إكس-ميكروسكوب الإلكترون-المسح الضوئي للطاقة-أشعة الشمس (SEM-EDX)، والأشعة فوق البنفسجية. تظهر أعلى قيم تورم وقطر بتركيزات تشبيك ٥٪، أي ٩٥.٥٤٪ و ١٣.٤٦٪. توضح بيانات BACMC FTIR وجود روابط $Ba-COO^-$ في الموجة رقم ٥٠٨ سم^{-١}. تظهر نتائج بيانات القوة الميكانيكية أن BACMC ١٠٪ لديه أعلى قيمة صلابة، والتي هي ١٥.٣٩ كجم. بينما تم العثور على نتائج UV-Vis التي أظهرت أقصى امتصاص في BACMC ٣٪. تُظهر بيانات BACMC SEM-EDX ٥٪ سطحًا خشنًا وجوفًا، في حين أن سطح BACMC ١٠٪ أملس وجوف قليلاً.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Batang jagung merupakan salah satu limbah padat pertanian yang memiliki kenaikan produksi limbah yang semakin meningkat tiap tahunnya. Hal ini dapat ditinjau dari data Pertanian (2015), produksi jagung tiap tahunnya adalah 19,033 ton/tahun, dan mengalami peningkatan 1,11% tiap tahunnya dari tahun 2010-2014. Sejauh ini limbah batang jagung yang dihasilkan hanya digunakan sebagai pakan ternak serta bahan baku pembuatan kertas atau pulp (Ikmal dkk., 2011).

Penelitian Liu, dkk. (2017) menyebutkan bahwa, kandungan batang jagung terdiri atas 40,86% selulosa, lignin 13,87% serta 28,01% hemiselulosa. Kandungan selulosa yang cukup tinggi pada batang jagung dapat dimanfaatkan sebagai sumber selulosa, sehingga dapat menjadi cara dalam penanggulangan limbah padat pertanian. Dalam kehidupan kita, limbah selalu dianggap sebagai sesuatu yang akan berdampak negatif pada lingkungan kita. Dalam penelitian ini, nilai kemanfaatan limbah batang jagung akan ditingkatkan berdasarkan kandungan didalamnya. Allah berfirman dalam Q.S Ali Imran ayat 191 :

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ
وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ

Artinya : *(yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri atau duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata) “ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka pelihralah kami dari sika neraka”*

Ayat tersebut terdapat lafadz *baathilaa* yang artinya sia-sia tanpa faedah. Dalam kajian tafsir Ibnu Katsir (2013), dijelaskan bahwa Allah tidak akan menciptakan sesuatu yang ada di langit dan bumi ini secara sia-sia, melainkan ada manfaat dan tujuannya. Adapun manusia dikaruniai akal oleh Allah agar dapat memikirkan ciptaan Allah dan dapat memanfaatkannya dengan baik, sehingga manusia akan mendapatkan pahala atas amal yang diperbuatnya.

Selulosa merupakan salah satu jenis polimer alam yang jumlahnya sangat melimpah dan memiliki sifat dapat diperbarui, didegradasi, dan dimodifikasi. Selulosa dapat diaplikasikan di berbagai bidang industri, baik dalam keadaan alami maupun termodifikasi secara kimia untuk menghasilkan turunannya. Jedvert dan Heinze (2017) menyebutkan turunan dari selulosa diantaranya selulosa asetat, selulosa xantat, etil selulosa, metil selulosa dan CMC (*Carboxymethyl Cellulose*) (Altunina dkk., 2016).

CMC merupakan salah satu turunan selulosa yang memiliki nilai viskositas yang tinggi yaitu 7.574,67 cP (Ferdiansyah, 2016) dengan nilai derajat substitusi sebesar 0,6-0,95 (Bayramoglu, 2003), sehingga CMC memiliki sifat hidrofilik yang tinggi dibandingkan dengan selulosa. Kemampuan adsorpsi CMC juga lebih tinggi dibandingkan dengan selulosa berdasarkan gugus karboksil yang dimiliki CMC (Altunina dkk., 2016). Sehingga pada penelitian ini, CMC digunakan sebagai prekursor pembuatan selulosa *beads*.

Penelitian Latifah, dkk. (2019), CMC dapat diproduksi melalui dua tahapan utama yaitu alkalisasi dan karboksimetilasi. Tahap pertama yaitu alkalisasi, dilakukan dengan menggunakan pelarut NaOH yang bertujuan mengaktifkan gugus-gugus OH pada selulosa. Tahap selanjutnya yaitu karboksimetilasi,

dilakukan dengan mereaksikan selulosa dengan reagen monokloroasetat yang berfungsi mensubstitusi atom H pada selulosa dengan gugus CH_2COO^- . Pembuatan CMC dari batang jagung yang telah dilakukan oleh Haleem, dkk. (2014) menyatakan bahwa, rasio terbaik natrium monokloroasetat dengan selulosa yaitu 5:5, yang menghasilkan nilai derajat substitusi sebesar 0,874.

Selulosa *beads* dapat diaplikasikan dalam berbagai produk, diantaranya sebagai material pembawa dalam obat-obatan, kromatografi pertukaran ion logam, pengolahan air, penambatan pupuk dan imobilisasi protein (Gericke dkk., 2013). Penggunaan aplikasi dari *beads* dapat diketahui dari kemampuan daya adsorpsinya. Sönmez, dkk. (2016) mengatakan bahwa, daya adsorpsi dari *beads* dapat dipengaruhi dari komposisi pembuatan komposit *beads* tersebut, yaitu selulosa dan alginat. Komposisi selulosa 10 dan 25% akan meningkatkan daya adsorpsi *beads* dari 65% menjadi 80%. Sedangkan pembuatan *beads* menggunakan alginat tanpa penambahan selulosa, menghasilkan daya adsorpsi yang rendah sebesar 19%.

Penelitian Morshed, dkk. (2012) *beads* yang memiliki daya *swelling* tertinggi yaitu dengan rasio penyusunya 1:2 menghasilkan daya adsorpsi sebesar 830%. Komposit biopolimer yang berbentuk *beads* akan lebih efektif karena mempunyai sifat difusi dan hambatan hidrodinamisnya kecil bila dibandingkan dengan bentuk serbuk (*flakes*) (Nurmasari dkk., 2010). Wu, dkk. (2000) juga menyatakan bahwa, jika sisi aktif dari *beads* akan meningkat seiring dengan meningkatnya kapasitas adsorpsi.

Beads dibuat dengan menggunakan metode gelasi ionik. Metode ini mempunyai kelebihan mudah untuk dilakukan, murah, cepat, dan mudah dikontrol

(Agüero dkk., 2017). Dalam metode ini terjadi ikatan saling silang antara ion multivalen dengan polielektrolitnya. Ikatan ini berfungsi untuk memperkuat kekuatan mekanis dari partikel yang terbentuk. Ion multivalen atau agen *crosslink* yang dapat digunakan dalam pembuatan *beads* diantaranya Ba^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} dan Sr^{2+} (Mørch dkk., 2006).

Penggunaan BaCl_2 sebagai *crosslink* memiliki keunggulan, yaitu nilai daya *swelling* yang relatif stabil karena Ba^{2+} memiliki ukuran ion yang besar (1,74 Å), dibandingkan dengan CaCl_2 (1,14 Å), dan $\text{Al}(\text{SO}_4)_3$ (0,68 Å) sehingga menghasilkan bentuk *beads* yang padat dan komposisi penyusun yang kuat (Jahan dkk., 2013). Penggunaan variasi konsentrasi *crosslink* BaCl_2 akan mempengaruhi *beads* yang dihasilkan. Penelitian Jahan, dkk. (2013), menggunakan konsentrasi BaCl_2 5, 10, dan 15%, dimana pada konsentrasi 10% dihasilkan bentuk permukaan *beads* yang relatif lebih kasar, hal ini dikarenakan semakin meningkatnya konsentrasi *crosslink* yang digunakan. Pada konsentrasi 5% dihasilkan permukaan *beads* yang relatif halus dan bentuk yang bulat sempurna (Mohapatra dkk., 2016). Rajmohan dan Bellmer (2019) mengatakan, konsentrasi *crosslink* yang meningkat akan mengakibatkan *beads* semakin keras. Variasi konsentrasi 2 dan 5% akan meningkatkan tingkat kekerasan *beads* 5%. Hal ini terjadi karena adanya reaksi ikat silang yang terjadi dalam *beads*, sehingga mengakibatkan menurunnya daya adsorpsi dari *beads* tersebut.

Bajpai dan Sharma (2004), dalam penelitiannya menggunakan *crosslink* BaCl_2 yang menghasilkan nilai *swelling* lebih stabil dibandingkan dengan penggunaan *crosslink* CaCl_2 . Morshed, dkk. (2012) dalam penelitiannya menggunakan variasi konsentrasi *crosslink* BaCl_2 5, 10, dan 15% dengan nilai

swelling yang didapatkan sebesar 830, 405, dan 150% pada penimbangan jam ke 6.

Beads memiliki kemampuan adsorpsi terhadap *methylene blue* (Peretz dkk., 2015), sehingga *beads* dapat dimanfaatkan sebagai agen penyerap limbah. *Beads* mempunyai persen kapasitas adsorpsi maksimum pada rentang pH 9 yaitu 86%, sedangkan pada pH asam, kapasitas *beads* turun hingga 75%. Gugus karboksil (COO^-) yang terkandung dalam *beads* dapat meningkatkan penyerapan *methylene blue* (Benhalima dkk., 2017), sehingga penggunaan CMC dalam pembuatan *beads* dapat meningkatkan kemampuan adsorpsi *beads* terhadap *methylene blue* (Yang dkk., 2011).

Berdasarkan uraian tersebut, perlu dilakukan penelitian sintesis *beads* alginat-CMC (BACMC) dari batang jagung menggunakan *crosslink* BaCl_2 , dengan variasi konsentrasi 3, 5, dan 10% bertujuan untuk mendapatkan hasil *beads* terbaik. BACMC terbaik ditentukan dari pengukuran *swelling* tertinggi. Instrumen FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi pada BACMC. Uji kekuatan mekanik BACMC menggunakan digital penetrometer. Sedangkan karakterisasi SEM-EDX digunakan untuk mengetahui morfologi serta komposisi unsur dari *beads*, dan UV-Vis digunakan untuk mengetahui nilai absorbansi.

1.2 Rumusan Masalah

1. Bagaimana hasil analisis gugus fungsi pada serbuk batang jagung, ekstrak selulosa, modifikasi CMC dan pembentukan BACMC menggunakan FTIR ?
2. Bagaimana pengaruh variasi konsentrasi *crosslink* BaCl_2 terhadap bentuk fisik, kemampuan *swelling*, serta kekuatan mekanik dari BACMC ?
3. Bagaimana kemampuan adsorpsi BACMC terhadap *methylene blue* ?

1.3 Tujuan Penelitian

1. Untuk mengetahui hasil analisis gugus fungsi pada serbuk batang jagung, ekstrak selulosa, modifikasi CMC dan pembentukan BACMC menggunakan FTIR.
2. Untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi *crosslink* $BaCl_2$ terhadap bentuk fisik, kemampuan *swelling*, serta kekuatan mekanik dari BACMC.
3. Untuk mengetahui kemampuan adsorpsi BACMC terhadap *methylene blue*.

1.4 Batasan Masalah

1. Batang jagung yang digunakan berasal dari Kediri.
2. Kemurnian CMC didasarkan pada nilai derajat substitusi terbaik.
3. Komposisi alginat:CMC yang digunakan adalah 1:2 gram.
4. *Beads* optimum didasarkan pada daya *swelling* tertinggi.

1.5 Manfaat Penelitian

1. Mengurangi jumlah limbah batang jagung yang ada di lingkungan.
2. Meningkatkan nilai ekonomi dari limbah batang jagung.
3. Membuat *beads* dari komposit alginat-CMC yang berasal dari limbah batang jagung.

BAB II

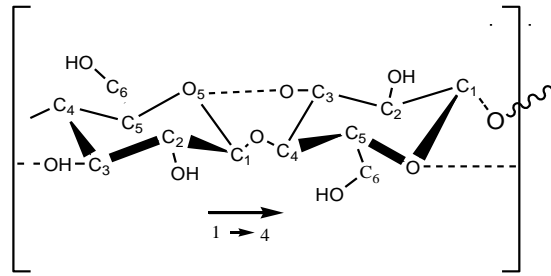
TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Kandungan dan Potensi Batang Jagung sebagai Sumber Biopolimer

Batang jagung merupakan salah satu tanaman dapat berpotensi sebagai biosorben. Yulianti, dkk. (2019) memaparkan dalam hasil penelitiannya, bahwa modifikasi batang jagung dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dibandingkan dengan batang jagung alami. Kandungan dari batang jagung terdiri atas 40,86% selulosa, lignin 13,87% serta 28,01% hemiselulosa (Liu dkk., 2017). Menurut laporan Rebelo, dkk. (2017), Selulosa dapat digolongkan kedalam polimer alam (biopolimer) apabila ditinjau dari asalnya. Biopolimer merupakan polimer yang berasal dari ekstrak tumbuhan, makhluk hidup serta turunan dari sistem mikroba. Besarnya jumlah selulosa yang melimpah pada batang jagung, sehingga batang jagung berpotensi sebagai sumber biopolimer.

2.2 Selulosa

Selulosa merupakan suatu homopolimer dengan rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$ yang terdiri atas unit D-unhydroglucopyranose (AGU) yang disebut dengan unit glukosa, dimana n adalah jumlah pengulangan dari senyawa tersebut. Struktur selulosa ditunjukkan pada Gambar 2.1. Glukosa tergabung dalam ikatan β -(1-4)-glycosidic yang membentuk unit dasar selulosa (Lavanya dkk., 2011).



Gambar 2.1 Struktur Selulosa (Moon dkk., 2011)

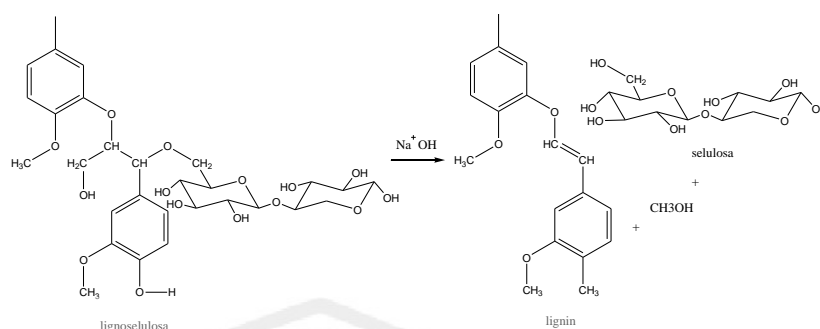
Selulosa memiliki kelarutan dalam air yang tinggi secara kimia, hal ini terjadi karena banyak mengandung gugus hidroksil yang akan membentuk ikatan hidrogen dengan air. Namun kenyataannya, selulosa tidak larut dalam air maupun pelarut organik. Hal ini dikarenakan tingginya gaya antar rantai akibat ikatan hidrogen dari gugus hidroksil pada senyawa selulosa yang berdekatan, yang menyebabkan kristalinitas selulosa tinggi. Menurut laporan Sönmez, dkk. (2011) bahwa gugus yang terkandung dalam biopolimer selulosa memiliki kemampuan menjadi bioadsorben karena reaktif terhadap ion logam. Pernyataan Lou, dkk. (2013) juga menyatakan bahwa, kapasitas adsorpsi pada selulosa rendah bila dibandingkan dengan selulosa yang telah dimodifikasi menjadi turunannya. Menurut Jedvert dan Heinze (2017), selulosa dapat dimodifikasi selulosa asetat, selulosa xantat, etil selulosa, metil selulosa dan CMC (*Carboxymethyl Cellulose*) (Altunina dkk., 2016).

2.3 Ekstraksi Selulosa Batang Jagung

Ekstraksi selulosa dari batang jagung merupakan pemisahan selulosa dari senyawa lainnya, misalnya lignin, hemiselulosa, dan senyawa non selulosa lainnya. Lignin dalam batang jagung merupakan senyawa kompleks yang mengikat

antar sel dalam dinding sel, sedangkan hemiselulosa merupakan senyawa yang berfungsi dalam mempercepat pembentukan serat (Peretz dkk., 2015). Suvachitanont dan Pookingdao (2011) mengatakan bahwa, penghilangan lignin atau delignifikasi dari lignoselulosa dapat dilakukan dengan menggunakan pelarut basa kuat seperti NaOH, NH_4OH , dan KOH. Saleh dan Pakpahan (2009) memaparkan bahwa, pelarut NaOH merupakan pelarut yang paling baik digunakan dalam proses delignifikasi, karena NaOH dapat menyerang dan merusak struktur dari lignin pada bagian kristalin dan amorf, serta juga dapat memisahkan sebagian dari senyawa hemiselulosa. Yulianti, dkk. (2018) memaparkan bahwa proses delignifikasi dapat menurunkan berat hingga 54,80% dari berat awal 129,7 g.

Rendemen produk yang dihasilkan dari proses delignifikasi dipengaruhi oleh waktu, konsentrasi larutan, dan suhu pemanasan yang digunakan. Hasil penelitian Saleh dan Pakpahan (2009), rendemen terbaik sebesar 39,72% menggunakan konsentrasi NaOH 10% dengan suhu 80°C selama 90 menit. Tujuan dilakukannya pemanasan pada suhu tersebut agar mempercepat reaksi. Reaksi pemutusan lignin dengan selulosa menggunakan pelarut NaOH akan membentuk garam fenolat yang larut dalam air. Ketika garam fenolat terbentuk, maka ikatan selulosa dengan lignin akan terputus, sehingga akan diperoleh selulosa bebas dari lignin. Reaksi pemutusan senyawa lignin ditunjukkan pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Mekanisme reaksi pemutusan ikatan lignin dan selulosa dengan pelarut NaOH (Rosdiana, 2013)

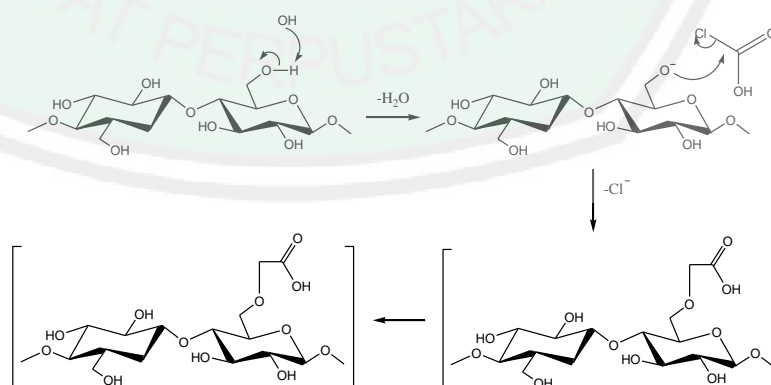
Ekstrak selulosa yang dihasilkan masih berwarna kecoklatan karena masih terdapat sedikit kandungan lignin. Selulosa yang didapatkan kemudian dimurnikan melalui proses *bleaching* (pemutihan). Menurut Putera (2012), Proses *bleaching* dapat dilakukan dengan menggunakan kaporit (CaOCl_2), sodium klorit (NaClO_2), hidrogen peroksida (H_2O_2), dan lainnya. Pelarut terbaik yaitu NaClO_2 , karena mempunyai selektifitas yang tinggi, sehingga tidak merusak struktur dari selulosa. Pelarut ini dapat melarutkan hemiselulosa sebesar 0,113% jika dibandingkan dengan HCl sebesar 0,08% dan H_2O_2 sebesar 0,062%.

Pengoptimalan pemurnian selulosa hasil ekstraksi dapat dilakukan dengan cara hidrolisis. Hidrolisis dilakukan untuk menghilangkan struktur amorf pada selulosa, yang akan mempengaruhi struktur, kristalinitas serat, morfologi permukaan serat dan stabilitas suhu (Suvachitanont dan Pookingdao, 2011). Proses hidrolisis menggunakan pelarut HCl encer karena memiliki kereaktifan yang tinggi jika dibandingkan dengan pelarut asam lainnya, seperti asam nitrat (HNO_3) dan asam sulfat (H_2SO_4). Penggunaan HCl encer dalam penelitian (Suvachitanont dan Pookingdao (2011), meningkatkan kristalinitas selulosa dari 71,13% menjadi 86,31% serta mengecilkan ukuran kristal dari 0,22 menjadi 0,15.

2.4 Modifikasi Selulosa

Selulosa dapat diubah atau dimodifikasi menjadi beberapa turunannya, salah satunya adalah karboksimetil selulosa (CMC). CMC banyak dimanfaatkan dalam industri farmasi, detergen, produk kosmetik bahkan digunakan sebagai adsorben (Wijayani dkk., 2010). Menurut Safitri, dkk. (2017) tahapan sintesis CMC meliputi alkalisasi dan karboksimetilasi. Kedua tahapan ini sangat menentukan tingkat keberhasilan terbentuknya senyawa CMC.

Tahap alkalisasi menggunakan larutan NaOH yang berfungsi untuk mengaktifkan gugus OH pada molekul selulosa, serta memudah proses berdifusi pada saat tahap selanjutnya. Tahapan berikutnya yaitu karboksimetilasi dengan menggunakan reagen monokloroasetat. Kadar reagen ini akan berpengaruh terhadap substitusi dari unit anhidroglukosa pada selulosa. Penelitian ini mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh (Haleem dkk., 2014) menggunakan rasio monokloroasetat:selulosa (b/b) 5:5. Hasil derajat substitusi (DS) sangat tinggi, sebesar 0,874, sedangkan waktu reaksi optimum yang digunakan yaitu 4 jam. Mekanisme reaksi pembuatan CMC ditampilkan pada Gambar 2.3.



Gambar 2.3 Mekanisme reaksi pembentukan CMC (Adeyanju dkk., 2016)

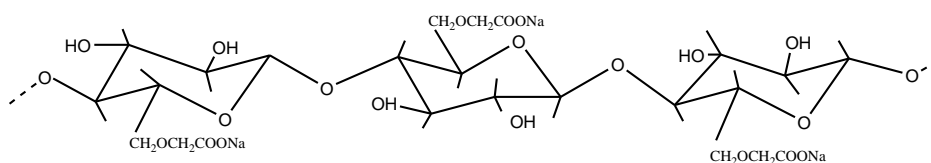
Jumlah gugus karboksimetil yang tersubstitusi pada struktur selulosa ditunjukkan oleh besarnya nilai dari DS. DS merupakan jumlah rata-rata dari substituen per unit glukosa. Unit glukosa tersebut mengandung tiga kelompok hidroksil pada C₂, C₃, dan C₆, sehingga DS terletak diantara nol dan tiga. Lestari, dkk. (2013) menyatakan rentang derajat substitusi pada CMC komersial antara 0,4-0,8. Salama, dkk. (2018) melaporkan bahwa penentuan nilai derajat substitusi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan :

$$A = \frac{BC-DE}{F} \dots\dots\dots (2.1)$$

$$DS = \frac{0,162A}{1-0,058A} \dots\dots\dots (2.2)$$

Dengan *A* adalah volume *equivalent* asam per gram sampel, *B* adalah volume NaOH yang ditambahkan, *C* adalah normalitas dari NaOH, *D* adalah volume HCl yang digunakan untuk menitrasi sampel, *E* adalah normalitas dari HCl, *F* adalah berat CMC yang digunakan, 162 adalah berat molekul dari selulosa, 58 adalah berat molekul dari penambahan gugus karboksimetil.

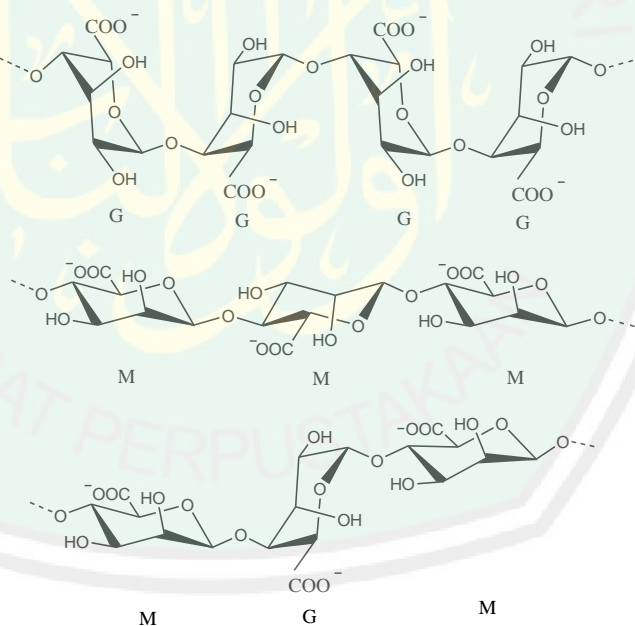
CMC merupakan modifikasi dari selulosa yang memiliki sifat biodegradabel, mempunyai nilai viskositas yang tinggi sebesar 7.574,67 cP (Ferdiansyah, 2016) termasuk polisakarida linier anionik, dan tidak beracun. Struktur CMC ditunjukkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Struktur CMC (Granström, 2009)

2.5 Natrium Alginat

Natrium alginat merupakan polimer linier yang digunakan sebagai pengikat (Rowe, 2009). Natrium alginat mengandung lebih dari 700 residu asam uronat, yang terdiri atas blok (1,4)-d-mannuronate (M) dan blok α -l-guluronate (G). Pada masing-masing blok terdiri atas G berturut-turut (GGGG), M berturut-turut (MMMM), dan berselang-seling M dan G (MGMGMG). Kelimpahan blok G pada alginat sekitar 14,0-31,0% dan mempunyai karakteristik struktur kaku (Rowe, 2009) dan porositas yang besar. Blok G memiliki fungsi untuk membentuk gel, sedangkan blok G dan GM berfungsi untuk meningkatkan fleksibilitas (Habib dkk., 2018). Gambar 2.5 menunjukkan struktur dari alginat.



Gambar 2.5 Struktur natrium alginat (Lee dan Mooney, 2012)

Asam gluronat memiliki struktur axial pada ikatan karbon 1,4, sehingga polimer ini memiliki bentuk yang melengkung dan dimanfaatkan dalam proses *crosslink* pada pembuatan *beads* membentuk model “egg box” (Lee dan Mooney,

2012). Pembentukan *beads* pada alginat dilakukan dengan cara induksi gugus karboksil dengan ion polivalen, sehingga terbentuk ikatan ionik didalamnya (Sönmez dkk., 2016). Ion polivalen yang digunakan dalam pembuatan *beads* diantaranya Ba^{2+} , Ca^{2+} , Zn^{2+} , Cu^{2+} , Fe^{3+} dan Sr^{2+} (Mørch dkk., 2006).

Sönmez, dkk. (2016) mengatakan bahwa, alginat memiliki keunggulan bersifat hidrofilik, dapat diuraikan, keberadaannya yang melimpah di alam dan mudah dalam penambahan kation divalent sebagai agen penaut silang. Alginat termasuk dalam polimer anionik yang dapat diperoleh dari rumput laut. Venkatesan, dkk. (2015) juga menambahkan bahwa alginat dapat dimodifikasi dalam bentuk *beads* atau hidrogel, mikrokapsul, spons dan busa yang dapat meningkatkan aplikasi dari penggunaan alginat tersebut. Modifikasi alginat dapat digunakan sebagai adsorben ataupun media pengiriman obat. Modifikasi fisik dan kimia terhadap alginat dapat dilakukan dengan menggabungkannya dengan polimer lain sehingga dapat meningkatkan kualitas dari polimer tersebut.

2.6 Potensi Barium Klorida (BaCl_2) sebagai Agen *Crosslink*

Agen *crosslink* atau agen penaut silang digunakan untuk menggabungkan dua polimer menjadi satu. BaCl_2 digunakan sebagai agen *crosslink* karena memiliki kation divalen yaitu Ba^{2+} . Mørch, dkk. (2006) mengungkapkan bahwa hasil *beads* yang dibentuk oleh *crosslink* BaCl_2 lebih kuat dari pada menggunakan agen *crosslink* CaCl_2 maupun $\text{Al}(\text{SO}_4)$. Hal ini terjadi karena Ba^{2+} memiliki ukuran ion yang lebih besar (1,74 Å), dibandingkan dengan CaCl_2 (1,14 Å) dan $\text{Al}(\text{SO}_4)_3$ (0,68 Å), sehingga menghasilkan bentuk *beads* yang padat dan komposisi penyusun yang kuat (Jahan dkk., 2013). Ba^{2+} juga akan membentuk

afinitas yang tinggi terhadap alginat, sehingga gel yang terbentuk akan lebih kuat dibandingkan dengan Ca^{2+} (Mørch dkk., 2006).

Tingkat konsentrasi *crosslink* yang digunakan akan mempengaruhi dalam pembuatan *beads*. Ayuningtyas (2012) menyebutkan bahwa, penggunaan *crosslink* 3% akan menghasilkan *beads* dengan bentuk pipih, lengket, dan tidak bulat. Sedangkan penggunaan *crosslink* 5 dan 10% akan menghasilkan *beads* berbentuk bulat dan kaku. Namun pada konsentrasi 10%, *beads* yang dihasilkan akan lebih kaku dan memiliki tingkat kekuatan mekanik yang lebih tinggi dibandingkan dengan 5%. Semakin tinggi tingkat konsentrasi dari *crosslink*, maka kekuatan mekaniknya juga akan semakin tinggi. Naiknya tingkat kekuatan mekanik pada *beads* terjadi karena semakin banyak jumlah *crosslink* yang terikat pada polimer, maka semakin besar juga tautan silang yang terjadi dalam pembentukan *beads*. Hal ini akan berpengaruh terhadap daya adsorpsi dari masing-masing *beads*.

Morshed, dkk. (2012) menggunakan *crosslink* BaCl_2 dengan konsentrasi 5% menghasilkan nilai daya *swelling* tertinggi, yaitu 830% pada penimbangan jam ke-6. BaCl_2 mempunyai tingkat penyerapan kestabilan yang tinggi, karena memiliki struktur yang rapat antar molekulnya (Li dkk., 2017). Jahan, dkk. (2013) juga melaporkan bahwa penggunaan BaCl_2 sebagai *crosslink* akan menghasilkan *beads* yang memiliki ukuran permukaan yang besar dan membentuk mikrosfer alginat yang kuat bila dibandingkan dengan *crosslink* CaCl_2 dan $\text{Al}(\text{SO}_4)_3$. Gambar 2.6 menunjukkan perbedaan model “egg-box” pada *beads* dengan *crosslink* BaCl_2 dan CaCl_2 .



Gambar 2.6 (a) model “egg-box” kation Ca^{2+} (b) model “egg-box” kation Ba^{2+} (Bajpai dan Sharma, 2004)

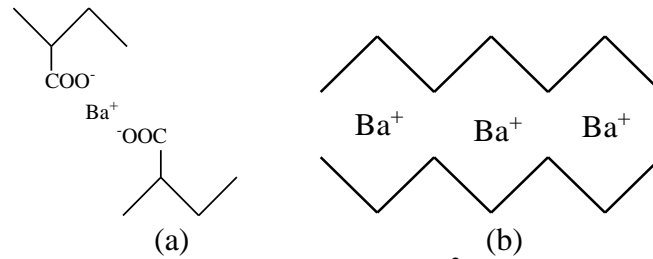
2.7 Metode Pembuatan *Beads* Alginat-CMC

Beads Alginat-CMC pada penelitian ini dibuat dengan menggunakan metode gelasi ionik atau tautan silang (*crosslink*). *Beads* alginat-CMC dibuat dengan beberapa macam teknik. Teknik yang sering digunakan pada metode gelasi ionik adalah teknik *dropping* (meneteskan larutan polisakarida ke *crosslinker* melalui lubang kecil seperti *syringe needle*) (Gericke dkk., 2013). Teknik *dropping* ditunjukkan pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Pembuatan *beads* teknik *dropping* (Gericke dkk., 2013).

Agen *crosslink* yang digunakan dalam penelitian ini adalah Ba^{2+} yang merupakan kation divalen pengikat dua polimer. Metode gelasi ionik merupakan metode penggabungan ikatan polimer yang memiliki muatan berlawanan, sehingga membentuk jaringan tiga dimensi yang kaku (hidrogel) (Patil dkk., 2010). Bajpai dan Sharma (2004) menyebutnya sebagai model “*egg box*”, yang ditunjukkan pada Gambar 2.8.

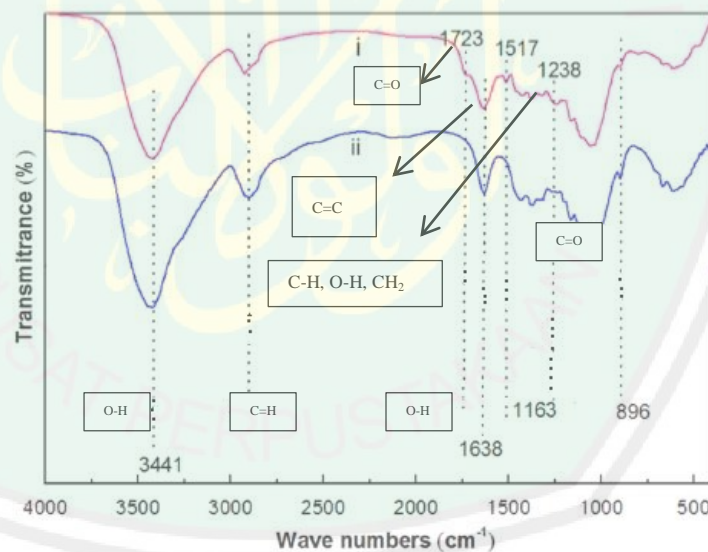


Gambar 2.8 (a) interaksi ionik antara *crosslink* Ba^{2+} dan gugus karboksil pada blok G (b) model “egg-box” ion Ba^{2+} pada blok G (Bajpai dan Sharma, 2004)

2.8 Karakterisasi

2.8.1 Analisis Gugus Fungsi Menggunakan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR)

Karakterisasi gugus fungsi pada selulosa dari batang jagung menggunakan instrumen FTIR dilakukan oleh Huang, dkk. (2017) menghasilkan spektra pada Gambar 2.9.

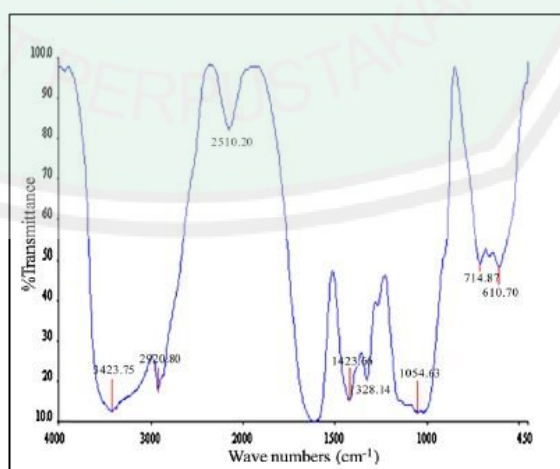


Gambar 2.9 Spektra IR batang jagung (i) sebelum ekstraksi (ii) sesudah ekstraksi selulosa (Huang dkk., 2017)

Huang, dkk. (2017) menyatakan bahwa spektra IR dari batang jagung yang belum dilakukan ekstraksi (i) menghasilkan adanya serapan pada bilangan gelombang 1514 cm^{-1} dari gugus C=C yang berasal dari senyawa lignin. Adanya

gugus C=O pada bilangan gelombang 1736 cm^{-1} yang merupakan gugus ester dari senyawa hemiselulosa. Berdasarkan spektra pada Gambar 2.9 juga diketahui adanya bilangan gelombang pada 1238 cm^{-1} yang menunjukkan ikatan C-H, O-H atau CH_2 yang diduga merupakan serapan dari senyawa lignin dan hemiselulosa. Pernyataan tersebut dapat dibuktikan dengan hasil serapan IR yang kedua, bahwa setelah adanya ekstraksi selulosa tidak ada serapan yang muncul pada bilangan gelombang tersebut. Azizah, dkk. (2018) menambahkan bahwa hasil selulosa setelah hidrolisis menunjukkan intensitas serapan C-O dan C-C pada bilangan gelombang 994 cm^{-1} .

Bilangan gelombang 3441 cm^{-1} , 2901 cm^{-1} , dan 1060 cm^{-1} pada serapan (ii) menunjukkan adanya regangan yang diduga gugus O-H, C-H dan C-O yang menunjukkan gugus-gugus dari senyawa selulosa. Serapan pada bilangan gelombang 1638 cm^{-1} adanya pembengkokan gugus O-H dari senyawa selulosa. Adapun hasil karakterisasi FTIR terhadap karboksimetil selulosa menurut penelitian Haleem, dkk. (2014) ditampilkan pada Gambar 2.10.



Gambar 2.10 Spektra IR dari karboksimetil selulosa (Haleem dkk., 2014)

Bilangan gelombang 1620 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus COO^- , dan serapan gugus OH *stretching* terdapat pada bilangan gelombang 3423 cm^{-1} . Bilangan gelombang 1423 dan 1328 cm^{-1} menunjukkan serapan kuat dari CH_2 *scissoring*. 1054 cm^{-1} menunjukkan CH-O-CH_2 *stretching*.

2.8.2 Analisis Daya Mengembang (*Swelling*)

Uji *swelling* dilakukan untuk mengetahui kemampuan mengembang suatu sistem monolitik (tablet, kapsul) berdasarkan pembengkakan polimer hidrofilik. Fungsi polimer ini sebagai penjebak udara dan menurunkan massa jenis (Ishak, 2015). Olejnik dkk. (2017) mengatakan, *swelling* terjadi karena akibat adanya interaksi antara gugus (OH) dari air dan karboksilat (COO^-) dari CMC. Daya pengembang ini dapat diukur dengan merendam beads kemudian ditimbang beratnya menggunakan persamaan 2.3.

$$Swelling = \frac{W_t - W_o}{W_o} \times 100\% \dots\dots\dots (2.3)$$

Dengan W_t adalah berat dari beads yang terhidrasi dan W_o adalah berat beads kering (Ayuningtyas, 2012).

Daya *swelling* menunjukkan pembengkakan dari beads akibat adanya difusi dari larutan atau air. Jika nilai daya *swelling* semakin tinggi, maka semakin bagus beads yang dihasilkan. Daya *swelling* juga dipengaruhi oleh konsentrasi dari *crosslink*, semakin tinggi konsentrasi *crosslink* yang digunakan untuk mengikat silang, maka semakin kristalin beads yang dihasilkan dan daya adsorpsi yang dimiliki semakin rendah.

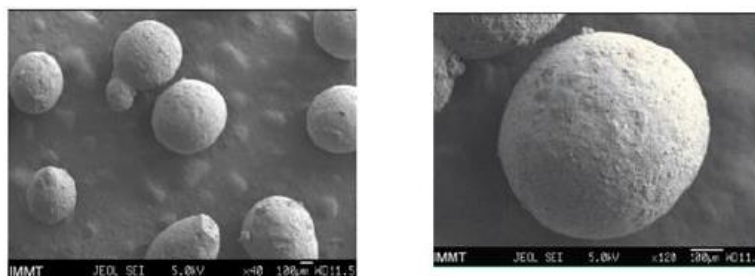
2.8.3 Analisis Kekuatan Mekanik *Beads*

Kekuatan mekanik suatu *beads* dipengaruhi oleh tingkat konsentrasi dari *crosslink* yang digunakan. Semakin tinggi *crosslink* yang digunakan, tingkat kekerasan *beads* juga akan meningkat (Rajmohan dan Bellmer, 2019). Hal ini terjadi karena adanya tautan silang yang semakin banyak antara *crosslink* dengan alginat, sehingga akan mempengaruhi meningkatkan tingkat kristalinitas dari *beads* tersebut. Hasil penelitian Rajmohan dan Bellmer (2019) kekuatan mekanik *beads* meningkat dari konsentrasi *crosslink* 2, 10 dan 15% sebesar 1300, 3500, dan 5600 g.

2.8.4 Analisis Morfologi Permukaan Menggunakan *Scanning Electron Microscope-Energy Dispersive X-Ray Spectroscopy* (SEM-EDX)

Karakterisasi SEM digunakan untuk menganalisis suatu permukaan *beads*. Hasil SEM berupa morfologi dan topografi yang didapatkan dari penangkapan elektron sekunder yang dipancarkan oleh spesimen. EDX merupakan gabungan dari SEM yang merupakan alat yang digunakan untuk menganalisis unsur-unsur penyusun dari permukaan sampel. EDX akan menampilkan jenis unsur beserta kadar yang terkandung didalamnya (Anwar, 2016).

Bentuk *beads* yang dihasilkan pada penelitian Mohapatra, dkk. (2016) menggunakan *crosslink* BaCl_2 dengan konsentrasi 5 %. Berdasarkan Gambar 2.11, permukaan *beads* yang relatif halus dan memiliki bentuk yang bulat sempurna.



Gambar 2.11 Hasil SEM *beads* menggunakan *crosslink* BaCl₂ (Mohapatra dkk., 2016)

2.8.5 Uji Aktivitas *Beads* terhadap *Methylene Blue*

Adsorpsi *beads* terhadap *methylene blue* dipengaruhi oleh pH. Pada rentang pH 1,5-5 presentase adsorpsi mencapai 75%, sedangkan pada pH 9 mencapai 86%. pH *methylene blue* yang mencapai lebih dari 9 akan membentuk agregat molekul yang lebih besar akibat terbentuknya *zwitterion* pada air, sehingga efisiensi adsorpsi berkurang. Terdapat tiga bagian penyerapan berdasarkan persen presentase penyerapan dari *methylene blue*. Bagian pertama terjadi pada jam ke 3, pada bagian ini menunjukkan penyerapan maksimum, hal ini ditunjukkan oleh adanya *methylene blue* yang diserap oleh permukaan *beads*. Bagian kedua adalah pada jam ke 17. Pada bagian ini terjadi proses adsorpsi yang lambat, hal ini terjadi karena adanya proses difusi *methylene blue* ke pori-pori yang mencapai keseimbangan. Bagian terakhir yaitu setelah jam ke 17 yang menunjukkan adanya adsorpsi *methylene blue* yang lemah. Hal ini kemungkinan terjadi karena gugus karboksil yang berasal dari alginat telah mengalami kejenuhan (Peretz dkk., 2015).

Kapasitas adsorpsi *beads* dihitung berdasarkan persamaan 2.4 (Benhalima dkk., 2017) :

$$Q_e = (C_o - C_e)v/W \dots\dots\dots (2.4)$$

Dengan Q_e adalah kapasitas *adsorpsi* (mg/g), C_0 adalah konsentrasi awal *adsorbat* (mg/l), C_e adalah konsentrasi akhir *adsorbat* (mg/l), V adalah volume sampel (l), W adalah berat *adsorben* (g).

2.9 Perspektif Islam dan Sains

Allah SWT telah menciptakan segala sesuatu untuk umatnya di muka bumi ini sebagai rahmat. Salah satu rahmat yang diberikan Allah adalah menumbuhkan berbagai tumbuhan yang baik. Allah berfirman dalam Q.S Asy-Syu'araa ayat 7:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَيْفَ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ

Artinya : *“Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik”*

Firman Allah diatas telah menjelaskan bahwa Allah telah menciptakan berbagai tumbuhan untuk umatnya di bumi ini. Shihab (2003) dalam tafsir Al Misbah menerangkan apakah mereka (manusia) akan terus memepertahankan kekufuran serta pendustaannya dan tidak merenungi serta mengamati ciptaan Allah di bumi? Sesungguhnya jika mereka bersedia merenungi ciptaan Allah, niscaya mereka akan diberikan petunjuk. Allah telah mengeluarkan dari bumi ini beraneka ragam tumbuh-tumbuhan yang mendatangkan berbagai manfaat juga.

Berbagai macam tumbuhan tersebut salah satunya adalah tanaman jagung. Allah menciptakan tanaman jagung untuk memenuhi kebutuhan manusia. Hasil samping dari tanaman jagung akan meninggalkan limbah batang jagung, yang akan berdampak negatif pada lingkungan kita apabila tidak dimanfaatkan dengan baik. Pencemaran lingkungan ini akan mengakibatkan keseimbangan lingkungan

kita terganggu dan tidak berfungsi sebagaimana mestinya, sebagaimana firman Allah SWT dalam Q.S Ar-Rum ayat 41 :

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ
الَّذِي عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ

Artinya : “Talah tampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, sehingga Allah mencicipkan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar)”.

Jauhari (2008) menafsirkan kata *fasad* yang berarti kerusakan. Beliau menafsirkan kerusakan ada dua macam, yaitu karena ulah tangan manusia dan kerusakan karena mikroba. Penafsiran *fasad* disini jika dikaitkan dengan tema penelitian ini adalah *fasad* yang ditunjukkan karena ulah tangan manusia, yakni kerusakan akibat hawa nafsu manusia. beliau mengatakan bahwa, sebagai manusia hendaknya harus bisa bersikap adil terhadap sesamanya maupun terhadap makhluk yang lainnya. Adil yang dimaksud disini ialah apabila manusia mengambil manfaat dari makhluk lainnya (tumbuhan), hendaknya ia juga harus memberikan timbal balik agar tercipta keseimbangan diantara keduanya.

Manusia diciptakan Allah untuk menjadi Khalifah di bumi. Sebagaimana tugas manusia di bumi, hendaknya manusia dipercaya untuk mengolah dan merawat kehidupan di bumi. Hal ini sesuai dengan firman Allah SWT pada Q.S Al-Baqoroh ayat 30.

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَنْ يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ
وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ

Artinya : *“Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada para malaikat: “Sesungguhnya aku hendak menjadikan (khalifah) di bumi.” Mereka berkata: “Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, padahal kami senantiasa bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?” Tuhan berfirman: “Sesungguhnya Aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui”.*

Penciptaan manusia di bumi diharapkan mengetahui tugasnya dalam menjaga kelestarian lingkungannya. Agar terjaga kelestarian dan menghasilkan banyak kebaikan. Manusia sebagai khalifah di bumi dituntut untuk berfikir dalam mengolah dan memberi solusi dalam menjaga kelestarian dan keseimbangan lingkungannya. Salah satu upaya yang bisa dilakukan oleh manusia adalah dengan mengolah dan memanfaatkan limbah yang ada di lingkungan agar memiliki nilai ekonomi dan manfaat yang tinggi.

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Pelaksanaan Penelitian

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

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini adalah seperangkat alat gelas, termometer, oven, kertas pH, *hot plate*, pH meter, seperangkat alat *reflux*, timbangan analitik, kertas saring, *aluminium foil*, *magnetic stirrer*, *syringe needle*, FTIR, mikroskop optik, digital penetrometer, spektroskopi UV-Vis dan SEM-EDX.

3.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan adalah sebagai berikut: limbah batang jagung berasal dari Kediri, natrium hidroksida (NaOH) p.a, asam asetat (CH₃COOH) p.a, barium klorida (BaCl₂) p.a, natrium alginat (C₆H₇O₆Na)_n p.a, aquademin, akuades, methanol (CH₃OH) p.a, asam klorida (HCl) 37% p.a, natrium klorit (NaCl₂O) p.a, dan natrium monokloroasetat (CH₃ClCOONa) p.a, asam nitrat (HNO₃) p.a, indikator pp p.a dan *methylene blue* p.a.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan ini merupakan jenis *experimental laboratory*, yaitu sintesis dan karakterisasi alginat-karboksimetil selulosa *beads* dengan metode gelasi ionik dan menggunakan agen penaut silang barium klorida. Sampel limbah batang jagung diperoleh dari kecamatan Papar Kediri. Limbah batang jagung diekstrak untuk menghilangkan senyawa non selulosa dengan menggunakan NaOH 10%. Modifikasi selulosa menjadi karboksimetil selulosa menggunakan NaOH 30% pada tahap alkalisasi. Tahap karboksimetilasi menggunakan 5 gram natrium monokloroasetat dan 5 gram selulosa batang jagung. Untuk mengetahui kemurnian senyawa karboksimetil selulosa yang terbentuk, ditentukan derajat substitusinya. Selanjutnya dilakukan pembuatan BACMC dengan menggunakan perbandingan komposisi alginat-selulosa 1:2. Penelitian ini menggunakan variasi konsentrasi *crosslink* BaCl_2 3, 5, dan 10% untuk mengetahui daya *swelling* terbaik serta bentuk dari BACMC. Selanjutnya dilakukan karakterisasi gugus fungsi menggunakan FTIR, daya *swelling* secara gravimetri dan mikroskop optik. Dilakukan uji kekuatan mekanik menggunakan digital penetrometer, morfologi permukaan menggunakan SEM-EDX, dan spektroskopi UV-Vis untuk mengukur absorbansi *methylene blue*.

3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi sampel
2. Ekstraksi selulosa dari batang jagung
3. Modifikasi selulosa menjadi CMC
4. Penentuan derajat substitusi

5. Pembuatan BACMC dengan perbandingan komposisi alginat-selulosa 1:2 dan variasi konsentrasi *crosslink* BaCl_2 3, 5, dan 10%.
6. Karakterisasi
7. Analisis data

3.5 Pelaksanaan Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel

Limbah batang jagung dibersihkan dan dikeringkan di bawah sinar matahari, sampel kering digiling kemudian diayak dengan ayakan 100 mesh, kemudian dioven selama 24 jam pada suhu 90 °C. Serbuk yang didapat adalah sampel penelitian yang selanjutnya dikarakterisasi dengan FTIR.

3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Metode yang digunakan untuk ekstraksi berdasarkan penelitian Suvachittanont dan Pookingdao (2013). Serbuk batang jagung sebanyak 50 gram direndam dalam NaOH 10% sebanyak 500 mL pada suhu 80°C selama 90 menit, kemudian dicuci beberapa kali dengan akuades dan diperas. Selanjutnya, ditambahkan NaClO_2 1% sebanyak 100 mL dan ditambahkan CH_3COOH 10% tetes pertetes sampai pH 5 setelah itu dipanaskan pada suhu 75°C selama 1 jam. Setelah itu dicuci dengan akuades sampai netral dan diperas. Selulosa yang didapatkan dihidrolisis dengan HCl 5% (1:20) pada suhu 95°C selama 1 jam sehingga didapatkan mikrofiber terdispersi. Sampel yang diperoleh dikarakterisasi dengan FTIR.

3.5.3 Pembuatan Karboksimetil Selulosa

Ekstrak batang jagung sebanyak 5 gram ditambahkan dengan aquades sebanyak 100 mL ke dalam beaker glass 250 mL. Langkah selanjutnya yaitu, ditambahkan 10 mL larutan NaOH 30% tetes per tetes selama 1 jam. Lalu ditambahkan monokloroasetat/selulosa (b/b) 5:5 pada suhu 60-70°C. Campuran tersebut didiamkan dan residunya direndam dengan menggunakan metanol sebanyak 100 mL selama 24 jam. Campuran tersebut selanjutnya dinetralkan dengan asam asetat glasial, selanjutnya disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C sampai diperoleh berat yang konstan (Haleem dkk., 2014) Selanjutnya dilakukan karakterisasi gugus fungsi menggunakan FTIR dan ditentukan derajat substitusinya.

3.5.4 Penentuan Derajat Substitusi

Penelitian Salama, dkk. (2018) menyatakan bahwa penentuan derajat substitusi dilakukan dengan menimbang 4 gram serbuk karboksimetil selulosa dilarutkan dalam 60 mL etanol 70%. Selanjutnya endapan yang terbentuk dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C. Setelah itu ditambahkan 10 mL asam nitrat 2 M dan diaduk selama 2 menit. Kemudian campuran disaring dan dioven kembali dalam oven pada suhu 60 °C selama 3 jam. Sebanyak 1 gram residu yang didapatkan, dimasukkan kedalam erlenmeyer dan ditambahkan dengan 100 mL aquades sambil diaduk. Kemudian ditambahkan larutan NaOH 0,3 N sebanyak 25 mL dan dipanaskan selama 15 menit. Setelah itu ditambahkan indikator pp dan diititrasi dengan HCl 0,3 N. Penentuan derajat substitusi dapat menggunakan persamaan pada 2.1

3.5.5 Pembuatan BACMC pada Variasi Konsentrasi *Crosslink* BaCl₂

Natrium alginat:CMC (b/b) dengan komposisi 1:2 dilarutkan larutan 25 mL aquademin. Larutan yang telah terbentuk, ditetaskan menggunakan *syringe needle* ke dalam larutan *crosslink* BaCl₂ dengan variasi konsentrasi 3, 5, dan 10%, dan didiamkan selama 24 jam. *Beads* yang telah terbentuk disaring dan dicuci menggunakan aquademin. Selanjutnya BACMC dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 36 °C selama 24 jam.

3.5.6 Karakterisasi BACMC

3.5.6.1 Karakterisasi Gugus Fungsi menggunakan FTIR

Sampel serbuk batang jagung, ekstrak selulosa, karboksimetil selulosa dan BACMC yang terbentuk dikarakterisasi gugus fungsinya dengan menggunakan instrumen FTIR. Sampel tersebut digerus dengan padatan KBr menggunakan mortar agate. Selanjutnya campuran tersebut diletakkan pada preparat dan dipress menjadi pellet. Selanjutnya pellet diletakkan pada sample holder dan dilakukan karakterisasi gugus fungsinya.

Tabel 3.1 Data Karakterisasi FTIR

| Tahapan | Spektra IR |
|-----------------------------------|------------|
| Serbuk batang jagung (A) | IR A |
| Selulosa <i>delignifikasi</i> (B) | IR B |
| Selulosa <i>bleaching</i> (C) | IR C |
| Selulosa hidrolisis (D) | IR D |
| Karboksimetil selulosa (E) | IR E |
| BACMC 3% (F) | IR F |
| BACMC 5% (G) | IR G |
| BACMC 10% (H) | IR F |

3.5.6.2 Uji Swelling BACMC

Sebanyak ± 40 mg BACMC direndam dalam 10 mL aquademin. BACMC ditimbang dengan variasi waktu perendaman, antara lain pada jam ke-3, 5, 8, 24, 29, dan 31. Perhitungan uji *swelling* dilakukan secara gravimetri berdasarkan persamaan 2.5.

Table 3.2 Daya *swelling* BACMC variasi konsentrasi *Crosslink* BaCl₂ 3, 5, dan 10%.

| Variasi Konsentrasi <i>Crosslink</i> | Variasi waktu uji <i>swelling</i> | | | | | |
|--------------------------------------|-----------------------------------|------|------|-------|-------|-------|
| | T3 | T5 | T8 | T24 | T29 | T31 |
| 3% (A) | T3Aa | T5Aa | T8Aa | T24Aa | T29Aa | T31Aa |
| | T3Ab | T5Ab | T8Ab | T24Ab | T29Ab | T31Ab |
| | T3Ac | T5Ac | T8Ac | T24Ac | T29Ac | T31Ac |
| 5% (B) | T3Ba | T5Ba | T8Ba | T24Ba | T29Ba | T31Ba |
| | T3Bb | T5Bb | T8Bb | T24Bb | T29Bb | T31Bb |
| | T3Bc | T5Bc | T8Bc | T24Bc | T29Bc | T31Bc |
| 10% (C) | T3Ca | T5Ca | T8Ca | T24Ca | T29Ca | T31Ca |
| | T3Cb | T5Cb | T8Cb | T24Cb | T29Cb | T31Cb |
| | T3Cc | T5Cc | T8Cc | T24Cc | T29Cc | T31Cc |

Keterangan : (T) waktu; (a) pengulangan pertama; (b) pengulangan kedua; (c) pengulangan ketiga

3.5.6.3 Karakterisasi Kekuatan Mekanik BACMC

Uji kekuatan mekanik dilakukan dengan alat digital penetrometer. Pengukuran dilakukan dengan menggunakan jarum probe 3,5 mm. Diulangi pengukuran sampel sebanyak 3 kali.

3.5.6.4 Uji Aktivitas BACMC Terhadap *Methylene Blue*

Sebanyak ± 14 mg BACMC direndam dalam 12 mL *methylene blue*. Larutan *methylene blue* diukur absorbansinya pada hari ke- 5, 11, 15, 20, dan 22. Pengukuran absorbansi *methylene blue* menggunakan spektroskopi UV-Vis

dengan panjang gelombang 665 nm. Perhitungan kapasitas adsorpsi dari BACMC berdasarkan persamaan 2.6.

3.5.6.5 Karakterisasi Morfologi BACMC Menggunakan SEM-EDX

Analisis morfologi *beads* alginat-CMC menggunakan instrumen SEM-EDX. *Beads* alginat-CMC diletakkan pada *sample holder*, kemudian sampel dianalisis di bawah vakum (Ayuningtyas, 2012). Diambil gambar dengan perbesaran 40x dan 5000x agar pengamatan morfologi terlihat jelas. Karakterisasi ini dilakukan pada BACMC dengan konsentrasi *crosslink* BaCl₂ 5 dan 10%.

3.5.7 Analisis Data

1. Penentuan randemen selulosa dibandingkan dengan literatur.
2. Penentuan derajat substitusi pada karboksimetil selulosa dibandingkan dengan literatur.
3. Identifikasi gugus fungsi pada sampel serbuk batang jagung, selulosa *delignifikasi*, selulosa *bleaching*, selulosa hidrolisis, karboksimetil selulosa dan BACMC menggunakan instrumen FTIR dan dibandingkan dengan literatur.
4. Identifikasi daya *swelling* pada BACMC dengan cara gravimetri dan identifikasi diameter menggunakan mikroskop optik yang dibandingkan dengan literatur.
5. Identifikasi kekuatan mekanik BACMC menggunakan digital penetrometer yang dibandingkan dengan literatur.
6. Identifikasi bentuk permukaan BACMC menggunakan SEM-EDX dibandingkan dengan literatur.

7. Identifikasi absorbansi *methylene blue* menggunakan UV-Vis dan dibandingkan dengan literatur.



BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Beads alginat karboksimetil selulosa disintesis dari batang jagung yang di ekstrak melalui 3 tahapan, yaitu delignifikasi, *bleaching*, dan hidrolisis. Ekstrak selulosa di modifikasi menjadi karboksimetil selulosa melalui tahapan alkalisasi dan karboksimetilasi menggunakan NaOH dan monokloroasetat. *Beads* optimum didasarkan pada analisis daya *swelling* dan pengukuran diameter menggunakan mikroskop optik.

4.1 Pembuatan *Beads* Alginat-CMC

4.1.1 Preparasi Sampel

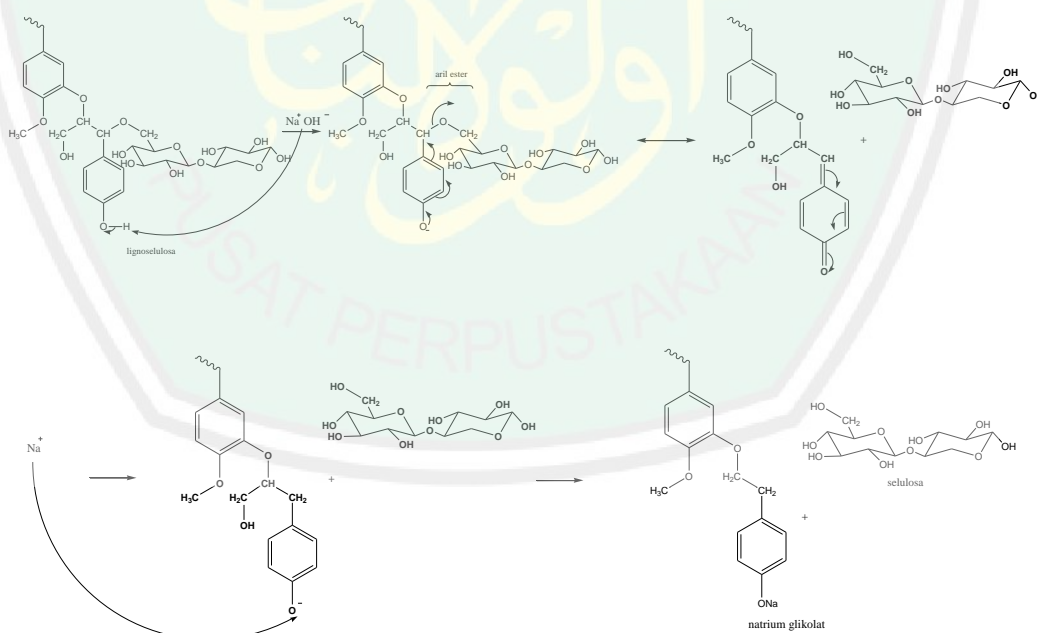
Batang jagung dikeringkan untuk mengurangi kadar air yang ditandai dengan warna menjadi lebih coklat dan selanjutnya melalui proses penggilingan. Sampel batang jagung yang digunakan memiliki ukuran serbuk ± 100 mesh. Ukuran ini sangat berpengaruh terhadap luas permukaan dari serbuk batang jagung tersebut. Semakin kecil ukuran partikel serbuk batang jagung, maka luas permukaan akan semakin besar, sehingga akan mempengaruhi proses pemecahan dinding sel (Noviantari dan Suhendra, 2017).



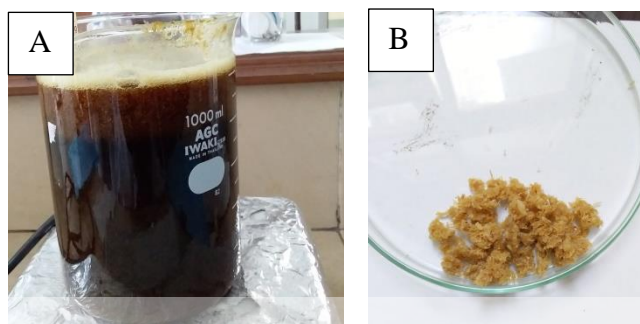
Gambar 4.1 Serbuk batang jagung setelah penggilingan dan pegayakan

4.1.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung

Ekstraksi selulosa dari batang jagung dilakukan dengan beberapa tahapan. Tahap pertama yaitu delignifikasi. Proses delignifikasi menggunakan larutan NaOH yang mengakibatkan larutnya senyawa lignin, sehingga menghasilkan larutan berwarna kecoklatan kehitaman (lindi hitam), sebagaimana Gambar 4.3 (a). Proses ini terjadi karena adanya ion OH^- yang berasal dari NaOH menyerang atom H pada gugus OH fenolik lignin, sehingga terjadi resonansi yang menyebabkan terputusnya ikatan lignin dari senyawa selulosa. Sedangkan ion Na^+ akan berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat yang bersifat mudah larut, hal ini ditandai dengan dihasilkannya larutan berwarna kecoklatan kehitaman (lindi hitam). Reaksi pemutusan senyawa lignin dengan selulosa ditunjukkan pada Gambar 4.2.

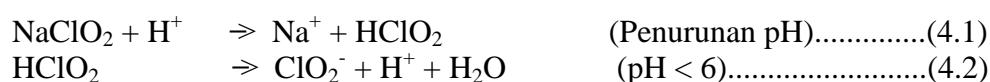


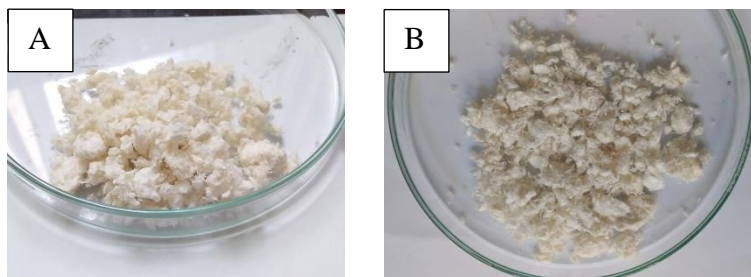
Gambar 4.2 Mekanisme reaksi pemutusan ikatan lignin dengan selulosa (Rosdiana, 2013)



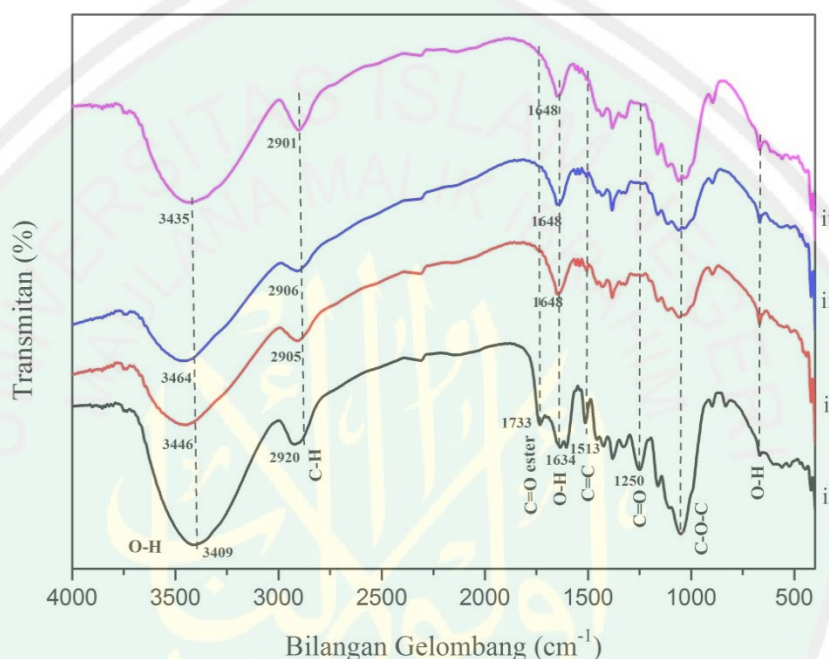
Gambar 4.3 (a) proses delignifikasi (b) selulosa hasil delignifikasi

Berdasarkan Gambar 4.3 (b), hasil ekstrak dari proses delignifikasi masih berwarna kecoklatan yang dimungkinkan masih ada sisa-sisa lignin di dalamnya, sehingga tahap selanjutnya dilakukan proses *bleaching*. Proses *bleaching* dilakukan untuk melarutkan sisa-sisa lignin, sehingga dihasilkan ekstrak selulosa yang lebih murni dan perubahan warna yang semakin putih, sebagaimana pada Gambar 4.4 (a). Persamaan 4.1 dan 4.2 menunjukkan reaksi NaClO_2 pada tahap *bleaching*. Penambahan asam berupa asam asetat glasial akan mengakibatkan terbentuknya ClO_2^- berupa gas hijau yang larut dalam air. Senyawa tersebut yang bertanggung jawab dalam proses pemutihan selulosa. Tahap selanjutnya adalah proses hidrolisis menggunakan HCl . Tujuan dari proses hidrolisis adalah untuk memecah struktur polisakarida menjadi struktur yang lebih sederhana, yaitu disakarida atau monosakarida. Selulosa hasil hidrolisis memiliki warna putih kekuningan (Suvachitanont dan Pookingdao, 2011), sebagaimana gambar 4.4 (b). Rendemen selulosa yang dihasilkan sebesar 30%, hasil ini hampir sama dengan penelitian Puspitasari (2017).





Gambar 4.4 Hasil ekstraksi selulosa (a) *bleaching* dan (b) hidrolisis



Gambar 4.5 Spektra IR (i) serbuk batang jagung, (ii) tahap *delignifikasi* (iii) tahap *bleaching*, dan (iv) tahap hidrolisis

Spektra IR pada Gambar 4.5 menunjukkan perbedaan pada setiap tahapan. Pada spektra IR (i) menunjukkan puncak yang menunjukkan gugus O-H pada panjang gelombang 3409 cm^{-1} dan C-H jenuh pada 2920 cm^{-1} . Puncak serapan juga muncul pada 1733 cm^{-1} dan 1250 cm^{-1} yang menunjukkan ikatan C=O ester dan C-O yang mengindikasikan senyawa hemiselulosa. Sedangkan bilangan gelombang 1634 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan adsorbed water pada serbuk batang jagung, *delignifikasi*, *bleaching* serta hidrolisis. Serapan 1513 cm^{-1}

menunjukkan adanya senyawa lignin. Dapat teramati bahwa tidak ada perbedaan yang signifikan pada perlakuan delignifikasi, bleaching, dan hidrolisis.

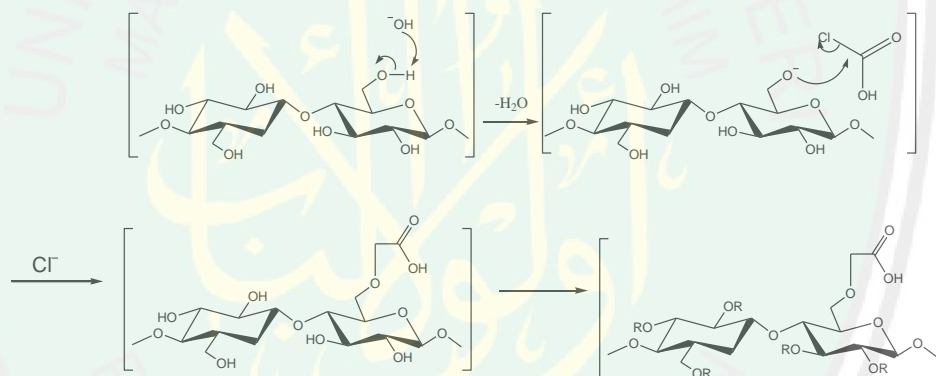
Senyawa selulosa ditandai dengan adanya serapan pada bilangan gelombang 889 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya ikatan β -glikosida pada selulosa. Hasil selulosa hidrolisis menunjukkan peningkatan intensitas pada bilangan gelombang 1431 cm^{-1} , yaitu gugus CH_2 . Hal ini menandakan adanya area kristalin yang terbentuk akibat selulosa yang terhidrolisis (Shanmugarajah dkk., 2015).

Tabel 4.1 Data bilangan gelombang (cm^{-1}) pada spektrum IR tahapan ekstraksi selulosa dari batang jagung (Rehman dkk., 2014)

| Serbuk Batang Jagung | Daerah Serapan (cm^{-1}) | | | Ikatan dan Gugus Fungsi |
|----------------------|-------------------------------------|------------------|------------|---|
| | <i>Delignifikasi</i> | <i>Bleaching</i> | Hidrolisis | |
| 3428 | 3426 | 3422 | 3419 | O-H <i>stretching</i> |
| 2929 | 2925 | 2913 | 2906 | CH_2 <i>stretching</i> |
| 1733 | - | - | - | C=O <i>stretching</i> (keton) |
| 1633 | 1629 | 1622 | 1612 | Absorbed water |
| 1513 | - | - | - | C=C <i>stretching</i> (cincin aromatik) |
| 1427 | 1427 | 1427 | 1439 | CH_2 <i>deformasi</i> |
| 1377 | 1383 | 1383 | 1383 | CH_2 <i>bending</i> |
| 1250 | - | - | - | C-O-C <i>stretching</i> (eter) |
| 1050 | 1059 | 1056 | 1060 | C-O <i>symetri stretching</i> (alkohol primer) |
| 832 | 896 | 896 | 896 | β -glikosida |
| - | 668 | 668 | 667 | O-H <i>out of plane</i> |

4.1.3 Komposisi Terbaik Selulosa:Monokloroasetat dalam Pembuatan Karboksimetil Selulosa (CMC).

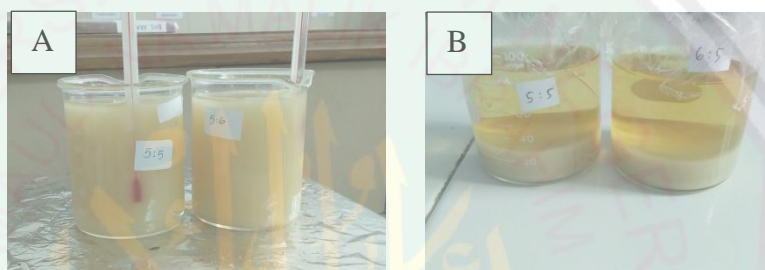
Karboksimetil selulosa (CMC) dibuat dari selulosa hasil ekstraksi batang jagung. CMC dibuat berdasarkan reaksi esterifikasi, yaitu mengganti atom hidrogen pada struktur selulosa C-2, C-3, dan C-6 dengan gugus alkil. Tahapan reaksinya adalah penghilangan atom hidrogen dengan cara menambahkan NaOH agar terbentuk alkali selulosa. Selanjutnya alkali selulosa direaksikan dengan natrium monokloroasetat sebagai agen pengganti, sebagaimana reaksi pada Gambar 4.6.



Gambar 4.6 Mekanisme reaksi pembentukan CMC (Adeyanju dkk., 2016).

Pembuatan CMC pada penelitian ini menggunakan perbandingan selulosa:monokloroasetat sebesar 5:5 dan 6:5, seperti pada Gambar 4.7. Perbandingan komposisi ini digunakan untuk mengetahui nilai tertinggi derajat substitusi (DS) dari CMC. Nilai DS dijadikan ukuran kemurnian dari CMC yang terbentuk. Jumlah Na-monokloroasetat yang digunakan berpengaruh terhadap substitusi dari unit anhidroglukosa pada selulosa. Semakin banyak jumlah Na-monokloroasetat yang digunakan, akan menurunkan nilai DS. Hal ini terjadi

akibat banyaknya produk samping yang terbentuk, yaitu natrium klorida (NaCl) dan natrium glikolat ($\text{HOCH}_2\text{COONa}$), sehingga akan menurunkan nilai DS. Hasil penelitian yang dilakukan menunjukkan nilai DS tinggi dengan komposisi terbaik 5:5, yaitu sebesar 0,726 sebagaimana pada Tabel 4.2. Hasil penelitian ini hampir sebanding dengan penelitian yang telah dilakukan Haleem, dkk (2014) yaitu menggunakan komposisi selulosa:Na-monokloroasetat 5:5 menghasilkan nilai DS 0,874.



Gambar 4.7 (a) proses pembuatan CMC dan (b) perendaman CMC dengan metanol

Tabel 4.2 Penentuan Derajat Substitusi dengan komposisi terbaik

| Perbandingan komposisi | Volume titrasi (mL) | Rata-rata volume titrasi (mL) | Derajat substitusi (DS) | DS Standar |
|------------------------|---------------------|-------------------------------|-------------------------|------------|
| 5:5 | 6,57 | 7,39 | 0,726 | 0,4 – 0,8 |
| | 6,3 | | | |
| | 9,29 | | | |
| 6:5 | 6,65 | 6,57 | 0,6041 | |
| | 6,57 | | | |
| | 6,49 | | | |

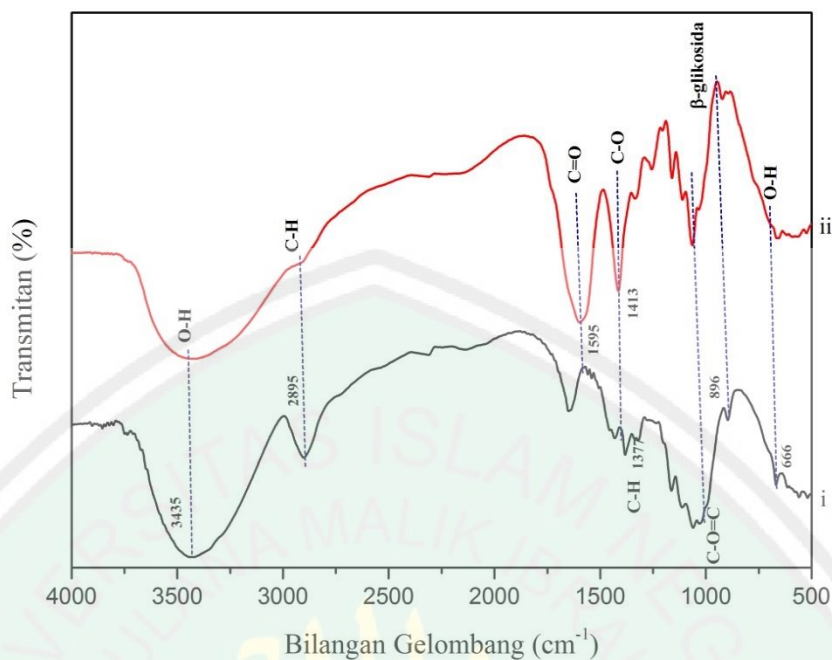
Secara fisik tidak menunjukkan adanya perbedaan pada kedua variasi perlakuan, yang membedakan adalah hasil akhir dari perhitungan nilai DSnya. Nilai DS menunjukkan tingkat kemurnian CMC hasil modifikasi dari selulosa batang jagung. Semakin tinggi nilai DS, maka kemurnian CMC juga akan

semakin tinggi. Menurut Lestari, dkk. (2013) rentang nilai derajat substitusi pada CMC komersial adalah 0,4-0,8. Bentuk fisik dari CMC mirip dengan selulosa, yaitu memiliki warna putih kekuningan seperti pada Gambar 4.8 (a) dan (b).



Gambar 4.8 Bentuk fisik (a) selulosa, dan (a) CMC

Karakterisasi FTIR pada selulosa dan CMC juga dilakukan untuk mengetahui adanya perbedaan serapan pada keduanya. Gambar 4.9 menunjukkan serapan IR senyawa selulosa dan CMC. Keduanya memiliki serapan pada panjang gelombang 3435 cm^{-1} dan 3436 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus O-H. Namun keduanya memiliki perbedaan intensitas serapan O-H. Pada selulosa serapan O-H lebih tajam dibandingkan dengan CMC, hal ini dikarenakan OH pada selulosa telah berkurang karena telah tergantikan oleh gugus CH_2COO . Pada spektra IR (ii) terdapat serapan dengan intensitas tinggi pada bilangan gelombang 1595 cm^{-1} dan 1413 cm^{-1} yang menunjukkan adanya peregangan *asymetris* dan *symetris* pada gugus karboksil (COO). Kedua bilangan gelombang tersebut telah menandakan adanya gugus karboksimetil, sehingga dapat disimpulkan bahwa senyawa CMC telah terbentuk. Adanya serapan 1063 cm^{-1} menandakan ikatan C-O-C pada CMC (Safitri, dkk 2017).



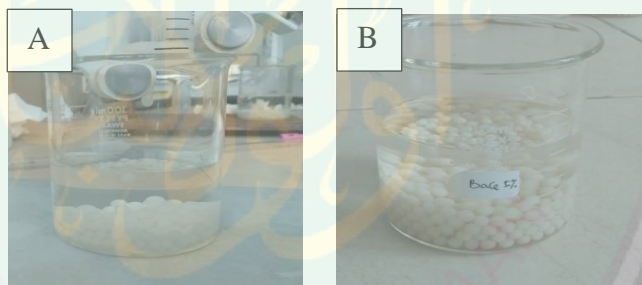
Gambar 4.9 Spektra IR senyawa (i) selulosa dan (ii) CMC

Tabel 4.3 Data bilangan gelombang (cm^{-1}) pada spektrum IR pembuatan CMC (El-Sakhawy dkk., 2017).

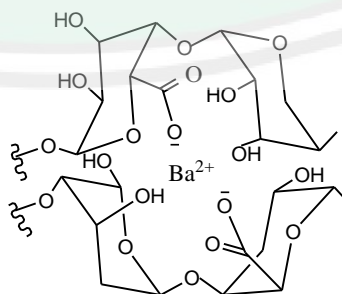
| Daerah Serapan (cm^{-1}) | | |
|-------------------------------------|------------------------------|---|
| Selulosa | Karboksimetil Selulosa (CMC) | Ikatan dan Gugus Fungsi |
| 3435 | 3465 | O-H <i>stretching</i> |
| 2895 | 2919 | C-H <i>stretching</i> |
| 1644 | - | O-H <i>bending</i> |
| - | 1595 | C=O <i>bending</i> |
| - | 1413 | COO anti- <i>symetri</i> dan <i>symetri</i> |
| 1377 | 1388 | C-H <i>bending</i> |
| 1024 | 1060 | C-O-C <i>stretching</i> |
| 896 | 883 | β -glikosida |
| 666 | 665 | O-H <i>out of plane</i> |

4.1.4 Pengaruh Variasi Konsentrasi *Crosslink* BaCl₂ pada Pembuatan *Beads* Alginat-CMC

Beads alginat-CMC dibuat dengan menggunakan teknik *dropping* (tetesan) menggunakan metode gelas ionik pada larutan *crosslink* BaCl₂ dengan variasi konsentrasi. Metode gelas ionik merupakan kompleksasi antara ion divalen yang bermuatan positif dari *crosslink* barium dengan gugus karboksil yang bermuatan negatif dari natrium alginat, sehingga dihasilkan *beads* yang kaku (Mardliyati, 2012). Tujuan dari pendiaman *beads* pada larutan *crosslink* adalah untuk memaksimalkan ikat silang antara barium klorida dan alginat. *Beads* yang dihasilkan memiliki warna putih setelah proses *dropping*. Teknik *dropping* dan pendiaman *beads* pada larutan *crosslink* barium klorida ditunjukkan pada Gambar 4.10. Reaksi pembentukan *beads* alginat-CMC ditunjukkan pada Gambar 4.11.



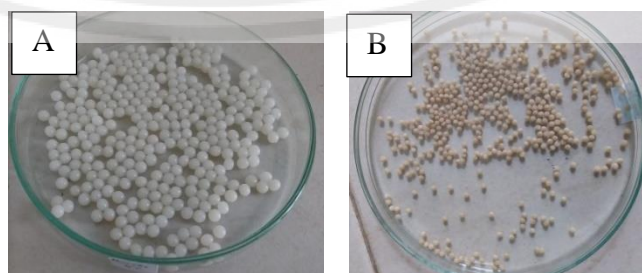
Gambar 4.10 (a) Proses Pembentukan *beads* dengan teknik *dropping*, (b) Perendaman *beads* dalam larutan *crosslink* barium klorida



Gambar 4.11 Reaksi pembentukan *beads* alginat-CMC menggunakan *crosslink* Ba²⁺ (Trevisol, dkk 2018)

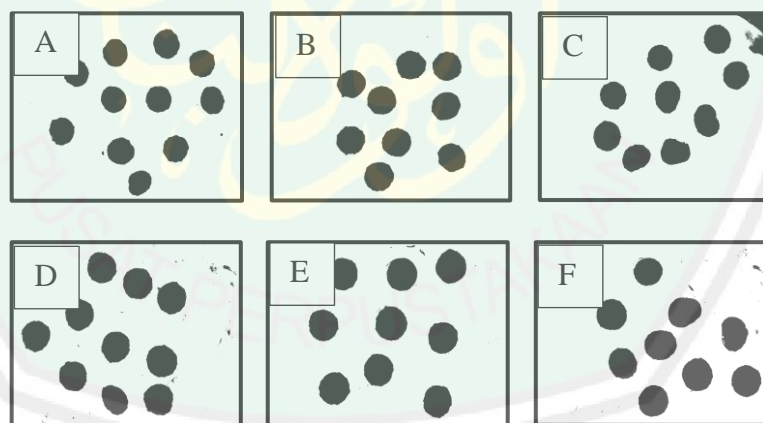
Berdasarkan Gambar 4.11 Ikatan silang terjadi pada kation divalen yang ada pada *crosslink* (Ba^{2+}) berikatan secara ionik dengan gugus COO^- yang berasal dari blok residu asam gluronat (natrium alginat) yang membentuk jaringan tiga dimensi yang disebut dengan model “*egg box*” (Bajpai and Sharma, 2004). Joudra (2013) juga mengemukakan bahwa alginat dapat membentuk gel apabila direaksikan dengan kation divalen, sehingga terbentuk ikatan silang kompleks khelat antara ion-ion divalen dengan anion karboksilat dari blok G-G. Interaksi tersebut terjadi pada inter dan intra molekul. Selain interaksi antara gugus COO^- dari alginat, gugus OH dari polimer juga ikut berikatan. Sedangkan CMC pada pembentukan *beads* hanya sebagai matrik yang berfungsi untuk meningkatkan daya *swelling* dari *beads*. Peningkatan daya *swelling* pada *beads* terjadi karena adanya interaksi elektrostatis antara gugus COO^- yang terkandung dalam CMC.

Beads yang dihasilkan pada proses akhir memiliki warna kecoklatan akibat proses pengeringan menggunakan oven pada suhu $33\text{ }^\circ\text{C}$. Hal ini bertujuan untuk menghilangkan kadar air yang terkandung dalam *beads*, sehingga *beads* dapat digunakan dalam pengaplikasian sebagai penambatan pupuk, pengolahan air, kromatografi pertukaran ion logam (Gericke dkk., 2013). Gambar 4.12 menunjukkan bentuk fisik *beads* basah dan kering.

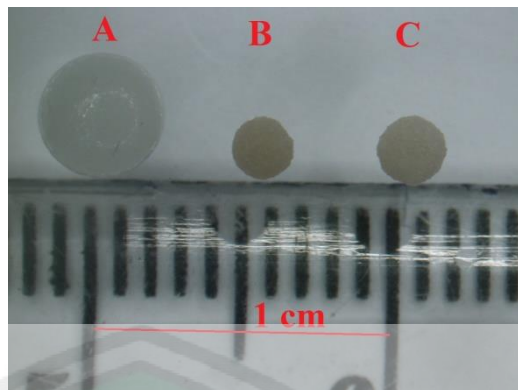


Gambar 4.12 Bentuk fisik *beads* (a) basah (b) kering

Beads memiliki bentuk yang berbeda-beda berdasarkan konsentrasi *crosslink* yang digunakan. Pada Gambar 4.13 menunjukkan perbedaan bentuk *beads* menggunakan mikroskop optik yang diolah dengan *software image-J*. *Beads* dengan konsentrasi *crosslink* 3% memiliki bentuk bulat, namun memiliki permukaan yang bergerigi. Sedangkan *beads* dengan konsentrasi *crosslink* 5% diperoleh bentuk yang bulat dan permukaan yang relatif halus. Berbeda dengan bentuk *beads* pada konsentrasi *crosslink* 10% memiliki bentuk yang relatif tidak beraturan. Penelitian Mohapatra, dkk. (2016) juga menyatakan, bentuk *beads* pada konsentrasi *crosslink* 10% memiliki bentuk yang relatif tidak bulat dan lebih kaku. Hal ini disebabkan karena meningkatnya konsentrasi *crosslink* pada polimer, sehingga mengakibatkan semakin banyak reaksi ikat silang yang terjadi dalam *beads*, dan menghasilkan bentuk *beads* yang tidak beraturan.



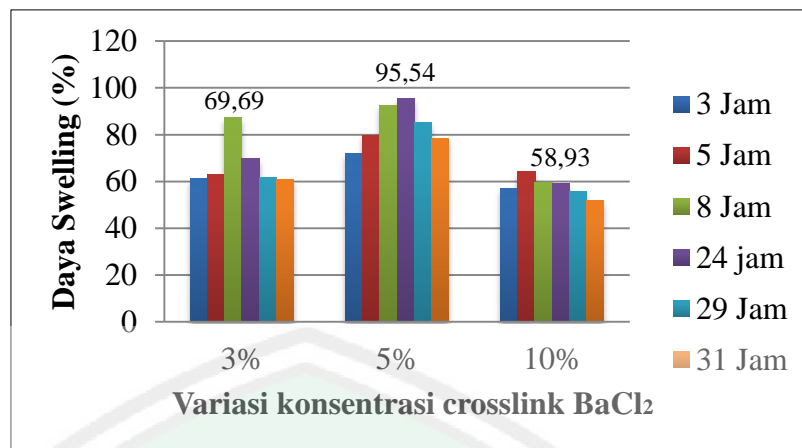
Gambar 4.13 Bentuk fisik *beads* menggunakan mikroskop optik perbesaran $0,7 \times 10$ kali (a) 3% kering (b) 5% kering dan (c) 10% kering (d) 3% basah (e) 5% basah (f) 10% basah.



Gambar 4.14 Perbedaan diameter *beads* dalam kondisi (A) basah, (B) kering, dan (C) *swelling*.

Gambar 4.14 menunjukkan perbedaan besarnya *beads* kering dan setelah perendaman. Ukuran rata-rata diameter *beads* kering yaitu 0,225 cm dengan rata-rata luas area 0,04 cm. Sedangkan pada *beads* basah, ukuran rata-rata diameternya 0,465 cm dengan rata-rata luas area 0,170 cm. Pada *beads* setelah *swelling* memiliki rata-rata diameter 0,256 cm dan rata-rata luas area 0,052 cm. Hasil tersebut sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Ramdhan, dkk. (2019).

Penentuan konsentrasi *crosslink* terbaik dari *beads* alginat-CMC didasarkan pada nilai *swelling* dan diameter *beads*. Proses *swelling* dilakukan dengan menggunakan metode gravimetri, dengan variasi waktu perendaman 3, 5, 8, 24, 29, dan 31 jam. Diameter *beads* dianalisis menggunakan mikroskop optik dan diolah menggunakan *software image-J*. Berikut ini ditampilkan grafik nilai daya *swelling* dan diameter *beads*.

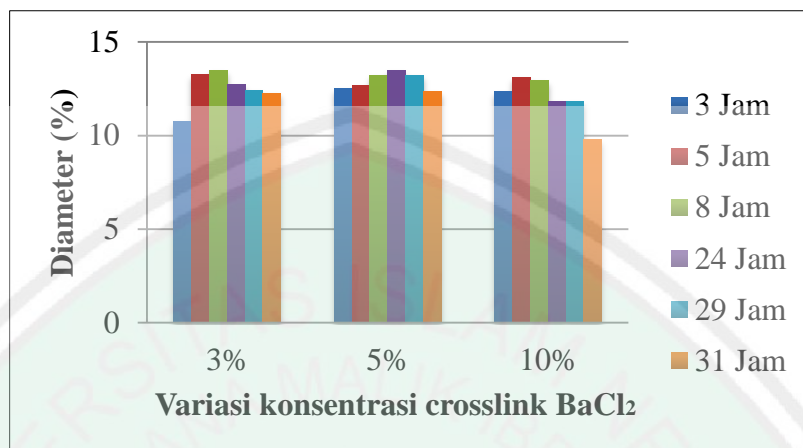


Gambar 4.15 Grafik hasil analisis daya *swelling*

Berdasarkan Gambar 4.15, nilai daya *swelling* tertinggi diperoleh pada *beads* alginat-CMC dengan konsentrasi BaCl₂ 5%, yaitu sebesar 97,54% dengan lama perendaman 24 jam. Bajpai dan Sharma (2004) mengatakan bahwa, *swelling* terjadi karena adanya gugus COO⁻ bermuatan negatif mengalami tolakan elektrostatis antar gugus tersebut, sehingga menyebabkan relaksasi dan meningkatkan pembengkakan *beads*. Dalam penelitian ini, gugus COO⁻ berasal dari CMC. Gugus COO⁻ yang berasal dari alginat telah digunakan untuk berikatan dengan muatan dari *crosslink*, sehingga jika pembuatan *beads* tidak ditambahkan CMC, maka nilai *swelling* yang dihasilkan kemungkinan rendah. Dapat disimpulkan bahwa, penambahan CMC berfungsi sebagai penambah pori pada *beads*.

Hasil *swelling* optimum pada penelitian ini sebanding dengan penelitian Morshed, dkk. (2012), bahwa konsentrasi terbaik *beads* ditunjukkan oleh nilai *swelling* tertinggi pada konsentrasi *crosslink* 5%. Hal ini dimungkinkan terjadi karena adanya ikat silang yang optimum pada *beads*, sehingga daya adsorpsi

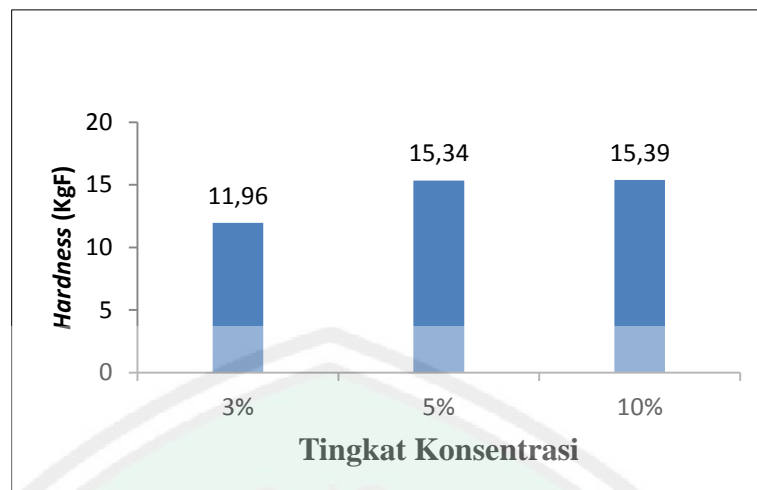
beads juga optimum pada jam tersebut. Hasil *swelling* ini juga didukung oleh data perbesaran diameter *beads*, sebagaimana pada Gambar 4.16.



Gambar 4.16 Grafik Hasil Analisis Diameter *Beads*

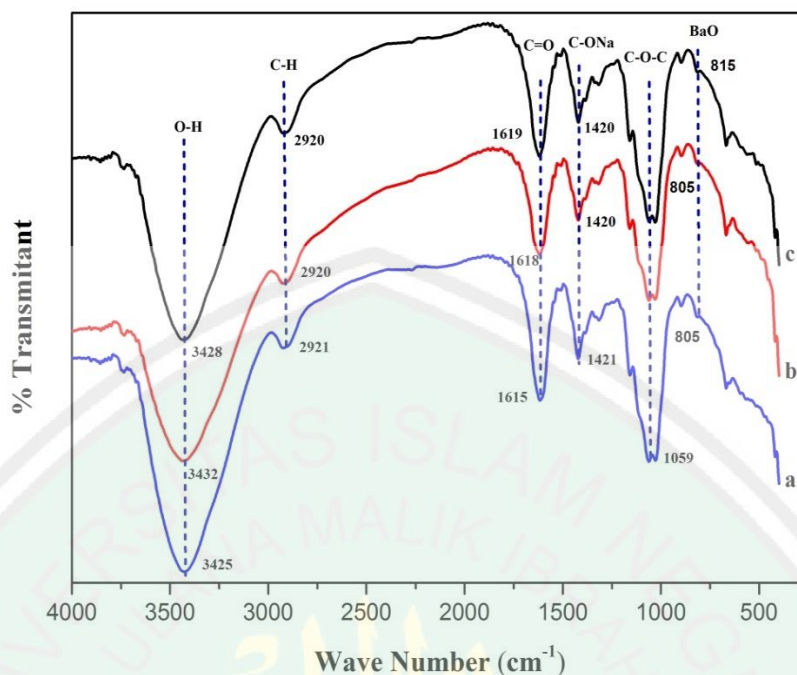
Berdasarkan Gambar 4.16 nilai dari pertambahan besarnya diameter *beads*, menunjukkan hasil yang linier dengan nilai *swelling*-nya. Nilai persen diameter *beads* dengan konsentrasi *crosslink* 5% meningkat dari lama perendaman 3 jam sampai 24 jam, yaitu sebesar 13,65%. Hal ini terjadi karena, semakin besar nilai *swelling*, maka akan mempengaruhi pembengkakan diameter dari *beads* tersebut.

Rendahnya nilai *swelling* pada konsentrasi *crosslink* 10% dimungkinkan karena adanya ikatan silang antara *crosslink* dan alginat yang meningkat dalam *beads*. Semakin tinggi konsentrasi *crosslink*, maka tingkat kekerasan dari *beads* juga akan meningkat. Sehingga daya *adsorpsi* dari *beads* tersebut juga akan rendah. Pernyataan ini didukung dengan data kekuatan kuat tekan (*hardness*) yang ditunjukkan pada Gambar 4.17.



Gambar 4.17 Grafik tingkat kekerasan *beads* dengan variasi konsentrasi *crosslink*

Berdasarkan Gambar 4.17, grafik tingkat kekerasan *beads* menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi *crosslink* yang digunakan, *beads* yang dihasilkan akan semakin keras. Rajmohan dan Bellmer (2019) menyatakan bahwa tingkat kekerasan *beads* meningkat konsentrasi *crosslink* 2% dan 5%. Hal ini sangat berpengaruh terhadap daya *swelling* pada *beads*, semakin tinggi nilai kekerasannya, maka nilai daya *swelling* juga akan semakin rendah. Pengaruh ini terjadi karena semakin banyak reaksi ikat silang yang terjadi dalam *beads* antara alginat dan *crosslink*, sehingga dihasilkan *beads* yang kaku dan keras dan mengakibatkan menurunnya daya *adsorpsi* dari *beads* tersebut.



Gambar 4.18 Spektra IR (a) BA-CMC 3%, (b) BA-CMC 5%, dan (c) BA-CMC 10%

Tabel 4.4 Data bilangan gelombang (cm^{-1}) pada *beads* alginat-CMC Daerah Serapan (cm^{-1})

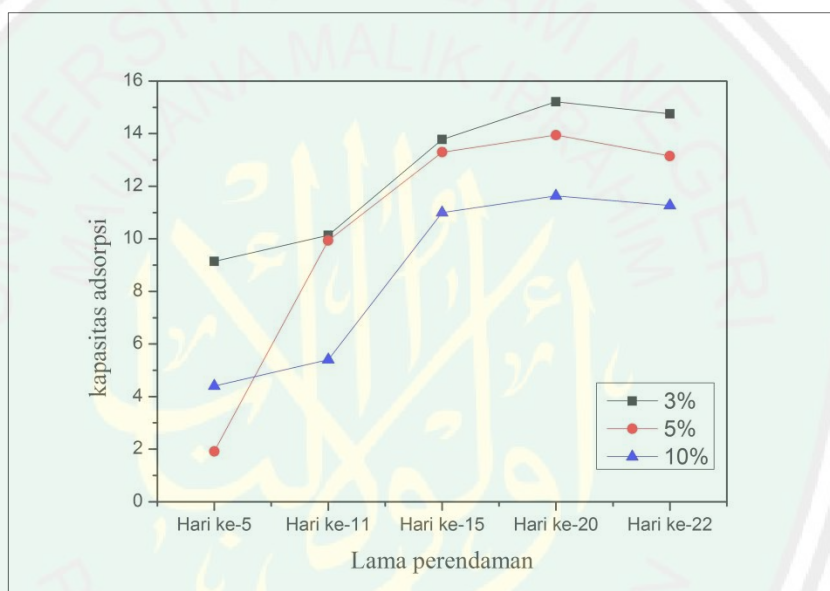
| BA-CMC 3% | BA-CMC 5% | BA-CMC 10% | Ikatan dan Gugus Fungsi |
|-----------|-----------|------------|-------------------------|
| 3425 | 3432 | 3428 | O-H <i>stretching</i> |
| 2920 | 2920 | 2921 | C-H <i>stretching</i> |
| 1619 | 1618 | 1615 | C=O <i>stretching</i> |
| 1420 | 1420 | 1421 | C-ONa <i>stretching</i> |
| 1055 | 1056 | 1059 | C-O-C <i>stretching</i> |
| 815 | 805 | 805 | Ba-O |

Berdasarkan Gambar 4.18 bilangan gelombang pada *beads* alginat-CMC ditampilkan pada Tabel 4.4 menjelaskan bahwa interaksi antara alginat-barium klorida (Ba-O) ditunjukkan pada 805 cm^{-1} . Intensitas dari serapan tersebut semakin tajam seiring dengan tingginya konsentrasi dari BaCl_2 meskipun tidak

terlalu signifikan perbedaannya. Sedangkan serapan yang muncul pada 1619 cm^{-1} , 1420 cm^{-1} dan 1059 cm^{-1} berurut-turut adalah gugus C=O, C-ONa, dan C-O-C mengindikasikan adanya sodium alginat.

4.2 Uji Aktivitas *Beads* Alginat-CMC Terhadap Adsorpsi *Methylene Blue*

Hasil BACMC diujikan aktivitas adsorpsinya terhadap penurunan konsentrasi *methylene blue*. Gambar 4.19 menunjukkan grafik kapasitas *adsorpsi* BACMC terhadap *methylene blue*.



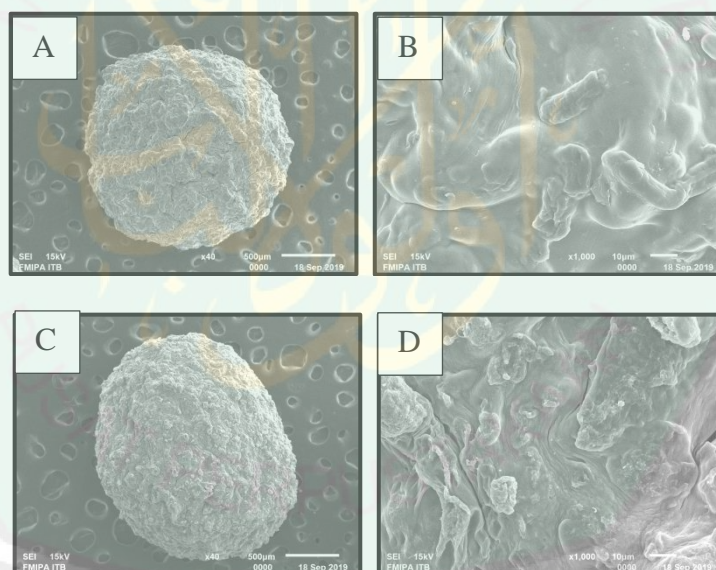
Gambar 4.19 Grafik kapasitas *adsorpsi beads* terhadap *methylene blue*

Berdasarkan gambar 4.19, *beads* dengan konsentrasi *crosslink* 3% memiliki tingkat adsorpsi yang tinggi bila dibandingkan dengan 5 dan 10%. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi tingkat konsentrasi dari *crosslink*, maka daya adsorpsinya akan semakin turun. Turunnya *adsorpsi* dari *beads* disebabkan karena banyaknya ikat silang antara *crosslink* dengan alginat (Ayuningtyas, 2012). *Beads* mempunyai waktu kontak optimum. Waktu kontak optimum merupakan waktu saat penyerapan *adsorbat* ke permukaan *adsorben* terjadi secara

maksimum. Hal ini ditunjukkan dengan konstannya nilai konsentrasi yang diserap (Arifin dkk., 2012).

BACMC dengan konsentrasi 3, 5, dan 10% menunjukkan penyerapan maksimum pada hari ke 15. Sedangkan pada hari ke 20 menunjukkan penyerapan yang lambat. Hal ini terjadi karena adanya proses difusi *methylene blue* ke pori-pori yang mencapai keseimbangan (Peretz dkk., 2015). Sedangkan pada hari ke-22, *beads* mengalami penyerapan yang lemah, yang ditandai dengan turunnya kapasitas adsorpsi dari hari ke-20. Pada fase ini dimungkinkan terjadi karena gugus karboksil yang berasal dari alginat telah mengalami kejenuhan (Peretz dkk., 2015).

4.3 Analisis SEM-EDX *Beads* Alginat-CMC



Gambar 4.20 Hasil karakterisasi SEM (a) BA-CMC 5% perbesaran 40x, (b) BA-CMC 5% pebesaran 1000x, (c) BA-CMC 10% perbesaran 40x, dan (d) BA-CMC 10% perbesaran 1000x

Gambar 4.20 menunjukkan morfologi dari BACMC 5% dan 10% menggunakan karakterisasi SEM. Berdasarkan gambar tersebut, BACMC dengan

konsentrasi *crosslink* 5% memiliki morfologi halus yang membentuk seperti rongga dan berbentuk bulat yang juga didukung oleh data analisis *image-J*. Sedangkan BACMC dengan konsentrasi *crosslink* 10% memiliki morfologi yang kasar dan tidak rata serta bentuk yang tidak bulat yang didukung dengan hasil analisis *image-J*. Dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi konsentrasi *crosslink* yang digunakan akan mempengaruhi hasil permukaan *beads*. Naiknya konsentrasi *crosslink* menyebabkan permukaan *beads* yang semakin kasar dan tidak rata (Halдар dan Chakraborty, 2018).

Tabel 4.5 Persen berat masing-masing unsur dari *beads* alginat- CMC dengan konsentrasi *crosslink* 5 dan 10%.

| Sampel | Berat masing-masing unsur (%) | | | | |
|-----------|-------------------------------|-------|------|------|------|
| | C | O | Na | Cl | Ba |
| BACMC 5% | 50,08 | 42,18 | 0,63 | 2,63 | 4,43 |
| BACMC 10% | 51,57 | 38,58 | | 4,73 | 5,12 |

Berdasarkan tabel 4.5 menunjukkan bahwa BACMC 5% mengandung unsur-unsur diantaranya C, O, Na, Cl, dan Ba. Sedangkan BACMC 10% mengandung unsur-unsur C, O, Cl, dan Ba. BACMC 10% mempunyai presentase Ba yang lebih tinggi sesuai dengan konsentrasi yang terkandung di dalam *beads*. Naiknya persentase dari Ba menyebabkan morfologi *beads* semakin halus karena rongga yang terbentuk semakin sedikit yang disebabkan oleh meningkatnya interaksi yang terjadi antara alginat dan *crosslink* Ba (Halдар dan Chakraborty, 2018). Sabino, dkk (2018) juga mengatakan bahwa semakin tinggi konsentrasi *crosslink* akan mempengaruhi bentuk dari partikel tersebut, yaitu tingkat aglomerasi yang semakin berkurang.

4.4 Manfaat Batang Jagung dalam Prespektif Islam dan Sains

Allah SWT menciptakan segala sesuatu di muka bumi ini dengan berbagai macam manfaat. Salah satu ciptakaan Allah SWT terdapat dalam Q.S Thaha ayat 53 :

الَّذِي جَعَلَ لَكُمُ الْأَرْضَ مَهْدًا وَسَلَكَ لَكُمْ فِيهَا سُبُلًا وَأَنْزَلَ مِنَ السَّمَاءِ مَاءً
فَأَخْرَجْنَا بِهِ أَزْوَاجًا مِنْ نَبَاتٍ شَتَّىٰ

Artinya : *“(Tuhan) yang telah menjadikan bagimu bumi sebagai hamparan, dan yang telah menjadikan bagimu di bumi itu jalan-jalan, dan menurunkan dari langit air hujan. Maka kami tumbuhkan dengan air hujan itu berjenis-jenis dari tumbuh-tumbuhan yang bermacam-macam”*.

Adapun ayat tersebut diperjelas pada Q.S Yasin ayat 35 :

لِيَأْكُلُوا مِنْ ثَمَرِهِ وَمَا عَمِلَتْهُ أَيْدِيهِمْ أَفَلَا يَشْكُرُونَ

Artinya : *“supaya mereka dapat makan dari buahnya, dan dari apa yang diusahakan oleh tangan mereka. Maka mengapa mereka tidak bersyukur ?”*.

Allah SWT menciptakan berbagai macam tumbuh-tumbuhan dengan disertai manfaat dan tujuannya. Jauhari (1350 H) menafsirkan Q.S Thaha ayat 53 sebagai tanda keajaiban pada tumbuh-tumbuhan, yaitu yang diumpamakan seperti tambang. Berawal dari pupuk, kemudian sesuatu yang kecil dan tumbuh menjadi hijau yang disebabkan karena datangnya hujan meskipun rintik-rintik serta matahari yang menyinarinya. Dari situlah tumbuh berbagai macam tanaman yang memiliki kandungan dan manfaat yang berbeda-beda. Hal ini menunjukkan adanya kandungan yang bermanfaat dalam tumbuhan tersebut. Batang jagung adalah salah satu hasil samping dari tanaman jagung yang merupakan ciptaan Allah SWT. Batang jagung ini yang tergolong limbah padat pertanian yang dapat

mencemari lingkungan sekitar. Bagi seseorang yang berilmu, maka hendaknya dapat mengatasi permasalahan lingkungan tersebut dengan memanfaatkan limbah padat tersebut.

Harjono, dkk. (2010) dalam tafsir ilmi menjelaskan kandungan Q.S Yasin ayat 35, bahwa manusia dianjurkan untuk mengolah, memanfaatkan tumbuhan yang telah diciptakan oleh Allah di muka bumi ini. Manusia diperbolehkan memodifikasi hasil alam tersebut sesuai kegunaannya. Hal ini dijelaskan pada penggalan ayat yang artinya “*dan dari apa yang diusahakan oleh tangan mereka (manusia)*”. Arti ayat tersebut jika ditafsirkan berarti “*dari apa yang mereka olah atau modifikasi*”. Sehingga jika hasil alam tersebut berupa senyawa kompleks, maka manusia diizinkan untuk mengolah atau memodifikasinya menjadi produk yang dapat memberikan kemaslahatan manusia dan lingkungannya.

Berdasarkan penjelasan sebelumnya, batang jagung mengandung 40,86% senyawa selulosa yang berpotensi untuk dijadikan CMC dan selanjutnya digunakan dalam pembuatan *beads* alginat-CMC. *Beads* alginat-CMC dapat dimanfaatkan dalam penyerapan zat warna, seperti *methylene blue* yang biasanya ditemui dalam limbah industri tekstil. Pemanfaatan tersebut termasuk dalam kegiatan memperbaiki sesuatu menjadi lebih baik. Dalam islam, seorang muslim diwajibkan untuk memelihara dan menjaga lingkungannya dari pencemaran, baik pencemaran udara, tanah, maupun air. Dalam hal ini dijelaskan dalam sebuah hadits :

إِنَّمَا بُعِثْتُ لِأَتَمِّمَ مَكَارِمَ الْأَخْلَاقِ

Artinya : “*sesungguhnya aku diutus tidak lain untuk menyempurnakan akhlak yang mulia*”. (H.R. Hakim)

Hadits diatas menerangkan bahwa, sesungguhnya seluruh muslim di muka bumi ini diharuskan memiliki akhlak yang mulia. Adapun akhlak yang mulia disini berupa hubungan manusia dengan Allah, manusia dengan manusia lain, serta manusia dengan alam sekitar untuk melestarikan lingkungan.



BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah diuraikan dalam pembahasan, dapat disimpulkan sebagai berikut.

1. Berdasarkan analisis FTIR, setiap tahapan memiliki perubahan pada spektra yang menunjukkan penghilangan atau penambahan gugus fungsi pada setiap tahapan. Pada tahapan ekstraksi, bilangan gelombang yang hilang antara lain 1733 cm^{-1} , 1513 cm^{-1} , 1250 cm^{-1} yang mengindikasikan adanya senyawa hemiselulosa dan lignin telah hilang. Pada modifikasi karboksimetil selulosa, terdapat serapan 1413 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus C-ONa. Sedangkan pada tahap BA-CMC terdapat interaksi antara Ba-O pada panjang gelombang 815 cm^{-1} .
2. Variasi konsentrasi *crosslink* BaCl_2 berpengaruh pada bentuk fisik *beads*, kemampuan *swelling*, dan kekuatan mekanik. Semakin tinggi konsentrasi *crosslink* yang digunakan, *beads* yang dihasilkan semakin keras. Hal ini menyebabkan menurunkan nilai daya *swelling*. Namun *swelling* tertinggi terdapat pada konsentrasi 5%, yaitu sebesar 95,54%. Serta nilai kekuatan *beads* tertinggi yaitu pada konsentrasi 5%, dan sebesar 15,39%.
3. kemampuan adsorpsi BACMC terhadap *methylene blue* tertinggi ditunjukkan oleh *beads* dengan konsentrasi 3%, dengan besar kapasitas adsorpsi 14,75 mg/g.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan karakterisasi tingkat kemurnian CMC lebih lanjut, seperti pengukuran viskositas dan kelarutan.
2. Perlu diperhatikan lagi saat penimbangan *beads* setelah perendaman harus langsung dilakukan penimbangan karena dapat mempengaruhi hasil



DAFTAR PUSTAKA

- Adeyanju, O., Olademehin, O.P., Hussaini, Y., Nwanta, U.C., Adejoh, A.I., Plavec, J., 2016. Synthesis And Characterization Of Carboxymethyl Plectranthus Esculentus Starch. A Potential Disintegrant. *J. Pharm. Appl. Chem.* 2, 189–195.
- Agüero, L., Zaldivar-Silva, D., Peña, L., Dias, M.L., 2017. Alginate Microparticles As Oral Colon Drug Delivery Device: A Review. *Carbohydrate Polymers* 168, 32–43.
- Altunina, L.K., Tikhonova, L.D., Yarmukhametova, E.G., 2016. Method For Deriving Carboxymethyl Cellulose. *Eurasian Chemico-Technological Journal* 3, 49.
- Ayuningtyas, F., 2012. Pembuatan Dan Karakterisasi Beads Hidrogel Dari Berbagai Polimer Sebagai Media Tanam. *Skripsi.* 70
- Azizah, N.W., Hidayah, C.N., Latifah, A.F., Yulianti, E., Khoiroh, L.M., 2018. Synthesis And Characterization Of Alginate-Cellulose Xanthate Beads From Corn Stalk With Porogen Variation. *International conference greentech* 4.
- Bajpai, S.K., Sharma, S., 2004. Investigation Of Swelling/Degradation Behaviour Of Alginate Beads Crosslinked With Ca²⁺ And Ba²⁺ Ions. *Reactive And Functional Polymers* 59, 129–140.
- Bayramoglu, G., 2003. Biosorption Of Heavy Metal Ions On Immobilized White-Rot Fungus Trametes Versicolor. *Journal Of Hazardous Materials* 101, 285–300.
- Benhalima, T., Ferfera-Harrar, H., Lerari, D., 2017. Optimization Of Carboxymethyl Cellulose Hydrogels Beads Generated By An Anionic Surfactant Micelle Templating For Cationic Dye Uptake: Swelling, Sorption And Reusability Studies. *International Journal Of Biological Macromolecules* 105, 1025–1042.
- El-Sakhawy, M., Kamel, S., Salama, A., Tohamy, H.-A.S., N.D. *Preparation And Infrared Study Of Cellulose Based Amphiphilic Materials* 8.
- Ferdiansyah, M., 2016. Kajian Karakteristik Karboksimetil Selulosa (Cmc) Dari Pelepah Kelapa Sawit Sebagai Upaya Diversifikasi Bahan Tambahan Pangan Yang Halal. *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan* 5.

- Gericke, M., Trygg, J., Fardim, P., 2013. Functional Cellulose Beads: Preparation, Characterization, And Applications. *Chemical Reviews* 113, 4812–4836.
- Granström, M., N.D. *Cellulose Derivatives: Synthesis, Properties And Applications* 120.
- Habib, A., Sathish, V., Mallik, S., 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., Tahir, M.A., 2014. Synthesis Of Carboxymethyl Cellulose From Waste Of Cotton Ginning Industry. *Carbohydrate Polymers* 113, 249–255.
- Huang, S., Zhou, L., Li, M.-C., Wu, Q., Zhou, D., 2017. Cellulose Nanocrystals (Cncs) From Corn Stalk: Activation Energy Analysis. *Materials* 10, 80.
- Ikmal Maulvi Sani, Zulfansyah, Fermi, M.I., 2011. Pembuatan Pulp Semi Mekanis Dari Batang Jagung Dengan Ekstrak Abu Tandan Kosong Sawit. *Unpublished*.
- Indonesia (Ed.), 2010. *Tafsir Ilmi*, Cet. 1. Ed. Lajnah Pentashihan Mushaf Al-Qur'an, Badan Litbang & Diklat, Kementerian Agama Ri, Jakarta.
- Ishak, R.A.H., 2015. Buoyancy-Generating Agents For Stomach-Specific Drug Delivery: An Overview With Special Emphasis On Floating Behavior. *Journal Of Pharmacy & Pharmaceutical Sciences* 18, 77.
- Jahan, S.T., Sadat, S.M.A., Islam, M.R., Azam, A.Z., Chowdhury, J.A., 2013. Effect Of Various Electrolytes On Theophylline Loaded Sodium Alginate Beads Prepared By Ionic Cross Linking Technique. *Dhaka University Journal Of Pharmaceutical Sciences* 11.
- Jauhari, Tantawi. 1350 H. *Al-Jawahir fi Tafsir al-Qur'an al-Karim, Juz IV Jilid VIII*. Mesir: Mustafa al-Halabi
- Jauhari, Thantawi. 2008. *Tafsir al-Jawahir fi tafsir al-Qur'an al-Karim*. Yogyakarta: Media Pustaka
- Jedvert, K., Heinze, T., 2017. Cellulose Modification And Shaping – A Review. *Journal Of Polymer Engineering* 37.
- Latifah, A.F., Yulianti, E., Khoiroh, L.M., 2019. Synthesis And Characterization Of Alginate-Carboxymethyl Cellulose Beads From Corn Stalk (*Zea Mays*) With Crosslink Variation C4h6o4zn. *J. Islamic Pharm.* 4, 40.

- Katsir, Ibnu. 2013. *Tafsir Ibu Katsir*. Jakarta: ustaka Imam Asy-Syafi'i
- Lavanya, D., Kulkarni, P.K., Dixit, M., Raavi, P.K., Krishna, L.N.V., N.D. Sources Of Cellulose And Their Applications – A Review 2, 21.
- Lee, K.Y., Mooney, D.J., 2012. Alginate: Properties And Biomedical Applications. *Progress In Polymer Science* 37, 106–126
- Lestari, P., Hidayati, T.N., Lestari, S.H.I., Marseno, D.W., 2013. Pengembangan Teknologi Pembuatan Biopolimer Bernilai Ekonomi Tinggi Dari Limbah Tanaman Jagung (*Zea Mays*) Untuk Industri Makanan: Cmc (Carboxymethylcellulose). *Program Kreativitas Mahasiswa-Penelitian*.
- Li, G., Zhang, G., Sun, R., Wong, C.-P., 2017. Mechanical Strengthened Alginate/Polyacrylamide Hydrogel Crosslinked By Barium And Ferric Dual Ions. *Journal Of Materials Science* 52, 8538–8545.
- Liu, L., Zhang, S., Yang, X., Ju, M.T., 2017. Cellulose Isolation From Corn Stalk Treated By Alkaline Biochars In Solvent Systems. *Bioresources* 13.
- Lou, H., Wang, M., Lai, H., Lin, X., Zhou, M., Yang, D., Qiu, X., 2013. Reducing Non-Productive Adsorption Of Cellulase And Enhancing Enzymatic Hydrolysis Of Lignocelluloses By Noncovalent Modification Of Lignin With Lignosulfonate. *Bioresource Technology* 146, 478–484.
- Mardiyati, E., 2012. *Sintesis Nanopartikel Kitosan-Tripoly Phosphate Dengan Metode Gelasi Ionik: Pengaruh Konsentrasi Dan Rasio Volume Terhadap Karakteristik Partikel* 4.
- Mohapatra, D.K., Dhanaraju, D.M.D., Selvadurai, S., 2016. *Formulation And Characterization, Of Aceclofenac Microspheres By Ionic Crosslinking Technique* 5, 9.
- Moon, R.J., Martini, A., Nairn, J., Simonsen, J., Youngblood, J., 2011. Cellulose Nanomaterials Review: Structure, Properties And Nanocomposites. *Chemical Society Reviews* 40, 3941.
- Mørch, Y.A., Donati, I., Strand, B.L., 2006. Effect Of Ca²⁺, Ba²⁺, And Sr²⁺ On Alginate Microbeads. *Biomacromolecules* 7, 1471–1480.
- Morshed, M., Mallick, J., Nath, A.K., Uddin, Z., Dutta, M., Hossain, A., Kawsar, H., 2012. Effect Of Barium Chloride As A Cross Linking Agent On The Sodium Alginate Based Diclofenac Sodium Beads. *Bangladesh Pharmaceutical Journal* 5.
- Noviantari, N.P., Suhendra, L., 2017. *Terhadap Karakteristik Ekstrak Warna Sargassum Polycystum*. September 5, 11.

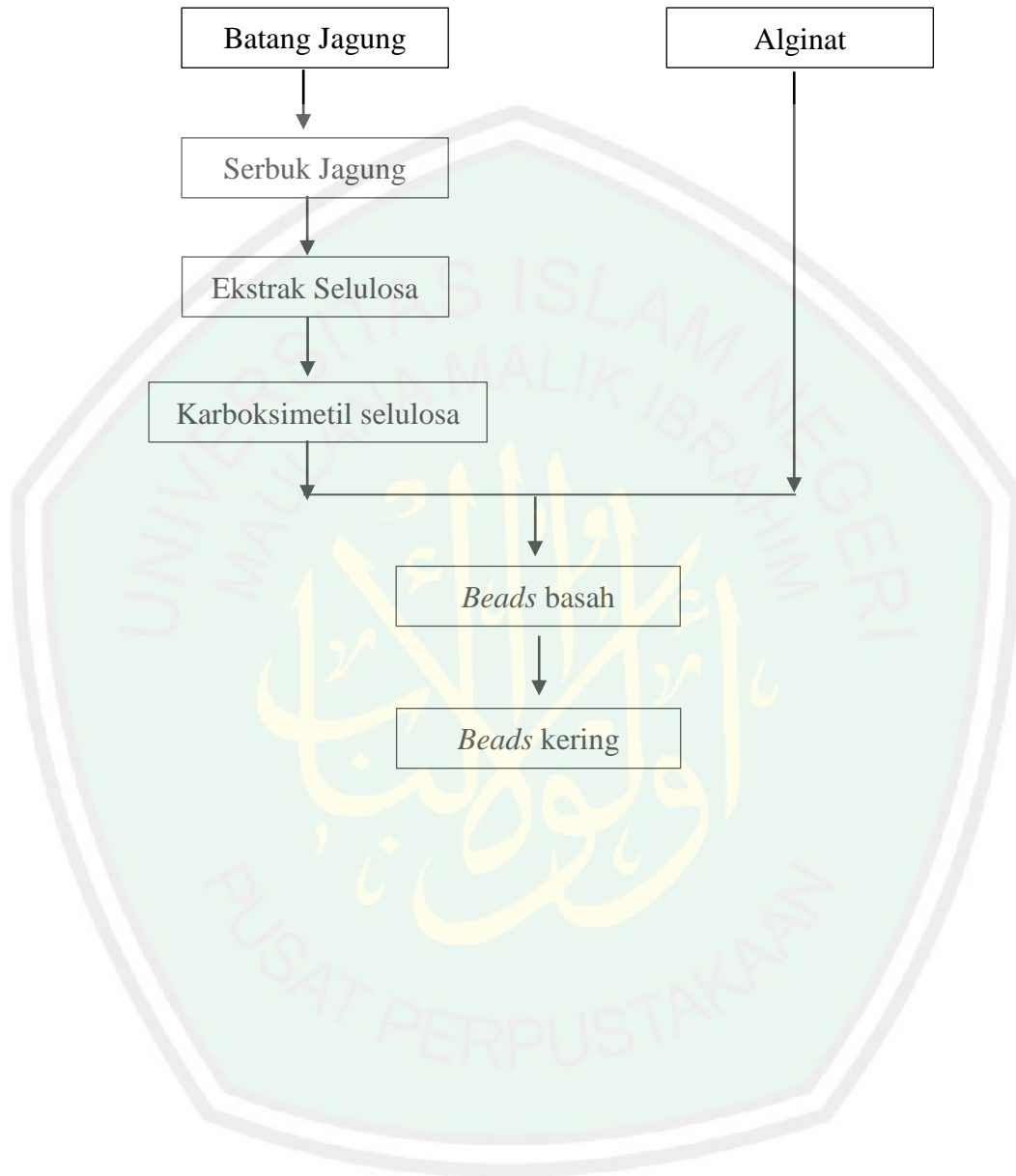
- Nurmasari, R., Santoso, U.T., Umaningrum, D., Rohman, T., 2010. Immobilization Of Humic Acid On Chitosan Beads By Protected Cross-Linking Method And Its Application As Sorbent For Pb (Ii). *Indonesian Journal Of Chemistry* 10, 88–95.
- Olejnik, K., Skalski, B., Stanislawska, A., Wysocka-Robak, A., 2017. Swelling Properties And Generation Of Cellulose Fines Originating From Bleached Kraft Pulp Refined Under Different Operating Conditions. *Cellulose* 24, 3955–3967.
- Patil, J.S., Kamalapur, M.V., Marapur, S.C., Kadam, D.V., N.D. Ionotropic Gelation And Polyelectrolyte Complexation: The Novel Techniques To Design Hydrogel Particulate Sustained, Modulated Drug Delivery System: A Review 8
- Peretz, S., Anghel, D.F., Vasilescu, E., Florea-Spiroiu, M., Stoian, C., Zgherea, G., 2015. Synthesis, Characterization And Adsorption Properties Of Alginate Porous Beads. *Polymer Bulletin* 72, 3169–3182.
- Pertanian, K., 2015. *Rencana Strategis Kementerian Pertanian. Biro Perencanaan, Sekretariat Jenderal*. Jakarta: Kementerian Pertanian Bioekologi Coccinellidae Predator Sebagai Agens Pengendali Hayati Aphididae Spp. Pada Ekosistem Pertanaman Cabai Di Sumatera Barat.
- Puspitasari, S., 2017. Preparasi Dan Karakterisasi Beads Alginat-Selulosa Xantat Dari Ampas Tebu Melalui Metode Gelasi Ionik Dengan Caco₃ Sebagai Porogen. *Skripsi*. Malang: Uin Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Putera, R.D.H., 2012. *Ekstraksi Serat Selulosa Dari Tanaman Eceng Gondok (Eichornia Crassipes) Dengan Variasi Pelarut* 85.
- Rajmohan, D., Bellmer, D., 2019. Characterization Of Spirulina-Alginate Beads Formed Using Ionic Gelation. *International Journal Of Food Science* 2019, 1–7.
- Ramdhan, T., Ching, S.H., Prakash, S., Bhandari, B., 2019. Time Dependent Gelling Properties Of Cuboid Alginate Gels Made By External Gelation Method: Effects Of Alginate-CaCl₂ Solution Ratios And Ph. *Food Hydrocolloids* 90, 232–240.
- Rebelo, R., Fernandes, M., Figueiro, R., 2017. Biopolymers In Medical Implants: A Brief Review. *Procedia Engineering* 200, 236–243.
- Rehman, N., De Miranda, M.I.G., Rosa, S.M., Pimentel, D.M., Nachtigall, S.M., Bica, C.I., 2014. Cellulose And Nanocellulose From Maize Straw: An Insight On The Crystal Properties. *Journal Of Polymers And The Environment* 22, 252–259.

- Rosdiana, N.S., 2013. Aktivitas *Fusarium Oxysporum* Dalam Menghidrolisis Eceng Gondok (*Eichhornia Crassipes*) Dengan Variasi Temperatur. *Chem Info Journal* 1, 220–225.
- Rowe, R.C. (Ed.), 2009. *Handbook Of Pharmaceutical Excipients*, 6. Ed. Ed. Apha, (Php) Pharmaceutical Press, London.
- Sabino, M.A., Sereno, O., and Dantas, F.L., 2018. Morphology Study of alginate micro/nano Particles for the Encapsulation of Divalen Mg^{2+} and Zn^{2+} Ion. *Int. J. Adv. med. Biotechnol. -IJAMB* 1, 22-30
- Safitri, D., Rahim, E.A., Prismawiryanti, P., Sikanna, R., 2017. Sintesis Karboksimetil Selulosa (Cmc) Dari Selulosa Kulit Durian (*Durio Zibethinus*). *Kovalen* 3, 58.
- Salama, A., Etri, S., Mohamed, S.A.A., El-Sakhawy, M., 2018. Carboxymethyl Cellulose Prepared From Mesquite Tree: New Source For Promising Nanocomposite Materials. *Carbohydrate Polymers* 189, 138–144.
- Saleh, A., Pakpahan, M.M.D., 2009. Pengaruh Konsentrasi Pelarut, Temperatur Dan Waktu Pemasakan Pada Pembuatan Pulp Dari Sabut Kelapa Muda 16, 10.
- Shanmugarajah, B., Kiew, P.L., Chew, I.M.L., Choong, T.S.Y., Tan, K.W., 2015. Isolation Of Nanocrystalline Cellulose (Ncc) From Palm Oil Empty Fruit Bunch (Efb): Preliminary Result On Ftir And Dls Analysis. *Chemical Engineering Transactions* 45, 1705–1710.
- Shihab, Quraish M. 2002. *Tafsir Al-Misbah Pesan, Kesan dan Keserasian Al-Quran*. Jakarta: Lentera Hati.
- Sönmez, M., Fikai, A., Fikai, D., Trusca, R., Andronescu, E., 2016. Alginate/Cellulose Composite Beads For Environmental Applications. *University Politehnica Of Bucharest Scientific Bulletin Series B-Chemistry And Materials Science* 78, 165–176.
- Sönmez, M., Fikai, A., Fikai, D., Trusca, R., Andronescu, E., N.D. *Alginate/Cellulose Composite Beads For Environmental Applications* 12.
- Suvachitanont, S., Pookingdao, W., 2011. *Extraction Of Cellulose From Corn Cob For Preparation And Characterization Of Cellulose Beads* 4.
- Suvachittanont, S., Pookingdao, W., 2013. Development Of Porous Spherical Cellulose Bead Production From Corn Cob As An Exfoliating Agent For Cosmetic Industries. *Journal Of Chemistry And Chemical Engineering* 7, 1156–1163.

- Venkatesan, J., Bhatnagar, I., Manivasagan, P., Kang, K.-H., Kim, S.-K., 2015. Alginate Composites For Bone Tissue Engineering: A Review. *International Journal Of Biological Macromolecules* 72, 269–281.
- Wijayani, A., Ummah, K., Tjahjani, S., 2010. Characterization Of Carboxy Methyl Cellulose (Cmc) From Eichornia Crassipes (Mart) Solms. *Indonesian Journal Of Chemistry* 5, 228–231.
- Wu, F.-C., Tseng, R.-L., Juang, R.-S., 2000. Comparative Adsorption Of Metal And Dye On Flake-And Bead-Types Of Chitosans Prepared From Fishery Wastes. *Journal Of Hazardous Materials* 73, 63–75.
- Yang, S., Fu, S., Liu, H., Zhou, Y., Li, X., 2011. Hydrogel Beads Based On Carboxymethyl Cellulose For Removal Heavy Metal Ions. *Journal Of Applied Polymer Science* 119, 1204–1210.
- Yulianti, E., Mahmudah, R., Royana, I., 2018. Pemanfaatan Biosorben Batang Jagung Teraktivasi Asam Nitrat Dan Asam Sulfat Untuk Penurunan Angka Peroksida – Asam Lemak Bebas Minyak Goreng Bekas. *Al Chemistry* 5, 9
- Yulianti, E., Mahmudah, Ri., Ma'rifah, A., Azmiyani, U., 2019. Adsorpsi Logam Ni Dan Cu Pada Limbah Cair Laboratorium Kimia Menggunakan Biosorben Batang Jagung Termodifikasi Asam Sitrat. *Al Chemistry* 7, 13.

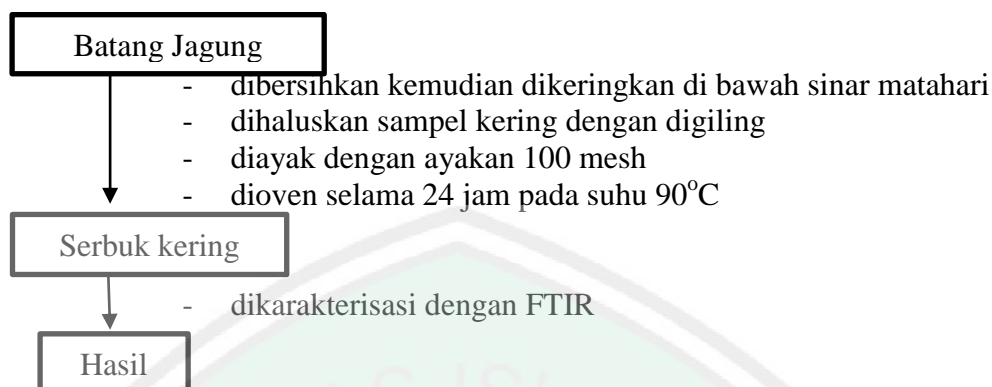
LAMPIRAN

Lampiran 1 Rancangan Penelitian

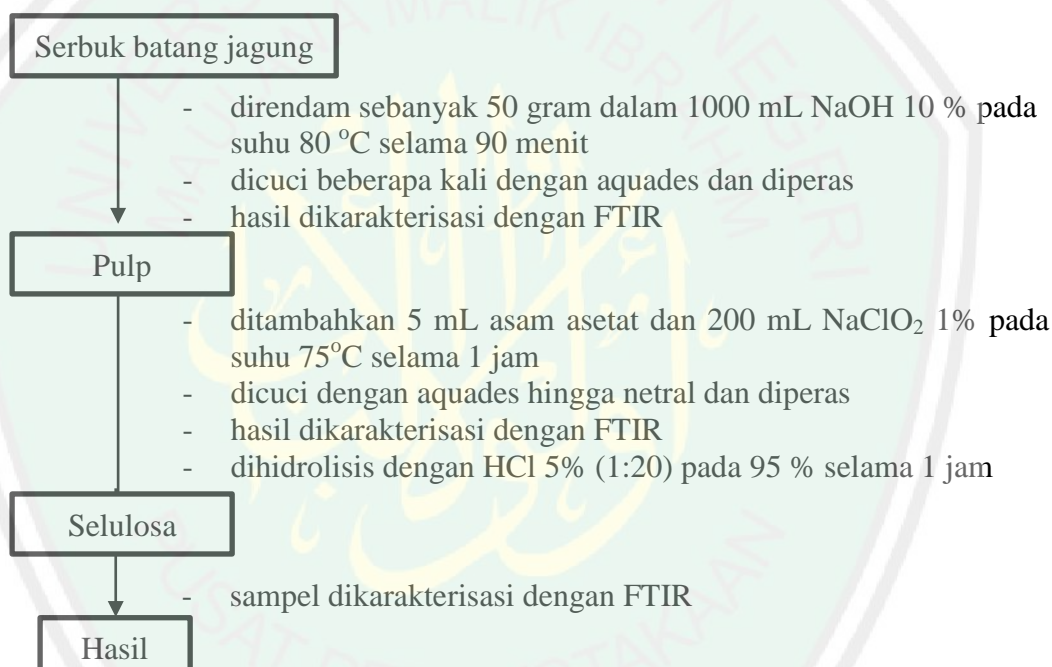


Lampiran 2 Diagram Alir

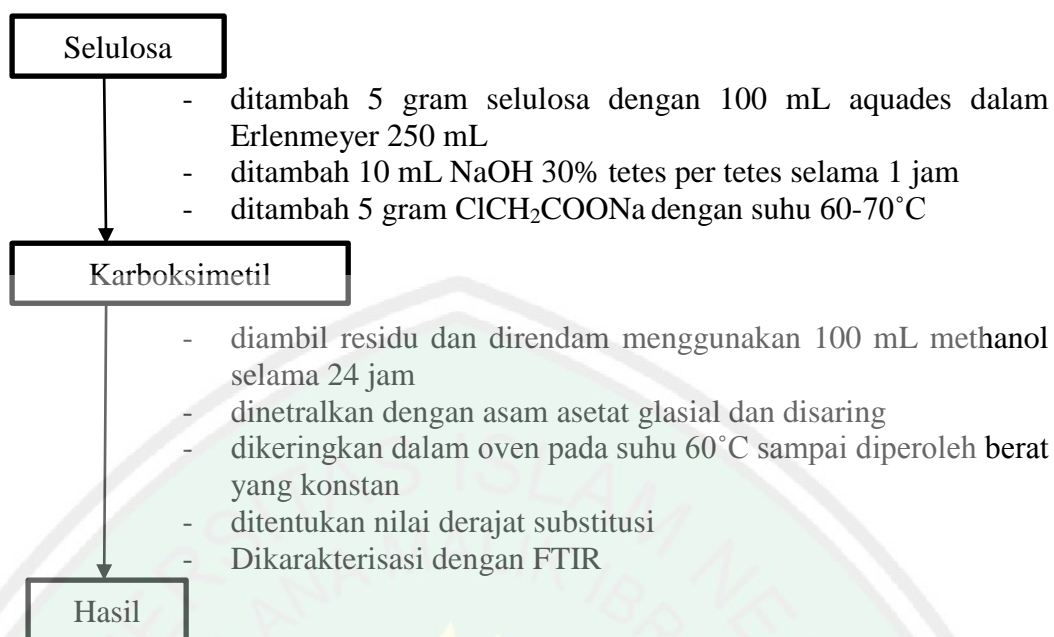
2.1 Preparasi Sampel



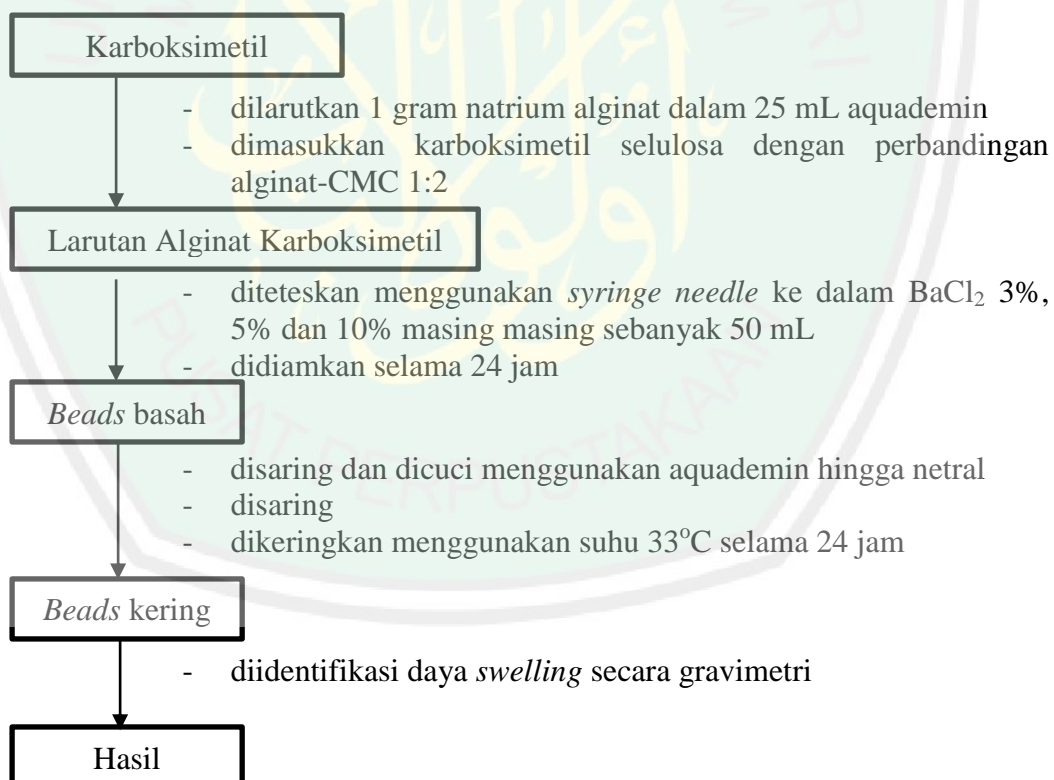
2.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung



2.3 Pembuatan Karboksimetil Selulosa

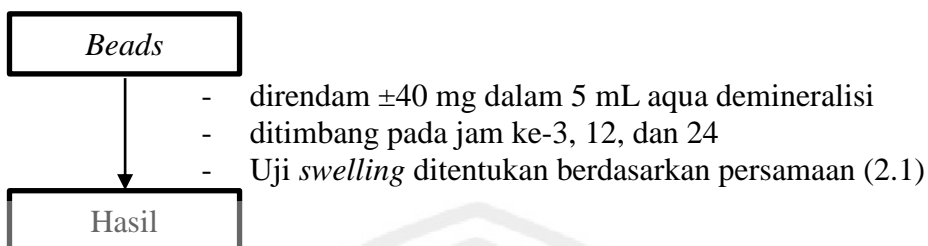


2.4 Penentuan Konsentrasi Terbaik Variasi Crosslink BaCl_2

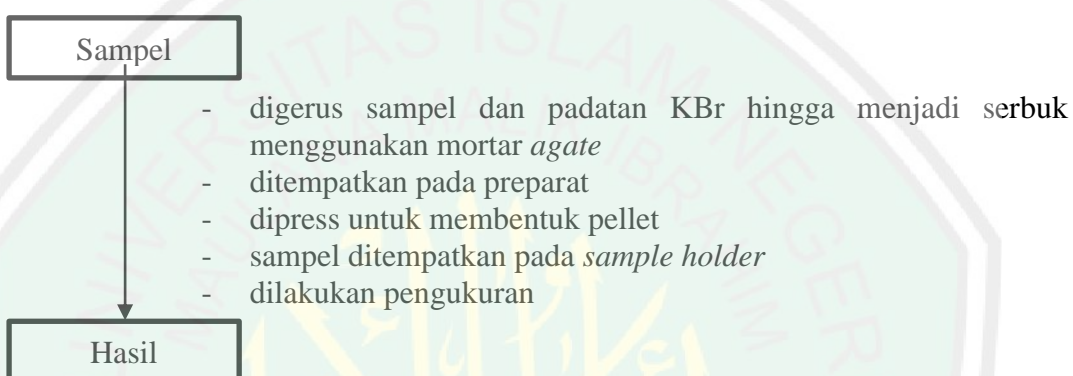


2.5 Karakterisasi

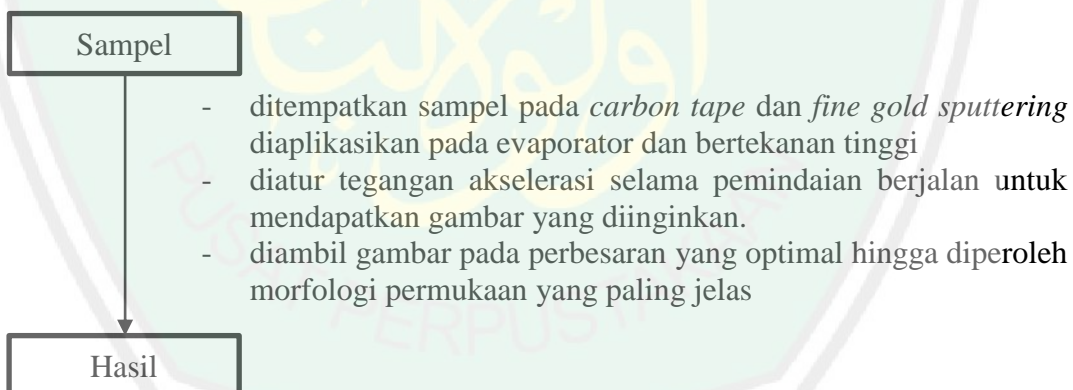
2.5.1 Uji *Swelling Beads*



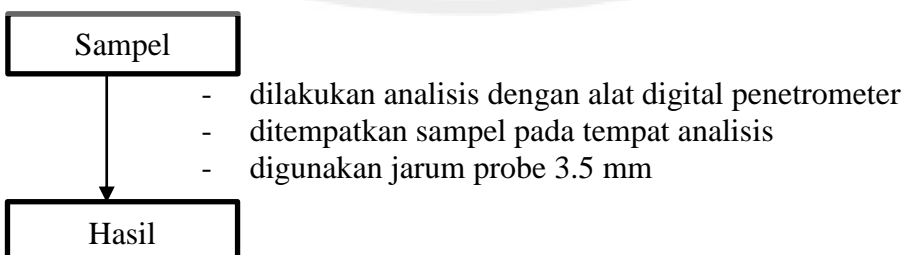
2.5.2 Analisis Gugus Fungsi



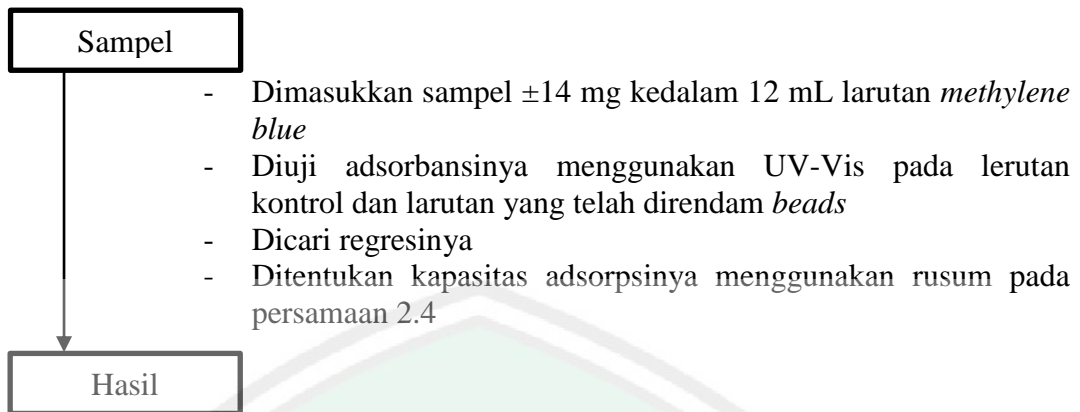
2.5.3 Analisis Morfologi Permukaan



2.5.4 Analisis Kekuatan Mekanik



2.5.5 Uji Kapasitas Adsorpsi



Lampiran 3 Perhitungan dan Preparasi Larutan

3.1 Ekstraksi Selulosa

a. NaOH 10% dalam 1000 mL

Diketahui:

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

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

Ditanya: m

Jawab:

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

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

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

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

b. NaClO₂ 1% dalam 250 mL

Diketahui:

$$M_1 = 1\%$$

$$M_2 = 25\%$$

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

Ditanya: V₁

Jawab:

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

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

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

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

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

c. 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.

3.2 Pembuatan Karboksimetil Selulosa (CMC)**a. NaOH 30% dalam 500 mL**

Diketahui:

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

$$v = 500 \text{ mL}$$

Ditanya: m

Jawab:

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

$$30\% = \frac{m}{500 \text{ mL}}$$

$$m = 150 \text{ gr}$$

Jadi, larutan NaOH 30% dibuat dengan 150 gr NaOH yang diencerkan dalam 500 mL aquades.

3.3 Preparasi *Beads*

a. Barium klorida 3% dalam 100 mL

Diketahui:

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

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

$$3\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

$$m = 3 \text{ gr}$$

Jadi, larutan barium klorida 3% dibuat dengan 3 gr barium klorida dalam 100 mL aquades.

b. Barium klorida 5% dalam 100 mL

Diketahui:

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

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

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

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

Jadi, larutan barium klorida 5% dibuat dengan 5 gr barium klorida dalam 100 mL aquades.

c. Barium klorida 10% dalam 100 mL

Diketahui:

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

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

$$10\% = \frac{m}{100 \text{ mL}}$$

$$m = 10 \text{ gr}$$

Jadi, larutan barium klorida 10% dibuat dengan 10 barium klorida dalam 100 mL aquades.

3.4 Preparasi Adsorpsi Metilen Biru

a. Metilen Biru 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 larutan metilen biru 50 ppm dibuat dengan 5 mg metilen biru dalam 100 mL aquades.



Lampiran 4 Perhitungan Pembahasan

4.1 Rendemen Selulosa

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

4.2 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.

4.3 Daya Swelling

Perhitungan daya *swelling beads* alginat-CMC menggunakan persamaan 2.3. data-data yang digunakan pada perhitungan daya *swelling beads* 3% 3 jam, sebagai berikut :

$$(W_t - W_0)_{\text{rata}} = 26 \text{ mg}$$

$$W_0 = 42,4 \text{ mg}$$

$$\text{Swelling} = \frac{W_t - W_0}{W_0} \times 100\% = \frac{26}{42,4} \times 100\% = 61,323\%$$

Perhitungan pada *beads* dengan variasi yang lain dilakukan dengancara yang sama. Nilai daya *swelling* dengan variasi *crosslink* BaCl₂ 3%, 5%, dan 10% ditampilkan pada tabel L.4.1

Tabel L.4.1 Nilai daya *swelling beads* alginat-CMC dengan variasi *crosslink* BaCl₂ 3%, 5%, dan 10%.

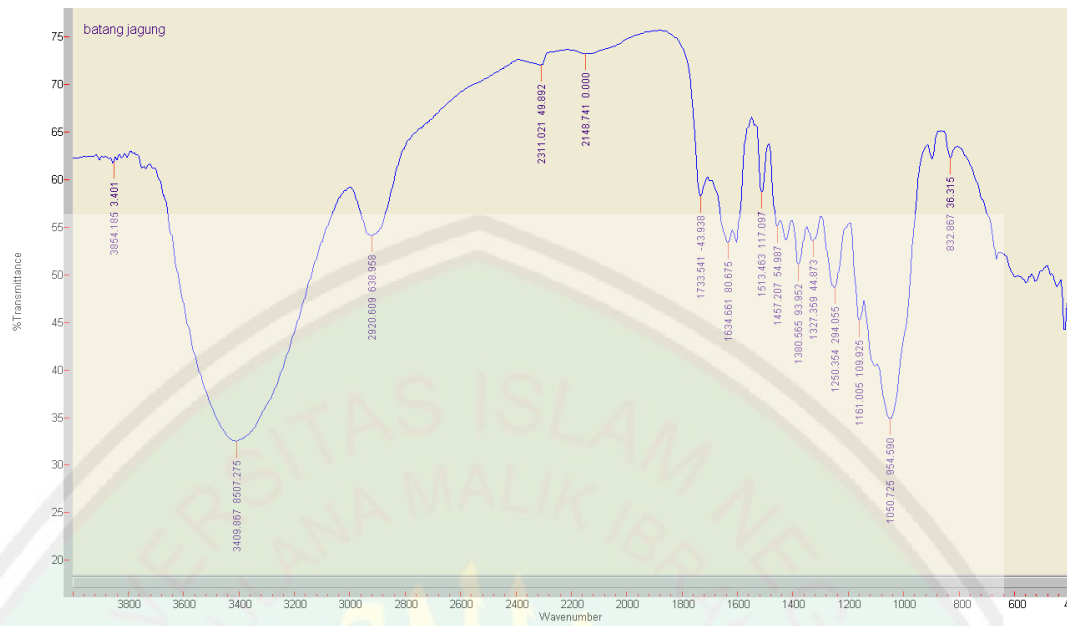
| BACMC | Waktu (jam) | W ₀ rata | W _t - W ₀ (mg) | | (W _t - W ₀)rata (mg) | Daya <i>swelling</i> (%) |
|--------------------------|-------------|---------------------|--------------------------------------|-------|---|--------------------------|
| | | | 1 | 2 | | |
| BaCl ₂ 3% | 3 | 42,4 | 25 | 26,4 | 26 | 61,32% |
| | 5 | 40,45 | 25,7 | 25,1 | 25,4 | 62,79% |
| | 8 | 40,55 | 35,8 | 35 | 35,4 | 87,29% |
| | 24 | 42,4 | 29,3 | 29,8 | 29,55 | 69,69% |
| | 29 | 42,35 | 26 | 26,2 | 26,1 | 61,62% |
| | 31 | 40,6 | 24,9 | 24,6 | 24,75 | 60,96% |
| BaCl ₂ 5% | 3 | 41,25 | 29 | 30,3 | 29,65 | 71,91% |
| | 5 | 40,7 | 30,7 | 34 | 32,35 | 79,46% |
| | 8 | 42,4 | 38 | 38,35 | 38,35 | 92,63% |
| | 24 | 42,55 | 39,4 | 39,7 | 39,7 | 95,54% |
| | 29 | 42,3 | 36,7 | 35,15 | 35,15 | 85,08% |
| | 31 | 41,3 | 30,6 | 32,3 | 32,3 | 78,27% |
| BaCl ₂ 10% | 3 | 42,65 | 23 | 25,7 | 24,35 | 57,08% |
| | 5 | 41 | 22,9 | 29,6 | 26,25 | 64,13% |
| | 8 | 41,45 | 25,4 | 25,4 | 24,7 | 59,59% |
| | 24 | 43,35 | 24,8 | 24,8 | 25,55 | 58,93% |
| | 29 | 42,65 | 26,8 | 20,6 | 23,7 | 55,69% |
| | 31 | 43,4 | 24,4 | 20,6 | 22,5 | 51,82% |

W₀ : Berat awal *beads* sebelum *swelling*

W_t : Berat akhir *beads* sebelum *swelling*

Lampiran 5 Spektra IR

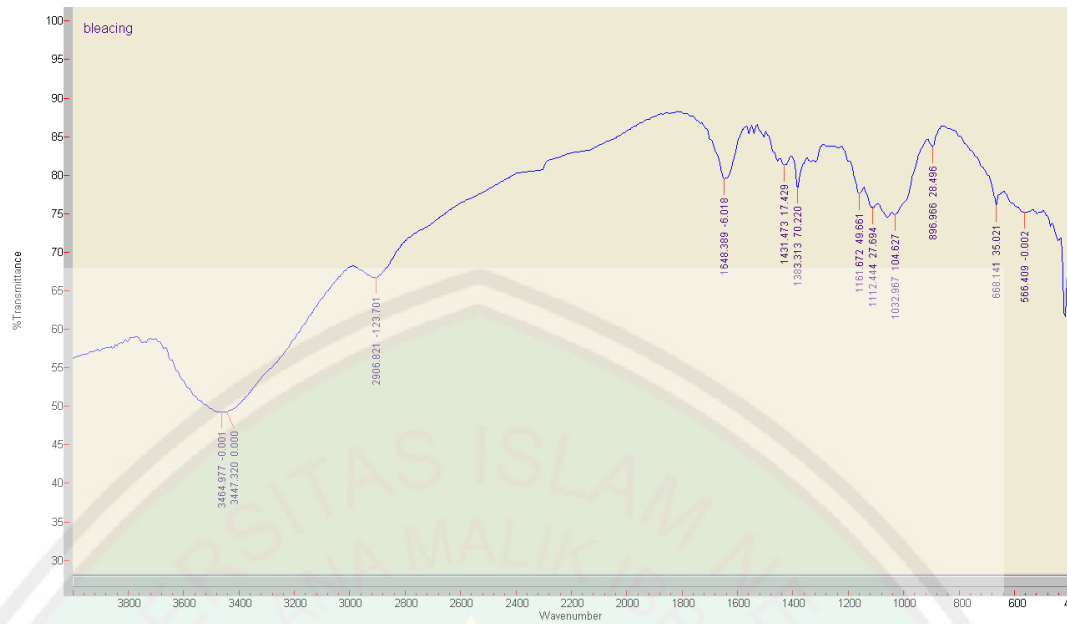
5.1 Serbuk Batang Jagung



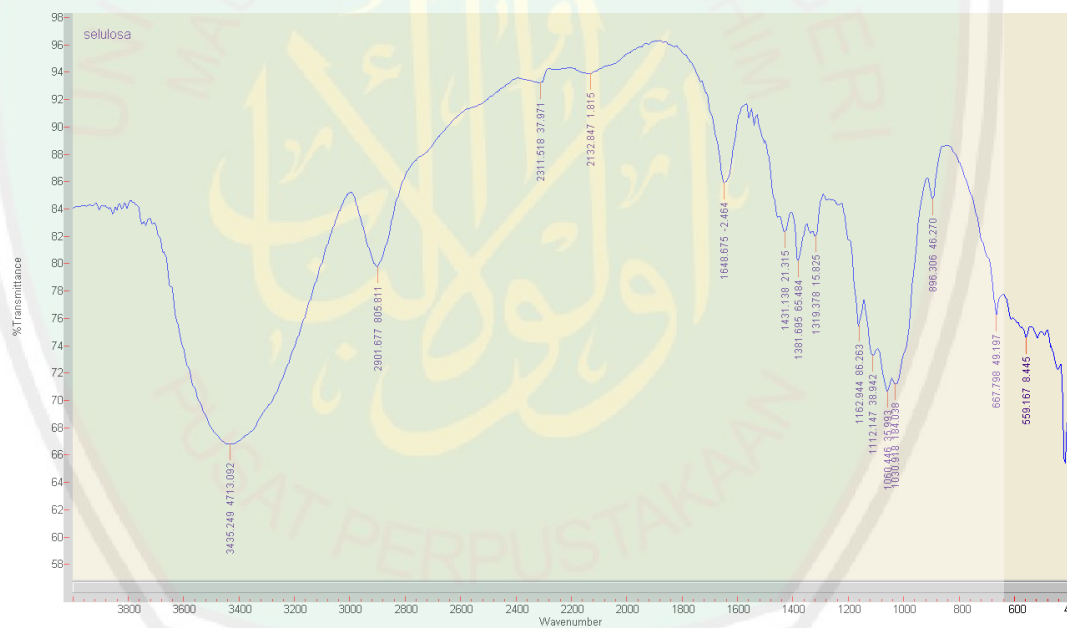
5.2 Tahapan Delignifikasi



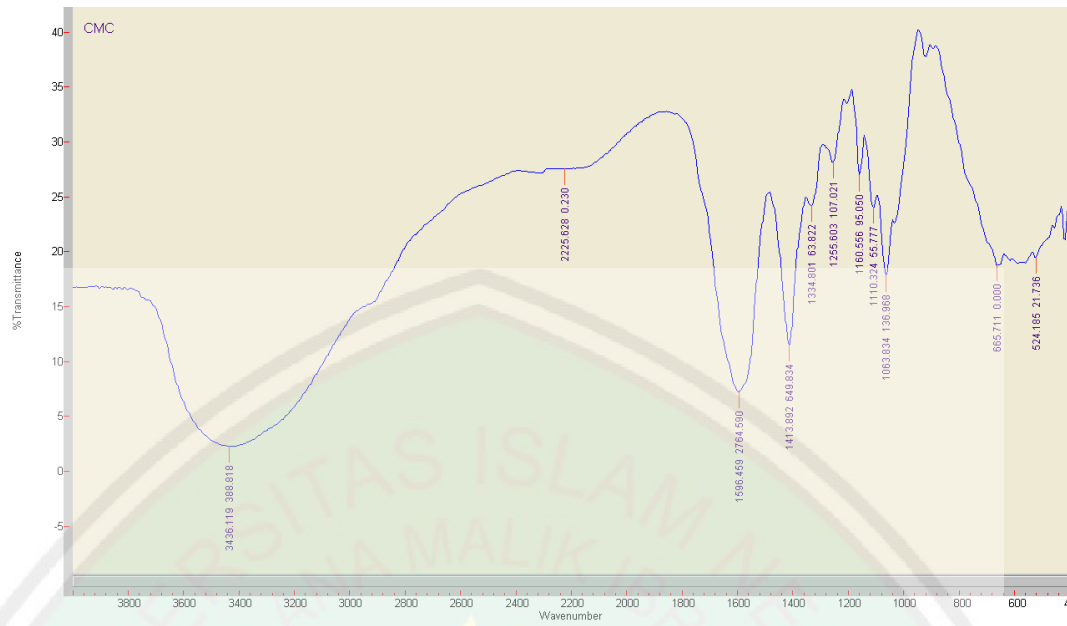
5.3 Tahapan Bleaching



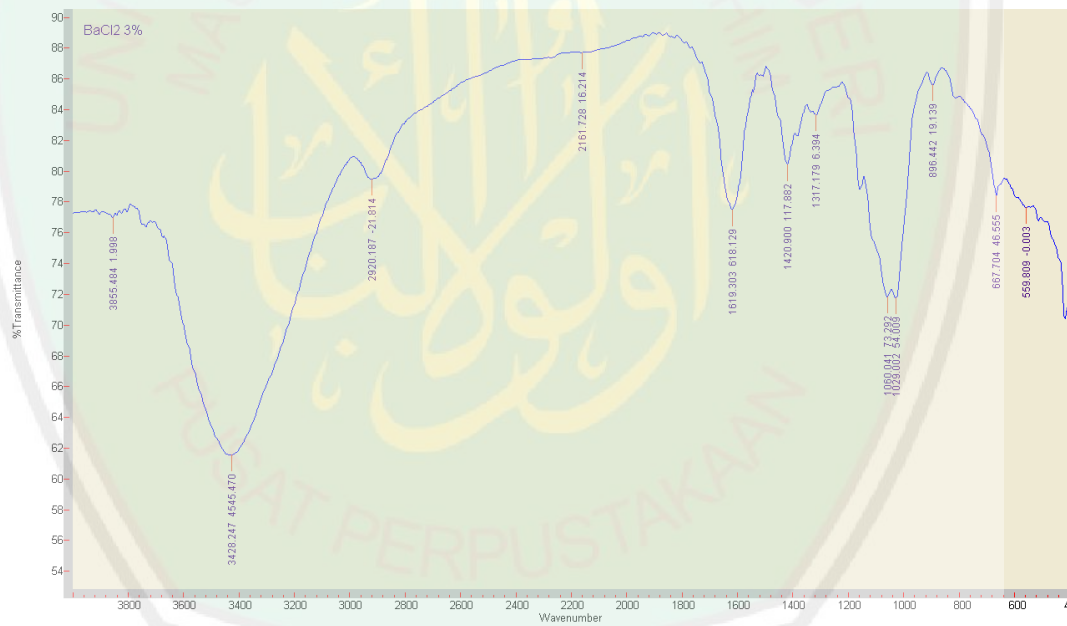
5.4 Selulosa Setelah hidrolisis



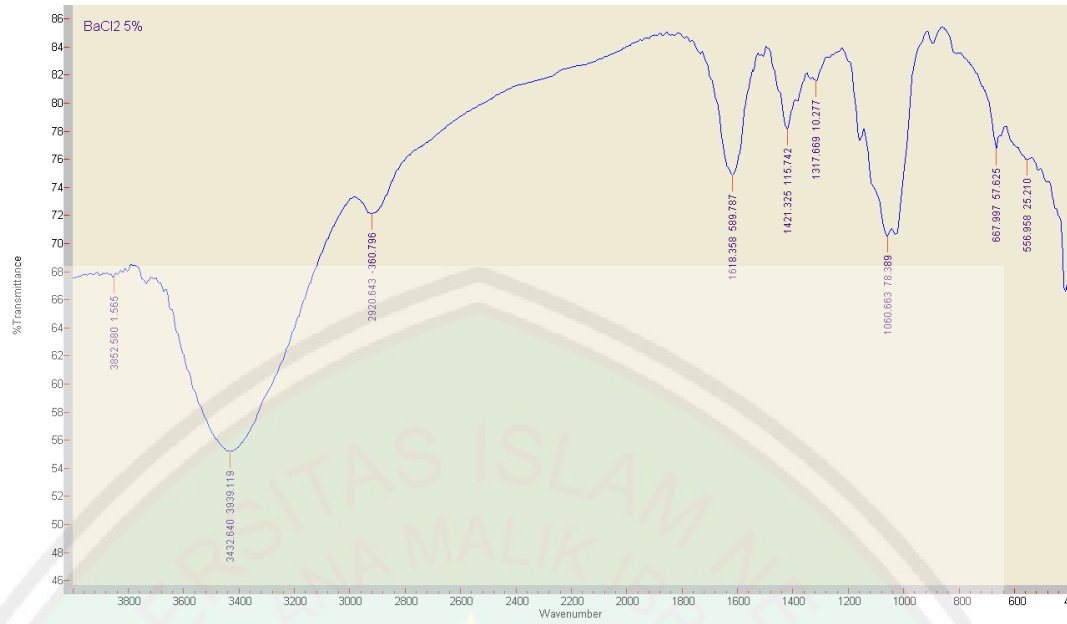
5.5 Karboksimetil Selulosa



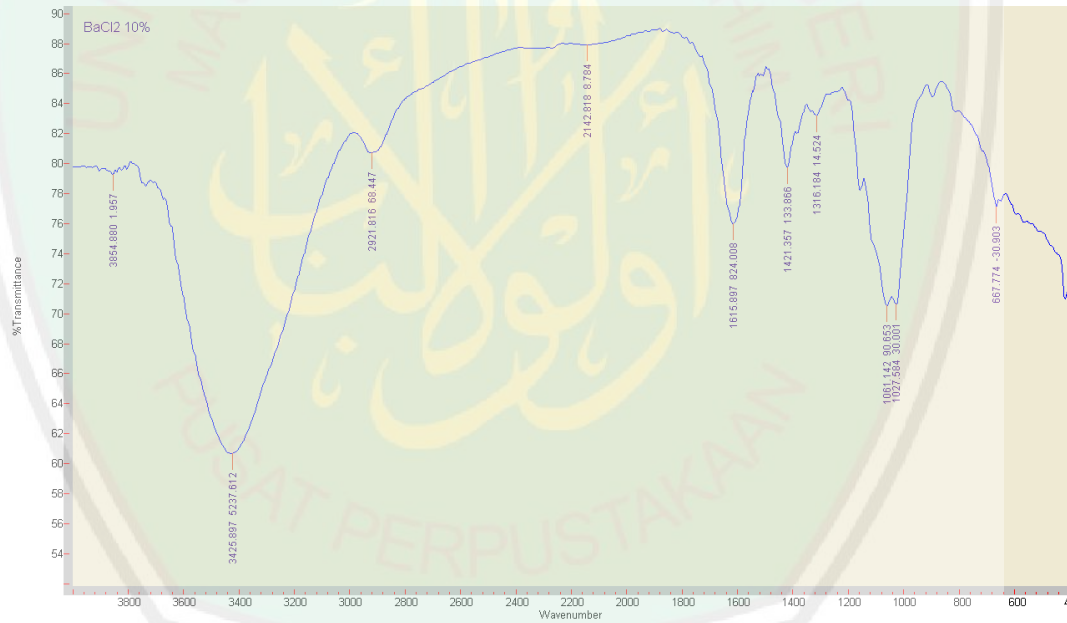
5.6 Beads alginat-CMC dengan Crosslink 3%



5.7 Beads alginat-CMC dengan Crosslink 5%



5.8 Beads alginat-CMC dengan Crosslink 10%

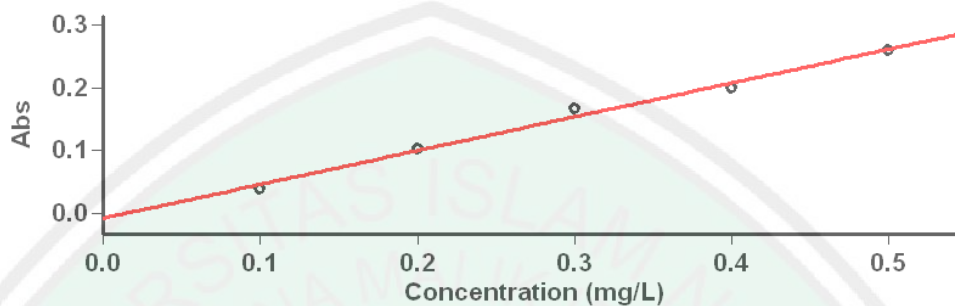


Lampiran 6 Hasil Absorbansi UV-Vis *Methylene Blue*

6.1 Absorbansi Kurva Standart

Kurva Standar *Methylene Blue*

Tanggal Analisa : 16 September 2019



Concentration Analysis Report

| Standard | Concentration mg/L | F | Mean | SD | %RSD | Readings |
|----------|-----------------------|---|--------|--------|------|----------|
| Std 1 | 0.1 | | 0.0395 | 0.0002 | 0.45 | 0.0394 |
| | | | | | | 0.0394 |
| | | | | | | 0.0397 |
| Std 2 | 0.2 | | 0.1032 | 0.0002 | 0.24 | 0.1035 |
| | | | | | | 0.1032 |
| | | | | | | 0.1030 |
| Std 3 | 0.3 | | 0.1672 | 0.0017 | 1.05 | 0.1687 |
| | | | | | | 0.1677 |
| | | | | | | 0.1653 |
| Std 4 | 0.4 | | 0.2002 | 0.0001 | 0.07 | 0.2003 |
| | | | | | | 0.2000 |
| | | | | | | 0.2003 |
| Std 5 | 0.5 | | 0.2606 | 0.0002 | 0.09 | 0.2604 |
| | | | | | | 0.2609 |
| | | | | | | 0.2606 |

6.2 Absorbansi *methylene blue* Setelah Perendaman

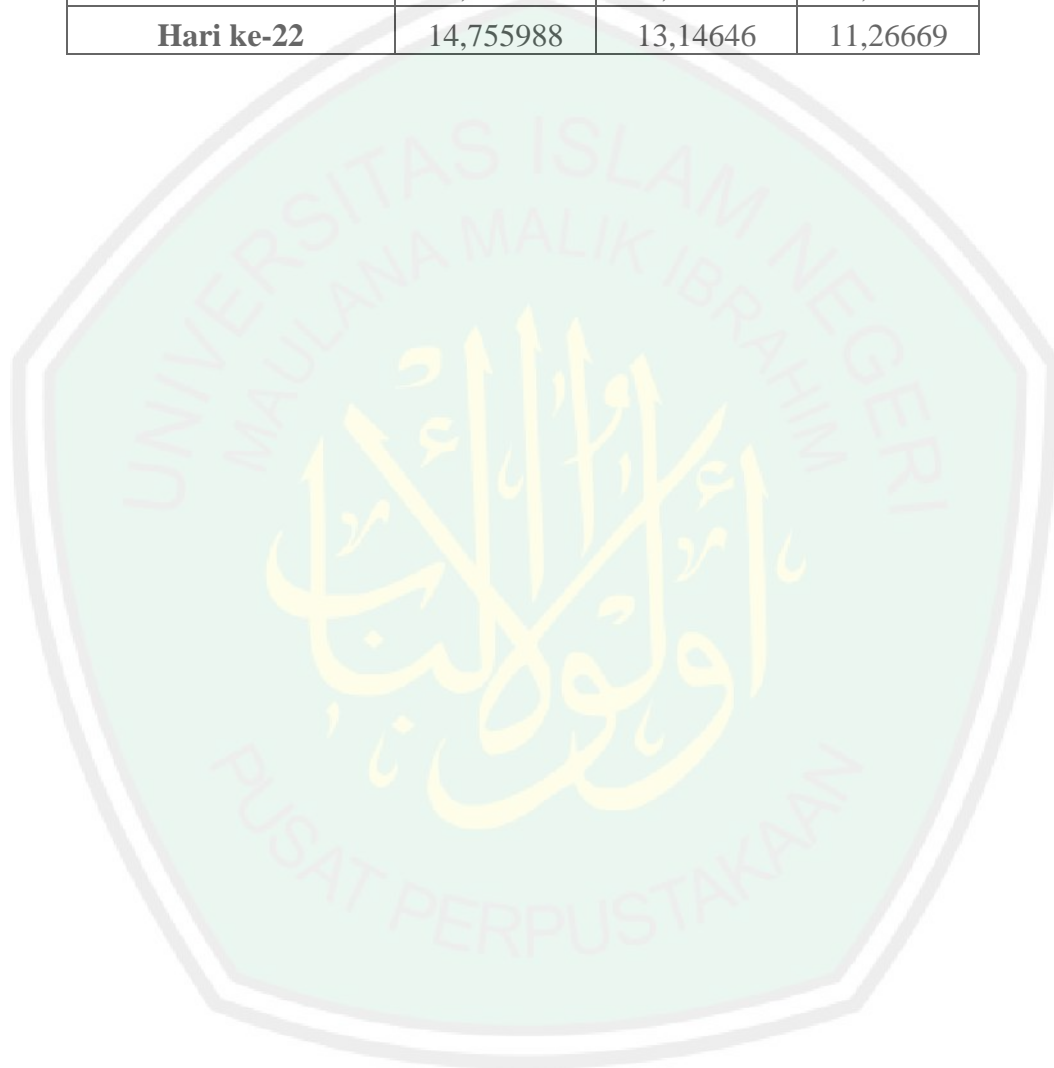
| Variasi Konsentrasi <i>Crosslink</i> BaCl ₂ | 5 Hari | | |
|--|---------|--------|-----------|
| | 1 | 2 | Rata-rata |
| 3% | 0,1369 | 0,1303 | 0,1336 |
| 5% | 0,2144 | 0,2346 | 0,2245 |
| 10% | 0,1816 | 0,2048 | 0,1932 |
| Variasi | 11 Hari | | |

| Konsentrasi Crosslink BaCl₂ | 1 | 2 | Rata-rata |
|---|----------------|----------|------------------|
| 3% | 0,1286 | 0,1135 | 0,12105 |
| 5% | 0,1221 | 0,1251 | 0,1236 |
| 10% | 0,1528 | 0,2084 | 0,1806 |
| Variasi Konsentrasi Crosslink BaCl₂ | 15 Hari | | |
| | 1 | 2 | Rata-rata |
| 3% | 0,083 | 0,0676 | 0,0753 |
| 5% | 0,084 | 0,0787 | 0,08135 |
| 10% | 0,1083 | 0,1123 | 0,1103 |
| Variasi Konsentrasi Crosslink BaCl₂ | 20 Hari | | |
| | 1 | 2 | Rata-rata |
| 3% | 0,0559 | 0,0585 | 0,0572 |
| 5% | 0,0758 | 0,0705 | 0,07315 |
| 10% | 0,1045 | 0,1 | 0,10225 |
| Variasi Konsentrasi Crosslink BaCl₂ | 22 Hari | | |
| | 1 | 2 | Rata-rata |
| 3% | 0,0603 | 0,0656 | 0,06295 |
| 5% | 0,0851 | 0,0832 | 0,0832 |
| 10% | 0,1092 | 0,1045 | 0,10685 |

6.3 Kapasitas Adsorpsi

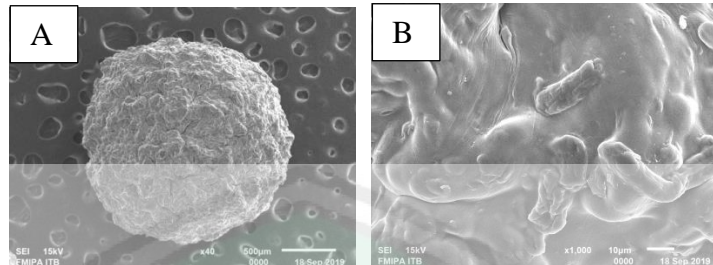
$$Q_e = (C_o - C_e) \times V / W$$

| Lama Perendaman | 3% | 5% | 10% |
|-----------------|-----------|-----------|----------|
| Hari ke-5 | 9,1405256 | 1,9155362 | 4,403349 |
| Hari ke-11 | 10,138035 | 9,935354 | 5,404833 |
| Hari ke-15 | 13,774375 | 13,293504 | 10,99248 |
| Hari ke-20 | 15,213014 | 13,945263 | 11,63231 |
| Hari ke-22 | 14,755988 | 13,14646 | 11,26669 |

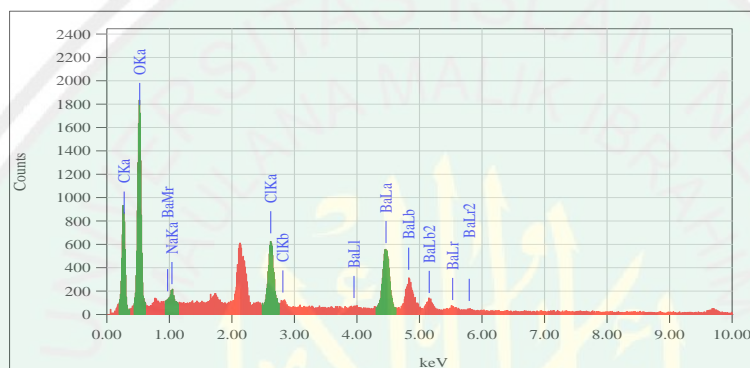


Lampiran 7 Hasil Uji Morfologi *Beads* Menggunakan Scanning Electron Microscopy (SEM-EDX)

7.1 *Beads* Alginat-CMC dengan *Crosslink* BaCl₂ 5%



Gambar L.7.1 Hasil karakterisasi SEM *beads* alginat-CMC 5% (a) perbesaran 40x (b) perbesaran 1000x

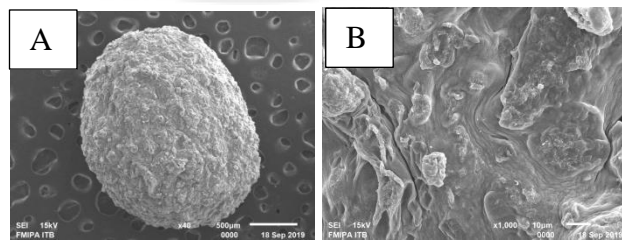


ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

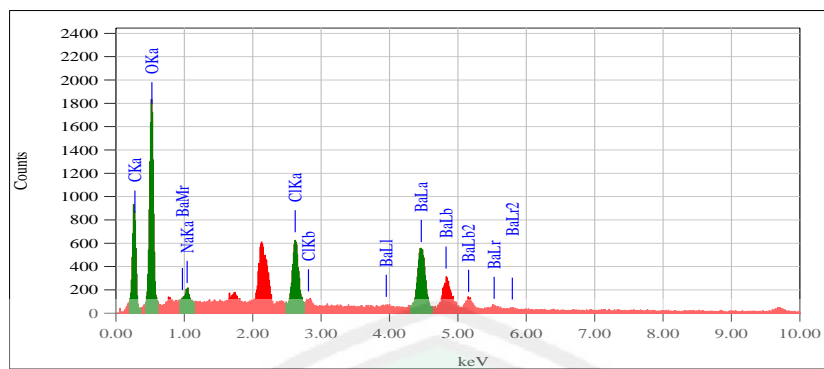
Fitting Coefficient : 0.2894

| Element | (keV) | Mass% | Error% | Atom% | Compound | Mass% | Cation | K |
|---------|-------|-------|--------|--------|----------|---------|--------|---|
| C K | 0.277 | 30.16 | 0.08 | 50.08 | | 15.5891 | | |
| O K | 0.525 | 33.84 | 0.13 | 42.18 | | 40.4683 | | |
| Na K | 1.041 | 0.73 | 0.09 | 0.63 | | 0.6141 | | |
| Cl K | 2.621 | 4.77 | 0.09 | 2.68 | | 6.9003 | | |
| Ba L | 4.464 | 30.50 | 0.52 | 4.43 | | 36.4283 | | |
| Total | | | | 100.00 | | 100.00 | | |

7.2 *Beads* Alginat-CMC dengan *Crosslink* BaCl₂ 10%



Gambar L.7.1 Hasil karakterisasi SEM *beads* alginat-CMC 10% (a) perbesaran 40x (b) perbesaran 100 x



ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2679

| Element | (keV) | Mass% | Error% | Atom% | Compound | Mass% | Cation | K |
|---------|-------|-------|--------|-------|----------|---------|--------|---|
| C | 0.277 | 29.39 | 0.08 | 51.57 | | 12.9683 | | |
| O | 0.525 | 29.29 | 0.13 | 38.58 | | 34.3064 | | |
| Cl | 2.621 | 7.95 | 0.08 | 4.73 | | 11.7991 | | |
| Ba | 4.464 | 33.38 | 0.47 | 5.12 | | 40.9262 | | |
| Total | | | 100.00 | | | 100.00 | | |