

**VARIASI KOMPOSISI ALGINAT:KARBOKSIMETIL SELULOSA PADA  
PEMBUATAN BEADS CMC DARI SELULOSA BATANG JAGUNG**

**SKRIPSI**

**Oleh:**

**ANGGUN CAHYANING PERTIWI**

**NIM. 15630040**



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

**VARIASI KOMPOSISI ALGINAT:KARBOKSIMETIL SELULOSA PADA  
PEMBUATAN *BEADS* CMC DARI SELULOSA BATANG JAGUNG**

**SKRIPSI**

Oleh :  
**ANGGUN CAHYANING PERTIWI**  
**NIM. 15630040**



**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**

**VARIASI KOMPOSISI ALGINAT:KARBOKSIMETIL SELULOSA PADA  
PEMBUATAN BEADS CMC DARI SELULOSA BATANG JAGUNG**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ANGGUN CAHYANING PERTIWI**  
NIM. 15630040

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji  
Tanggal: 28 November 2019

Pembimbing I

Pembimbing II

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

  
Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc  
NIDT. 19900906 20180201 2 239

Mengetahui,  
Ketua Jurusan



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

**VARIASI KOMPOSISI ALGINAT:KARBOKSIMETIL SELULOSA PADA  
PEMBUATAN BEADS CMC DARI SELULOSA BATANG JAGUNG**

**SKRIPSI**

Oleh:  
**ANGGUN CAHYANING PERTIWI**  
NIM. 15630040

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

Tanggal: 28 November 2019

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

Ketua Penguji : Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc (.....)  
NIP. LB. 68004

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

Anggota Penguji : Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc (.....)  
NIDT. 19890113 20180201 1 244

Mengetahui,  
Ketua Jurusan



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

## PERNYATAAN ORISINALITAS TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Anggun Cahyaning Pertiwi

NIM : 15630040

Jurusan : Kimia

Fakultas : Sains dan Teknologi

Judul Penelitian : “Variasi Komposisi Alginat:Karboksimetil Selulosa pada Pembuatan *Beads* CMC dari Selulosa Batang Jagung”

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

Malang, 12 Desember 2019  
Yang membuat pernyataan



Anggun Cahyaning Pertiwi  
NIM. 15630040

## MOTTO

قُلْ أَنْظَرُوا مَاذَا فِي السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَمَا تُغْنِي الْآيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَا

يُؤْمِنُونَ ﴿١٠١﴾

Artinya: "Katakanlah: "Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. Tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan Rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman" (Al-Quran Surat Yunus 101)



## HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillah. dengan mengucap penuh rasa syukur kepada Allah SWT yang telah meridloi dan memudahkan alur dari proses penelitian dan penulisan skripsi ini. Skripsi ini saya persembahkan untuk kedua orang tua (Sargono dan Sulastri) yang telah memberikan dukungan yang tak ternilai besarnya dari awal sampai akhir. Skripsi ini hanya bagian persembahan yang sangat kecil untuk kalian berdua, karena kasih sayang dan pengorbanan kalian selama ini tidak mungkin mampu untuk saya balas. Semoga kalian berdua diberikan umur yang barokah serta sehat dan bahagia selalu. Skripsi ini juga saya persembahkan untuk kakak saya Perkasa Cahya Perdana. Trimakasih sudah menjadi supporter yang hebat dan memberi solusi-solusi di setiap permasalahan. Semoga Allah meridloi dan memudahkan jalan kehidupanmu, untuk hari ini, esok, dan di akhirat nanti.

## KATA PENGANTAR

*Assalamu'alaikum Wr. Wb.*

Puji syukur penulis haturkan atas rahmat Allah SWT yang telah memberikan anugerah berupa akal dan pikiran serta penalaran, sehingga penulis dapat melaksanakan dan menyusun skripsi ini. Adapun penulisan skripsi dengan judul “**Variasi Komposisi Alginat:Karboksimetil Selulosa pada Pembuatan Beads CMC dari Selulosa Batang Jagung**” diselesaikan karena adanya dukungan baik moral maupun spiritual dari berbagai pihak. Oleh karena itu penulis menyampaikan terimakasih kepada:

1. Bapak, ibu, dan keluarga yang senantiasa memberikan do'a dan restunya kepada penulis dalam menuntut ilmu
2. Ibu Eny Yulianti, M.Si. dan ibu Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc selaku dosen pembimbing I dan II serta ibu Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc selaku konsultan yang banyak memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penulisan laporan hasil penelitian ini.
3. Seluruh dosen dan laboran jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberikan ilmu selama belajar di bangku perkuliahan
4. Teman-teman jurusan kimia angkatan 2015 khususnya kimia A, tim *beads* (Fayros, Laila, dan Miftah) serta tim print oke (Ida, Tyas, dan Azah) atas segala dukungan, bantuan, canda tawa, dan perjuangan selama ini.
5. Keluarga besar seperjuangan PPP. AHAF yang senantiasa memberikan semangat dan motivasi.

6. Semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan penulisan skripsi ini

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

*Wassalamu'alaikum Wr. Wb.*

Malang, 7 November 2019

Penulis



## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>HALAMAN PERSETUJUAN</b> .....	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN</b> .....	<b>iii</b>
<b>PERNYATAAN ORISINALITAS PENELITIAN</b> .....	<b>iv</b>
<b>MOTTO</b> .....	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERSEMBAHAN</b> .....	<b>vi</b>
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	<b>vii</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>ix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xi</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN</b> .....	<b>xiii</b>
<b>ABSTRAK</b> .....	<b>xiv</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>xv</b>
<b>الملخص</b> .....	<b>xvi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	6
1.3 Tujuan Penelitian .....	6
1.4 Batasan Penelitian.....	6
1.5 Manfaat Penelitian .....	7
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>8</b>
2.1 Kandungan dan Potensi Batang Jagung sebagai Biopolimer.....	8
2.2 Pembuatan Karboksimetil Selulosa .....	8
2.3 Potensi Sodium Alginat sebagai Beads Alginat Selulosa .....	11
2.4 Metode Pembuatan Beads Alginat Selulosa .....	11
2.5 Potensi Beads AC dalam Adsorpsi Metilen Biru .....	12
2.6 Karakterisasi .....	13
2.6.1 Gugus Fungsi dengan Menggunakan <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	13
2.6.2 Pola Difraksi CMC.....	16
2.6.3 Daya <i>Swelling</i> dan Diameter <i>Beads</i> setelah <i>Swelling</i> .....	16
2.6.4 Morfologi Permukaan Beads dengan Menggunakan <i>Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersion X-ray</i> (SEM-EDX) .	17
2.7 Pemanfaatan Batang Jagung dalam Perspektif Islam .....	18
<b>BAB III METODOLOGI</b> .....	<b>21</b>
3.1 Pelaksanaan Penelitian .....	21
3.2 Alat dan Bahan .....	21
3.2.1 Bahan.....	21
3.2.2 Alat.....	21
3.3 Rancangan Penelitian .....	21

	x
3.4 Tahapan Penelitian .....	22
3.5 Pelaksanaan Penelitian .....	23
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>	<b>28</b>
4.1 Ekstraksi Selulosa .....	28
4.2 Pembuatan Karboksimetil Selulosa (CMC) .....	30
4.3 Karakterisasi Selulosa dan CMC Sintesis .....	31
4.4 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru .....	34
4.5 Komposisi Terbaik Alginat:CMC dalam Pembuatan <i>Beads</i> .....	35
4.6 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam .....	42
<b>BAB V KESIMPULAN .....</b>	<b>45</b>
5.1 Kesimpulan .....	45
5.2 Saran.....	45
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>46</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>52</b>



## DAFTAR TABEL

Tabel 3.1	Data karakterisasi FTIR .....	25
Tabel 3.2	Daya <i>swelling</i> pada variasi komposisi AC .....	26
Tabel 4.1	Data Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) spektrum IR serbuk batang jagung, delignifikasi, <i>bleaching</i> , selulosa hidrolisis, dan karboksimetil selulosa .....	33
Tabel 4.2	Persen berat masing-masing unsur dari AC 1:0 dan 1:2.....	41



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	(a) Struktur selulosa dan (b) karboksimetil selulosa .....	9
Gambar 2.2	Spektra IR selulosa standar .....	14
Gambar 2.3	Spektra IR CMC standar .....	14
Gambar 2.4	Spektra IR (a) sodium alginate dan (b) <i>beads</i> alginat dengan <i>crosslink</i> $Ca^{2+}$ .....	15
Gambar 2.5	Pola difraksi (A) selulosa dan (B) karboksimetil selulosa (CMC)	16
Gambar 2.6	(a) <i>beads</i> alginat 100% dengan perbesaran 500X, (b) <i>beads</i> alginat CMC, dengan perbesaran 500X, dan (c) <i>beads</i> yang dipotong melintang dengan perbesaran 25X .....	18
Gambar 4.1	Mekanisme reaksi pemutusan lignin dari lignoselulosa.....	28
Gambar 4.2	(a) Serbuk batang jagung dan (b) lindi hitam .....	29
Gambar 4.3	(a) Pulp hasil delignifikasi, (b) Pulp setelah <i>bleaching</i> , (c) selulosa hasil ekstraksi .....	30
Gambar 4.4	Mekanisme reaksi sintesis karboksimetil selulosa .....	31
Gambar 4.5	Spektra IR serbuk batang jagung, delignifikasi, <i>bleaching</i> , dan selulosa hidrolisis .....	32
Gambar 4.6	CMC sintesis .....	33
Gambar 4.7	Difraktogram XRD (a) selulosa dan (b) CMC sintesis .....	34
Gambar 4.8	Kurva standar metilen biru .....	35
Gambar 4.9	AC (a) basah, (b) kering, dan (c) setelah <i>swelling</i> , kering, dan basah (dari kiri ke kanan) .....	36
Gambar 4.10	Hasil karakterisasi mikroskop optik AC kering dan <i>swelling</i> dengan perbesaran 0,75 X 10 Kali .....	37
Gambar 4.11	Grafik persen <i>swelling</i> dan diameter AC setelah <i>swelling</i> .....	38
Gambar 4.12	Grafik adsorpsi metilen biru .....	38
Gambar 4.13	Spektra IR AC pada variasi 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3 .....	39
Gambar 4.14	Hasil karakterisasi SEM (a) <i>beads</i> AC 1:0 dengan perbesaran 50X, (b) <i>beads</i> AC 1:2 dengan perbesaran 50X, (c) <i>beads</i> AC 1:0 dengan perbesaran 5000X, (d) <i>beads</i> AC 1:2 dengan perbesaran 5000X .....	40

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran I	Rancangan Penelitian .....	51
Lampiran II	Diagram Alir .....	52
Lampiran III	Perhitungan dan Preparasi Larutan .....	56
Lampiran IV	Perhitungan.....	60
Lampiran V	Hasil Kurva Standar Metilen Biru.....	64
Lampiran VI	Hasil Karakterisasi EDX .....	66
Lampiran VII	Hasil Karakterisasi XRD.....	68



## ABSTRAK

Pertiwi, A.C. 2019. **Variasi Komposisi Alginat:Karboksimetil Selulosa pada Pembuatan *Beads* CMC dari Selulosa Batang Jagung** Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Eny Yulianti, M.Si. Pembimbing II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Konsultan: Febi Yusniyanti,S.Si, M.Sc

---

**Kata Kunci:** alginat-karboksimetil selulosa, *beads*, batang jagung

Mayoritas batang jagung mengandung 40% selulosa, sehingga berpotensi besar untuk dijadikan sumber selulosa. Peningkatan kualitas selulosa dilakukan dengan sintesis menjadi turunannya, salah satunya yaitu karboksimetil selulosa (CMC). CMC memiliki stabilitas termal dan viskositas yang tinggi, sehingga mampu digunakan sebagai bahan dalam selulosa *beads*. Tujuan penelitian ini adalah mengetahui komposisi alginat:CMC terbaik dalam pembuatan *beads* alginat CMC (AC) sebagai adsorben metilen biru.

Pada penelitian ini pembuatan *beads* dilakukan variasi komposisi alginat:CMC 0:1, 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3. *Beads* dibuat menggunakan metode gelasi ionik dengan agen *crosslink*  $\text{CaCl}_2$  3% dan dikarakterisasi menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), uji *swelling* untuk mengetahui daya mengembang, uji adsorpsi metilen biru untuk mengetahui kemampuan adsorpsi zat warna, dan SEM-EDX untuk mengetahui karakteristik permukaannya.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa selulosa pada limbah batang jagung dapat digunakan untuk mensintesis CMC yang dibuat menjadi komposit dengan alginat membentuk *beads*. Komposisi alginat:CMC optimum dalam membuat AC adalah 1:2 dengan besar persen *swelling* dan diameter terbesar 175,5% dan 26,64% berturut-turut. Hasil uji *Two Way Anova* dengan menggunakan tingkat kepercayaan 95% menunjukkan bahwa minimal terdapat satu pasang variasi AC dan lama perendaman yang menghasilkan daya *swelling* dan pertambahan diameter berbeda signifikan. Menurut uji BNJ, hanya variasi AC 1:0 yang berbeda nyata dengan variasi yang lain dan hanya lama perendaman 24 jam yang memiliki kemiripan dengan variasi lama perendaman yang lain terhadap daya *swelling* dan diameter. Keberhasilan *crosslinking* antara alginat dan  $\text{Ca}^{2+}$  terlihat dengan terbentuknya puncak pada bilangan gelombang  $819\text{ cm}^{-1}$  di spektra FTIR. Adapun morfologi pada AC 1:2 memiliki bentuk permukaan yang kasar, sedangkan permukaan pada AC 1:0 lebih halus.

## ABSTRACT

Pertiwi, A.C. 2019. **Composition Variation Alginate:CMC on Making Beads CMC from Cellulose of Cornstalk**. Chemistry, Science and Technology Faculty, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Eny Yulianti, M.Si., Supervisor II: Lulu'atul Hamidatu Ulya, M.Sc. Consultant: Febi Yusniyanti, S.Si, M.Sc

---

**Keyword:** alginate-carboxymethyl cellulose, beads, cornstalk

The majority of cornstalks contain 40% of cellulose, so it has great potential to be a source of cellulose. Improving the quality of cellulose is carried out by synthesis into its derivatives, one of which is carboxymethyl cellulose (CMC). CMC showed good thermal stability and high viscosity. Therefore, it potentially formed as cellulose beads. The purpose of this research was to study the optimum composition of alginate:CMC in the synthesis of the composite of alginate CMC (AC) beads as methylene blue adsorbent.

In this research, the composition of alginate:CMC was 0:1, 1:0, 1:1, 1:2, and 1:3. The AC beads were made by dropping technique through ionic gelation method using  $\text{CaCl}_2$  3% as crosslinker. The AC was characterized using *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR), *swelling* test to study the *swelling* power, and SEM-EDX to study the surface characteristics.

The result showed that cellulose extracted of cornstalk waste can be used to synthesize CMC. The optimum composition of AC composite beads was 1:2 which showed the best beads formation, the highest swelling power (175.5%) and diameter (26.64%). *Two Way Anova* test with 95% confidence level showed that there is at least one pair of the AC variations and swelling time results in significant swelling and increasing diameter. According to BNJ test, the AC 1:2 with swelling time for 24 h produced the highest power swelling and diameter. The FTIR spectra of AC showed that wavenumber at  $819\text{ cm}^{-1}$  which indicate the presence of Ca-alginate linkage. The SEM-EDX result of AC without CMC 1:0 showed a smooth surface, while the surface of AC 1:2 is rough.

## الملخص

بيرتيوي، أ.ج. 2019. الاختلافات في مكونات الجينات: كربوكسيميتيل سيلولوسا في صنع حبات CMC من سيلولوسا سيقان الذرة في قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية في مالانج. المشرفة الأولى: إيني يوليانتى الماجستير المشرفة الثانية: لؤلؤة الحميدة العليا الماجستير المشرفة فيني يوسنيانتي الماجستير

الكلمات الرئيسية: الجينات كربوكسيميتيل سيلولوسا، الحبات، سيقان الذرة  
ضمن أكثر من سيقان الذرة 40% من سيلولوسا حتى يستطيع سيقان الذرة أن يُجعل مصدر سيلولوسا كبيرا. ارتفاع فضيلة سيلولوسا يقام بكون اصطناعي ذريته، إحدى من ذريته هي كربوكسيميتيل سيلولوسا (CMC). كربوكسيميتيل سيلولوسا لديه الاستقرار الحراري والزوجة العالية، لذلك لديه قدرة على جعله كحبات سيلولوسا. أهداف البحث هي تحديد مكونات الجينات: أفضل CMC في صنع الحبات الذي يعتمد على قدرة امتصاص الميتيليني الأزرق وقوة تورم الجاذبية وإضافة القطر والقدرة على مكونات حبات.

في هذا البحث، بعد صنع الحبات باختلافات في مكونات الجينات: 1: 0 CMC ، 0: 1، 1: 1، 1: 2، و 3: 1. بعد صنع الحبات باستخدام طريقة جيلاقي الإيونيك مع عامل تشابك  $CaCl_2$  3% وتميزت باستخدام Fourier Transform Infra Red (FTIR)، اختبار التورم لتحديد قوة الانتفاخ، و امتصاص الميتيليني الأزرق لمعرفة قدرة امتصاص مكونات الألوان SEM-EDX لتحديد شكل السطح.

دلت النتائج على أن سيلولوسا في نفايات سيقان الذرة لتوليف CMC الذي يتكون من مكونات مع الجينات لتشكيل الحبات. مكونات الجينات: أفضل CMC في صنع AC هو 1: 2 مع أكبر نسبة من التورم وقطرها 175.5% و 26.64% على التوالي. أشارت نتائج اختبار اتجاهين Anova باستخدام مستوى ثقة 95% إلى أن هناك زوج واحد على الأقل من اختلافات AC وطول زمن الانغماس الذي ينتج عنه زيادة كبيرة في قوة التورم وقطره. وفقاً لاختبار BNJ ، اختلفت الاختلافات في AC 1: 0 اختلافا كبيرا عن الاختلافات الأخرى ومجرد الانغماس 24 ساعة كان مشابهاً للتغيرات الأخرى في زمن الانغماس على قوة التورم وقطره. ظهر نجاح التشابك بين الجينات والكالسيوم من خلال وجود قمة عند الموجة رقم  $819\text{-cm}^{-1}$  في أطياف FTIR . يحتوي التشكل في AC 1: 2 على شكل خشن ونسبة عالية من الامتصاص، في حين أن السطح في AC 1: 0 يكون ناعماً مع مسامية منخفضة

## BAB I

### PENDAHULUAN

#### 1.1 Latar Belakang

Akhir-akhir ini jagung menjadi komoditas cukup strategis secara nasional, sehingga tidak jarang jika proses penanamannya terus ditingkatkan setiap tahun. Jumlah kebutuhan jagung di Indonesia selalu meningkat dari tahun ke tahun karena banyaknya permintaan, salah satunya yaitu dari industri penghasil pakan ternak. Berdasarkan laporan Kementerian Pertanian tahun 2012-2016 menyatakan bahwa selama lima tahun tersebut Jawa Timur menduduki peringkat pertama sebagai penghasil jagung terbesar secara nasional yaitu sebesar 32,06%. Selama ini pemanfaatan jagung hanya fokus pada bijinya, sedangkan bagian yang lain seperti batang dan tongkol jagung kurang termanfaatkan secara maksimal. Akibatnya bagian tersebut dianggap sebagai limbah pertanian. Allah berfirman dalam Al-Qur'an surat Ali-Imran ayat 190-191:

إِنَّ فِي خَلْقِ السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ وَأَخْتِلَافِ اللَّيْلِ وَالنَّهَارِ لَآيَاتٍ لِّأُولِي الْأَلْبَابِ

﴿١٩٠﴾ الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَمًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ

السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَطْلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

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

Allah tidak akan menciptakan segala sesuatu di bumi dengan sia-sia dan tanpa manfaat supaya manusia mampu memikirkan dan mempelajari keagungan Allah melalui ciptaanNya seperti batang jagung. Oleh karena itu, agar menjadi manusia ulul albab, maka salah satu hal yang perlu dipikirkan adalah tentang pengolahan limbah pertanian berupa batang jagung dan mempelajari kandungannya sehingga mampu dimanfaatkan lebih lanjut menjadi selulosa *beads* yang lebih banyak memberikan manfaat. Sebagaimana menurut Gericke dkk, (2013) yang menyatakan bahwa selulosa *beads* dapat diaplikasikan dalam kromatografi, *drug delivery*, pengolahan air, dan imobilisasi protein.

Batang jagung yang akan digunakan penelitian ini diambil dari kecamatan Papar Kediri yang jumlahnya banyak dan belum dimanfaatkan secara optimal. Akibatnya, jumlah batang jagung menjadi salah satu sumber limbah pertanian. Menurut laporan dari Lv dan Wu (2012), batang jagung memiliki kandungan selulosa sebesar 42,6%, 8,2% lignin, 21,3% hemiselulosa, dan 9-11% kadar air. Berdasarkan kandungan tersebut maka batang jagung berpotensi besar untuk dijadikan sebagai sumber selulosa.

Secara umum kapasitas adsorpsi pada batang jagung tidak terlalu tinggi, sebagaimana menurut Yulianti dkk, (2019) bahwa kapasitas adsorpsi dari batang jagung meningkat setelah dilakukan modifikasi. Menurut Lou dkk, (2013) hal tersebut dikarenakan gugus  $-OH$  pada selulosa mengalami ikatan hidrogen antar molekulnya. Oleh karena itu, peningkatan kualitas dari selulosa perlu dilakukan, salah satunya dengan memodifikasi menjadi turunannya. Berdasarkan pernyataan dari O'Connell dkk, (2008), modifikasi dari selulosa dapat dilakukan dengan

mengubah gugus –OH pada C6, C2, atau C3 menjadi gugus fungsi yang lebih reaktif, sehingga meningkatkan kemampuan adsorpsinya.

Menurut Trygg dkk, (2015), selulosa mampu diturunkan menjadi metil, etil, hidroksipropil, hidroksipropil metil, metil etil, dan karboksimetil selulosa (CMC). CMC memiliki viskositas yang tinggi yaitu 700-1550 mPa dengan derajat substitusi 0,6-0,95 (Bayramoglu, 2003), memiliki ukuran yang kecil dan seragam, hidrofilik tinggi, *non-toxic*, *biodegradable*, dan biokompatibel (Ibrahim dkk, 2014). Oleh karena karakter tersebut menjadikan CMC digunakan sebagai bahan pembuatan *beads* dalam penelitian ini.

Sintesis karboksimetil selulosa (CMC) dapat dengan mudah dilakukan dengan alkalisasi, yaitu mereaksikan ekstrak selulosa batang jagung dengan NaOH untuk menghasilkan natrium selulosat, lalu dilanjutkan dengan proses karboksimetilasi dengan menggunakan reagen monokloroasetat (Pitaloka dkk, 2015). Berdasarkan penelitian Haleem dkk, (2014) kondisi optimum pada reaksi sintesis CMC terjadi dengan penambahan 5:5 gram natrium monokloroasetat dengan hasil derajat substitusi sebesar 0,874. Oleh karena itu, pada penelitian ini menggunakan rasio 5:5 gram natrium monokloroasetat.

Biopolimer yang dapat digunakan untuk membuat *beads* adalah sodium alginat. Menurut Sönmez dkk, (2016) alginat dapat digunakan untuk membuat *beads* karena sifatnya yang *biodegradable*, hidrofilik tinggi, dan terdapat sisi aktif yang mampu berikatan dengan kation divalen maupun trivalen karena adanya gugus karboksil. Sedangkan Ren dkk, (2016) melaporkan jika alginat memiliki sifat stabilitas yang rendah dan mudah terdegradasi secara termal, sehingga dalam pemanfaatannya perlu direaksikan dengan material lain.

Pada penelitian ini komposit *beads* dibuat dengan cara kopolimerasi, yaitu mencampurkan alginat dan CMC hasil sintesis. Komposit merupakan campuran antara dua material yang berbeda. Menurut Gericke dkk, (2013) selulosa *beads* merupakan suatu partikel yang berbentuk bulat dengan diameter berskala mikro sampai milimeter. Dalam aplikasinya *beads* dianggap lebih efektif daripada dalam bentuk *flakes*. Hal tersebut karena dalam bentuk *beads* memiliki kapasitas adsorpsi lebih besar dan sifat difusinya tinggi (Wu dkk, 2000), kinetika adsorpsi yang lebih cepat (Nurmasari dkk, 2010) serta memiliki luas permukaan yang besar (Voon dkk, 2016).

Perbandingan komposisi alginat dan selulosa dalam membuat *beads* berpengaruh terhadap daya adsorpsi *beads*. Penggunaan selulosa sebesar 10-25% mampu meningkatkan daya adsorpsi sebesar 68-80%, sedangkan *beads* dengan alginat 100% memiliki kemampuan adsorpsi sebesar 19% (Sönmez dkk, 2016). Jika dilihat dari segi keberhasilan pembentukan bentuk *beads* yang bulat maka berdasarkan laporan Utami (2012), menyatakan jika penggunaan alginat 3% diperoleh *beads* yang hampir bulat, sedangkan Ren dkk, (2016) menyatakan jika *beads* dengan alginat 100% memiliki permukaan yang berporositas rendah dan kaku. Adapun *beads* yang diperoleh dari kombinasi alginat:CMC (1:1) memiliki permukaan yang relatif kasar dan berporositas tinggi. Konsentrasi CMC yang terlalu tinggi menyebabkan *beads* menjadi kaku dan berakibat pada daya *swelling*nya. Dewangan dkk, (2010) menyatakan jika konsentrasi CMC terlalu tinggi pada pembuatan kombinasi alginat:CMC akan menyebabkan morfologinya menjadi rapat dan mengganggu proses difusi.

Pada penelitian ini *beads* dibentuk menggunakan metode gelasi ionik karena termasuk dalam metode yang sederhana. Menurut Park dan Yeo (2007) adanya pembentukan ikatan sambung silang menghasilkan *beads* yang lebih kuat. Metode ini disempurnakan dengan penambahan agen *crosslink* untuk membentuk *beads* yang lebih stabil. Penggunaan  $\text{CaCl}_2$  sebagai agen *crosslink* dengan alginat: CMC akan menghasilkan komposit yang lebih stabil dengan ukuran, kekerasan, dan karakter porositas yang optimum (Dewangan dkk, 2010). Pada penelitian ini konsentrasi  $\text{CaCl}_2$  adalah 3% karena menghasilkan daya *swelling* yang optimum (Ibrahim dkk, 2014).

Akhir-akhir ini pembuatan dan penggunaan hidrogel termasuk *beads* sebagai biosorben semakin banyak dilakukan. Salah satunya adalah dalam pengolahan zat warna berupa metilen biru. Metilen biru berbahaya jika tertelan, terhirup, maupun terkena kulit (Liu dkk, 2011). Oleh karena itu, pengolahan limbah yang mengandung metilen biru perlu dilakukan, salah satunya dengan adsorpsi menggunakan *beads*. Adsorpsi merupakan teknik yang efektif karena mudah dilakukan (Begum dan Mahbub, 2013 serta Hassan dkk, 2014).

Berdasarkan uraian latar belakang diatas maka pembuatan variasi komposisi alginat:CMC perlu dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum dari *beads*. Pada penelitian ini batang jagung akan dimodifikasi menjadi selulosa *beads* dengan variasi perbandingan alginat:CMC 0:1, 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3 dengan penambahan agen *crosslink* berupa  $\text{CaCl}_2$  3%. Selulosa yang diperoleh dari hasil hidrolisis dan pembuatan CMC dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan penentuan komposisi terbaik *beads* dilakukan dengan uji adsorpsi metilen biru, uji *swelling* secara gravimetri dan pengukuran pertambahan diameter menggunakan

mikroskop optik, dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi serta SEM-EDX untuk mengetahui karakter permukaan yang terbentuk.

## 1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas maka dapat dirumuskan permasalahan yaitu:

1. Bagaimana karakter CMC hasil sintesis?
2. Berapa komposisi alginat:CMC terbaik dalam pembuatan *beads* berdasarkan kemampuan adsorpsi metilen biru, daya *swelling* dan pertambahan diameter setelah *swelling* serta kemampuan membentuk *beads*?
3. Bagaimana karakterisasi morfologi permukaan komposisi *beads* alginat:CMC terbaik?

## 1.2 Tujuan

Tujuan penelitian ini adalah:

1. Untuk mempelajari karakter CMC hasil sintesis.
2. Untuk mempelajari komposisi alginat:CMC terbaik dalam pembuatan *beads* berdasarkan kemampuan adsorpsi metilen biru, daya *swelling* dan pertambahan diameter setelah *swelling*, dan kemampuan membentuk *beads*
3. Untuk mempelajari karakterisasi morfologi permukaan komposisi *beads* alginat:CMC terbaik

## 1.3 Batasan Masalah

Penelitian ini dibatasi dengan

1. Pengambilan batang jagung yang digunakan berasal dari kecamatan Papar Kediri
2. Karakter hasil sintesis CMC berdasarkan data FTIR dan XRD
3. Komposisi *beads* alginat:CMC terbaik berdasarkan kemampuan adsorpsi metilen biru, bentuknya yang bulat serta penambahan diameter dan daya *swelling* yang tinggi setelah *swelling*.

#### 3.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan:

1. Mengurangi jumlah dari limbah pertanian dari batang jagung
2. Meningkatkan nilai ekonomi dari limbah batang jagung

## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Kandungan dan Potensi Batang Jagung sebagai Biopolimer

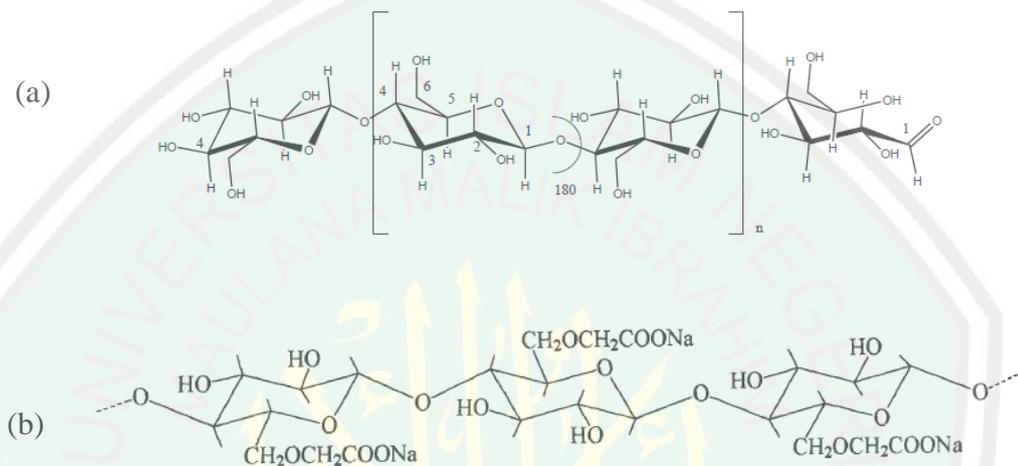
Polimer merupakan molekul besar dan tersusun secara berulang dari unit yang kecil dan sederhana. Jagung berpotensi besar untuk dijadikan sebagai biopolimer karena kandungannya yang tinggi. Menurut Suyanto (2012) menyatakan jika berdasarkan asalnya selulosa termasuk dalam polimer alam (biopolimer). Disebut biopolimer karena polimer alam berasal dari makhluk hidup. Adapun kandungan selulosa pada batang jagung pasca panen adalah selulosa 42,4%; hemiselulosa 29,6%; lignin 21,7%; dan komponen lainnya 5,1% (Lv dan Shubin, 2012). Dengan besarnya kandungan selulosa tersebut maka dapat dimungkinkan jika selulosa batang jagung dapat digunakan sebagai turunannya menjadi CMC yang memiliki banyak manfaat (Nur'ain dkk, 2017).

Adanya gugus reaktif pada polimer maka biopolimer dapat dikembangkan sebagai biosorben yang memiliki selektivitas tinggi dan reaktif terhadap ion logam berat (Sönmez dkk, 2016). Sebagaimana menurut Devi dkk, (2014) menyatakan jika polisakarida yang didasarkan pada golongan biopolimer berupa CMC dan natrium alginat dapat diaplikasikan sebagai biosorben yang memiliki sisi aktif untuk kation divalen.

#### 2.2 Pembuatan Karboksimetil Selulosa (CMC)

Terdapat berbagai turunan selulosa yang dapat dimanfaatkan dalam kehidupan sehari-hari. Salah satunya yaitu karboksimetil selulosa. CMC banyak digunakan sebagai bahan aditif pada berbagai produk karena sifatnya yang *non-*

*toxic* serta memiliki kelarutan dan stabilitas termal yang tinggi. Secara umum gugus hidroksi pada selulosa diganti dengan gugus karboksimetil pada C6, C3 atau C2. CMC dengan derajat substitusi <0,4 mampu mengembang namun tidak larut dalam air, sedangkan jika derajat substitusi >0,4 mudah larut sempurna (Shui dkk, 2017). Adapun struktur dari selulosa dan CMC adalah sebagai berikut



Gambar 2.1 (a) Struktur selulosa dan (b) karboksimetil selulosa (Sartori, 1997 dan Granström, 2009)

Terdapat beberapa faktor yang mempengaruhi pembuatan CMC, yaitu alkalisasi dan eterifikasi (Nur'ain dkk, 2017). Pada tahap alkalisasi selulosa direaksikan dengan NaOH untuk membentuk natrium selulosat. Selama terjadinya alkalisasi maka akan ada kemungkinan terbentuk produk samping, seperti asam glikolat, natrium glikolat, air, dan NaCl (Pitaloka dkk, 2015). Selain itu pada semua proses juga terdapat kemungkinan jika hemiselulosa ikut tereterifikasi (Shui dkk, 2017).

Menurut Nur'ain dkk, (2017) alkalisasi dilakukan dengan menggunakan NaOH karena gugus hidroksil yang ada pada selulosa akan aktif dan

mengembang. Ketika selulosa tersebut sudah mengembang maka reagen karboksimetilasi mudah untuk berdifusi. Adapun reagen yang digunakan yaitu monokloroasetat. Reagen ini mampu bereaksi dalam bentuk asam maupun garamnya yaitu natrium monokloroasetat. Kadar dari garam tersebut berpengaruh terhadap substitusi yang akan terjadi pada struktur selulosa. Selain itu jumlah NaOH yang digunakan juga berpengaruh terhadap jumlah garam monokloroasetat yang akan terlarut. Dalam jumlah yang besar akan mempercepat proses difusi garam untuk bereaksi dengan gugus hidroksi pada selulosa.

Reagen monokloroasetat sangat berpengaruh terhadap kualitas dan mutu CMC selama alkalisasi dan karboksimetilasi. Berdasarkan penelitian dari Haleem dkk, (2014) menyatakan jika kondisi optimum pada pembuatan CMC adalah saat penambahan 5:5 gram natrium monokloroasetat dengan besar derajat substitusi 0,874. Oleh Karen itu pada peneltian ini menggunakan rasio 5:5 garam monokloroasetat.

Nur'ain dkk, (2017) menjelaskan dari hasil penelitiannya jika pada waktu reaksi 1-4 jam derajat substitusi yang diperoleh semakin meningkat dengan waktu optimum selama 4 jam menghasilkan derajat substitusi 0,785. Pushpamalr dkk, (2006) menambahkan jika pada waktu yang optimum reaksi akan berjalan semakin efektif, sehingga agen eterifikasi dengan selulosa dan molekul CMC akan terbentuk secara sempurna. Semakin lama waktu bereaksi maka struktur selulosa akan semakin mengembang dan memperbesar jarak antar gugus pemutusan ikatan dan penggantian gugus akan semakin sulit.

### 2.3 Potensi Sodium Alginat sebagai *Beads* Alginat Selulosa

Menurut Sönmez dkk, (2016) alginat merupakan polisakarida yang diekstraksi dari ganggang coklat, bahan ini sebagai pilihan untuk membuat biosorben dikarenakan sifatnya yang *biodegradable*, hidrofilik, melimpah, dan memiliki sisi ikat aktif pada gugus fungsi karboksilat. Gugus karboksil dari polimer akan menginduksi kemampuannya dalam membentuk gel yang bersifat *biodegradable* dengan polivalen kation. Adapun agen *crosslink* yang biasa digunakan dengan alginat yaitu  $\text{Ca}^{2+}$ .

Ren dkk, (2016) menyatakan bahwa alginat memiliki kestabilan yang rendah, daya resistensi terhadap air rendah, dan mudah terdegradasi secara termal. Oleh karena itu pemanfaatan alginat memerlukan langkah lebih lanjut seperti kopolimerasi. Berdasarkan penelitian dari Dewangan dkk, (2011) dan Tiwari dkk, (2008) alginat dapat dikombinasi dengan CMC untuk membentuk *beads* dan diaplikasikan menjadi biosorben, tetapi pada konsentrasi alginat yang terlalu rendah tidak mampu membentuk *beads*.

### 2.4 Metode Pembuatan *Beads* Alginat Selulosa

Pembuatan *beads* alginat selulosa dilakukan dengan mereaksikan alginat dengan selulosa. Terdapat beberapa turunan selulosa yang lazim digunakan, yaitu karboksimetil selulosa, etil selulosa, metil selulosa, dan etil metil selulosa (Trygg dkk, 2015). Adapun selulosa yang digunakan pada penelitian komposit *beads* alginat selulosa ini yaitu karboksimetil selulosa. Pembuatan gel dalam *beads* dapat dilakukan dengan penambahan agen *crosslink*. Kation akan bertindak sebagai jembatan antar rantai polimer anionik menjadi zona persimpangan dan

membentuk jaringan hidrogel (Ahirrao dkk, 2014). Metode gelasi ionik melibatkan suatu proses ikat silang antar polielektrolit dengan multivalennya. Metode ini dilakukan dengan cara melakukan kompleksasi polielektrolit dengan polielektrolit yang berlawanan (Swarbick dkk, 2007). Dengan adanya pembentukan ikatan silang ini maka kekuatan mekanis dari pembentukan ikatan silang akan lebih kuat (Park dan Yeo, 2007). Menurut Swarbick (2002) metode gelasi ionik termasuk metode yang paling sederhana dan mudah dilakukan.

Sodium alginat akan membentuk gel yang stabil dan bersifat bioadhesiv serta dapat menjadi pengemban yang sensitif bila menggunakan ion kalsium sebagai agen *crosslink*. Adapun ion kalsium yang biasa digunakan adalah berasal dari  $\text{CaCl}_2$  (Ibrahim dkk, 2014). Berdasarkan laporan dari Ibrahim dkk, (2014) menyatakan jika penggunaan konsentrasi 3%  $\text{CaCl}_2$  memiliki kemampuan swelling yang optimum.

## 2.5 Potensi *Beads* AC dalam Adsorpsi Metilen Biru

Teknik adsorpsi dianggap lebih efektif dalam pengolahan zat warna yang ada dalam limbah industri, salah satunya yaitu metilen biru (Hassan dkk, 2014). *Beads* merupakan hidrogel dengan struktur tiga dimensi yang memiliki gugus hidrofilik, sehingga dapat mengembang (*swell*) dalam suatu larutan tanpa mengalami pelarutan (Liu dkk, 2011). *Beads* memiliki tegangan antar muka yang kecil dengan gugus fungsi yang beragam, sehingga mampu menjerat ion logam maupun zat warna berupa metilen biru yang ada dalam limbah dengan kapasitas adsorpsi yang tinggi. Adanya gugus karboksilat menjadikan CMC lebih efektif dalam proses pengolahan limbah lingkungan yang mengandung zat warna. Hal

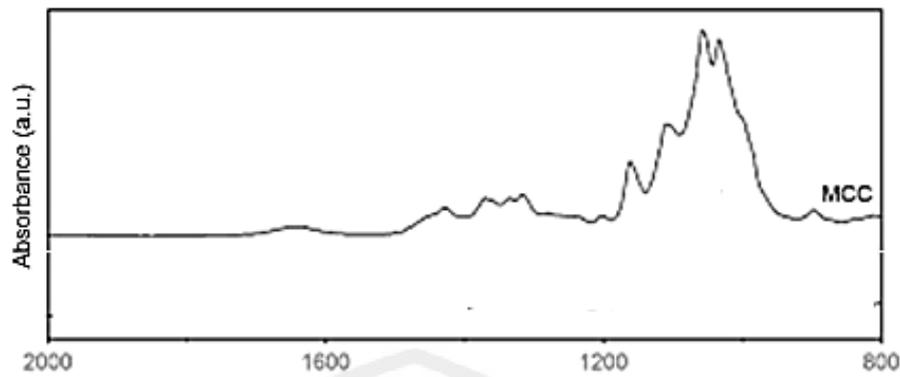
tersebut karena adanya interaksi elektrostatik antar muatan negatif gugus karboksilat dengan muatan positif pada zat warna (Liu dkk, 2017).

Menurut Khodaie dkk, (2013) waktu kontak dalam proses adsorpsi merupakan faktor penting. Adapun proses adsorpsi diawali dengan pencapaian metilen biru pada layar pembatas adsorben, kemudian berdifusi pada permukaan dan struktur pori pada adsorben. Oleh karena itu proses awal dari adsorpsi akan berjalan lama. Berdasarkan penelitian dari Li dkk, (2013) laju adsorpsi berjalan semakin cepat pada menit-menit awal sampai tengah perendaman kemudian menjadi lebih lambat. Hal tersebut mengindikasikan bahwa masih terdapat sisi aktif yang belum berikatan pada awal perendaman, sehingga menyebabkan metilen biru mudah untuk berikatan dengan sisi aktif pada adsorben sehingga jumlah penghilangan metilen biru meningkat dengan cepat.

## **2.6 Karakterisasi**

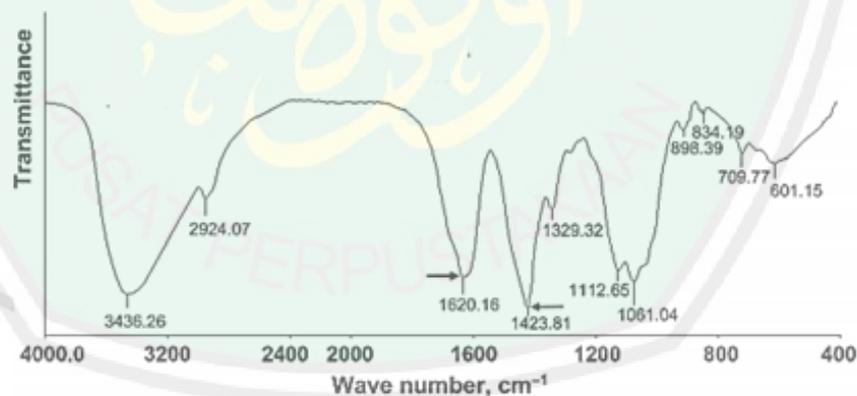
### **2.6.1 Gugus Fungsi dengan Menggunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)**

Menurut Khopkar (2007), spektroskopi inframerah mampu digunakan untuk mengidentifikasi struktur, khususnya pada senyawa organik. Radiasi inframerah terbatas pada perubahan energi tingkat molekul. Perbedaan keadaan dalam vibrasi dan rotasi pada molekul digunakan untuk mengabsorpsi sinar inframerah. Oleh karena itu, agar molekul mampu mengabsorpsi inframerah, maka molekul harus bervibrasi dan mengalami perubahan momen dipol.



Gambar 2.2 Spektra IR selulosa standar (Rehman dkk, 2013)

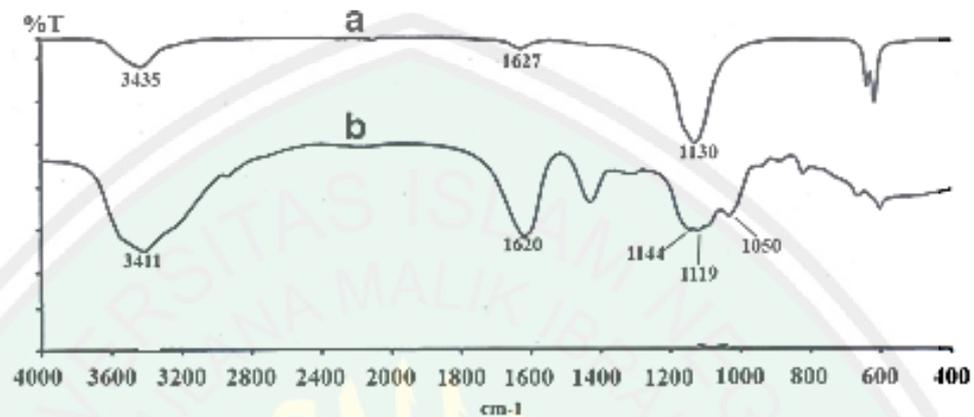
Menurut Rehman dkk, (2013) selulosa murni memiliki serapan yang khas pada gugus  $\text{-OH}$ ,  $\text{-CH}_2$ ,  $\text{C-O-C}$ , dan  $\beta$ -glikosidik. Adapun daerah puncak serapan yang muncul yaitu pada daerah bilangan gelombang  $3340\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakter dari gugus  $\text{OH}$ , *stretching* gugus  $\text{-CH}_2$  pada  $2898\text{ cm}^{-1}$ , vibrasi *bending* dari  $\text{-CH}_2$  pada  $1429\text{ cm}^{-1}$ , gugus  $\text{OH bending}$  pada  $1201\text{ cm}^{-1}$ , *stretching* asimetris pada gugus  $\text{C-O-C}$  di daerah bilangan gelombang  $1161\text{ cm}^{-1}$ , dan karakter serapan dari  $\beta$ -glikosidik pada daerah  $898\text{ cm}^{-1}$ .



Gambar 2.3 Spektra IR CMC standar (Mondal dkk, 2015)

Pada spektra CMC standar terdapat serapan yang luas pada bilangan gelombang  $3426\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakter dari *stretching* gugus  $\text{-OH}$  dan  $2924,07\text{ cm}^{-1}$  adalah vibrasi *stretching* dari  $\text{C-H}$ . Adanya serapan yang tajam pada

1620,16 dan 1423,81  $\text{cm}^{-1}$  adalah gugus  $\text{COO}^-$ . Karakter dari vibrasi bending  $-\text{OH}$  terdapat pada daerah bilangan gelombang 1329,32  $\text{cm}^{-1}$  serta vibrasi *stretching* dari C-O-C terdapat pada daerah bilangan gelombang 1112,65  $\text{cm}^{-1}$ .

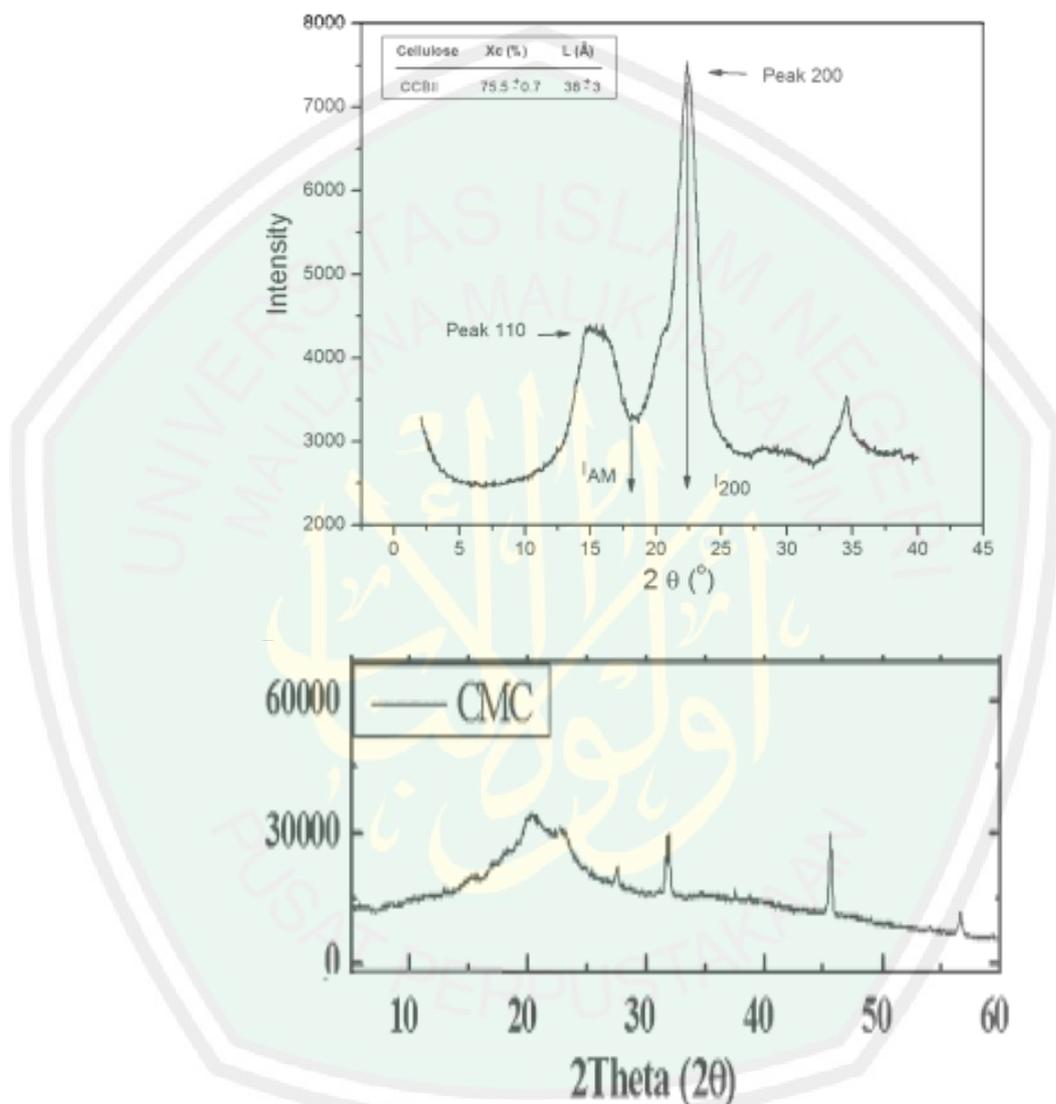


Gambar 2.4 Spektra IR (a) sodium alginate dan (b) *Beads* alginate dengan *crosslink*  $\text{Ca}^{2+}$  (Kusuktham dkk, 2014)

Menurut Kusuktham dkk, (2014) pada spektra FTIR dalam Gambar 2.4 menunjukkan bahwa karakter dari sodium alginate yaitu munculnya puncak pada 1627  $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan karakter dari *stretching* dari  $-\text{COO}^-$ . Serapan dari *stretching* gugus C-O terdapat pada 1130  $\text{cm}^{-1}$  dan serapan yang lebar pada 3435  $\text{cm}^{-1}$  adalah gugus  $-\text{OH}$ . Setelah pemberian agen *crosslink* terlihat apabila terdapat pergeseran puncak C=O menuju bilangan gelombang yang lebih pendek akibat adanya ikatan ionik antara  $\text{Ca}^{2+}$  dan gugus  $\text{COO}^-$  dalam sodium alginate. Menurut Ibrahim dkk, (2014) karakteristik dari ikatan antara Ca-alginate terdapat pada daerah bilangan gelombang 821  $\text{cm}^{-1}$ .

### 2.6.2 Pola Difraksi CMC

Pulp selulosa akan menunjukkan puncak  $2\theta$  pada ( $22^\circ$ ) dan pada CMC juga terdapat puncak pada  $2\theta$  ( $22^\circ$ ) dengan tambahan puncak pada posisi  $2\theta$  ( $45^\circ$ ) dan ( $32^\circ$ ) sebagaimana gambar difraktogram XRD berikut



Gambar 2.5 Pola difraksi (A) selulosa dan (B) karboksimetil selulosa (CMC) (Agarwal dkk, 2015 dan Rehman dkk, 2013)

### 2.6.3 Daya Swelling dan Diameter *Beads* setelah Swelling

Daya *swelling* merupakan kemampuan *beads* dalam mengembang pada media cair dalam kondisi suhu ruang selama waktu tertentu. Ayuningtyas (2012)

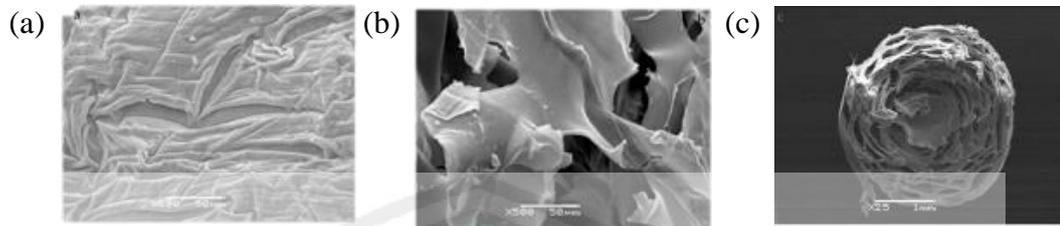
melaporkan bahwa uji *swelling* yang dilakukan pada *beads* pektin dan *beads* alginat dengan variasi waktu perendaman 3, 9, 12, 24, dan 72 jam serta 1 dan 2 minggu dalam akuademin menunjukkan kemampuan *swelling* yang tidak berbeda secara signifikan. Pengembangan hanya sekitar 2,63% dengan ukuran diameter yang bertambah sekitar 1-1,5 mm. Kemudian ketika dilakukan uji dengan variasi waktu perendaman 3 minggu berat *beads* yang dihasilkan tidak terlalu berubah dari variasi waktu 2 jam, tetapi diameternya mengecil sekitar 1-1,5 mm.

Menurut Hariyadi dkk, (2013), penentuan distribusi ukuran dapat dilakukan dengan menggunakan mikroskop optik. Mikroskop optik juga dapat digunakan untuk menentukan bentuk dari mikropartikel (Firdyawati, 2014). Mikroskop optik mempunyai batasan perbesaran dari 400x sampai 1400x (Respati, 2008).

#### **2.6.4 Morfologi Permukaan *Beads* dengan Menggunakan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersion X-ray* (SEM-EDX)**

SEM merupakan suatu alat yang digunakan untuk mengetahui bentuk morfologi maupun struktur secara mikro dari permukaan suatu padatan. Alat ini dilengkapi dengan EDX yang berfungsi sebagai detektor, sehingga mampu menganalisis komponen dari elemen-elemen pada sampel (Kosasih dan Zinuri, 2012). Analisis dengan SEM-EDX digunakan untuk mengetahui struktur permukaan atau fitur suatu material dengan resolusi yang tinggi sehingga diperoleh suatu tampilan dari permukaan (Anwar, 2106). Laporan dari Ren dkk, (2016) menyatakan jika *beads* dengan komposisi alginat 100% menghasilkan permukaan dengan porositas rendah, sedangkan *beads* dengan komposisi alginat

CMC (1:1) menghasilkan porositas yang lebih tinggi. Sebagaimana gambar berikut



Gambar 2.6 (a) *Beads* alginat 100% dengan perbesaran 500X, (b) *Beads* alginat CMC, dengan perbesaran 500X, dan (c) *Beads* yang dipotong melintang dengan perbesaran 25X (Ren, dkk 2016)

## 2.7 Pemanfaatan Batang Jagung dalam Perspektif Islam

Allah telah menundukkan apa yang ada di laut dan di bumi, di antaranya yaitu bintang, gunung, sungai, pohon, binatang, dan segala yang bisa dimanfaatkan. Hal tersebut merupakan wujud dari rahmat Allah SWT, salah satunya yaitu batang jagung. Allah telah berfirman dalam Al-Qur'an surat Al Jatsiyah ayat 13:

وَسَخَّرَ لَكُم مَّا فِي السَّمٰوٰتِ وَمَا فِي الْاَرْضِ جَمِيعًا مِّنْهُۥٓ اِنَّ فِيْ ذٰلِكَ لَاٰيٰتٍ

لِّقَوْمٍ يَّتَفَكَّرُوْنَ ﴿١٣﴾

“Dan Dia telah menundukkan untukmu apa yang di langit dan apa yang di bumi semuanya, (sebagai rahmat) daripada-Nya. Sesungguhnya pada yang demikian itu benar-benar terdapat tanda-tanda (kekuasaan Allah) bagi kaum yang berfikir”

Sebagaimana firman di atas, Departemen Agama RI (2016) menafsirkan bahwa hanya Allah yang mampu menundukkan segala hal yang ada di langit seperti planet dan bintang serta yang ada di bumi seperti tanah dan air untuk

kemaslahatan makhluk ciptaanNya. Hal tersebut menunjukkan wujud dari rahmat Allah dan merupakan tanda-tanda kebesaran Allah bagi orang-orang yang mampu berpikir dan merenungkan firmanNya.

Jagung merupakan salah satu rahmat Allah, sehingga keberadaannya di bumi mampu dimanfaatkan untuk memenuhi kebutuhan bagi makhluk hidup. Namun mayoritas tanaman jagung hanya dimanfaatkan bijinya, sedangkan bagian lain seperti batang jagung kurang dimanfaatkan secara maksimal, sehingga keberadaannya yang banyak pasca panen dianggap sebagai limbah dan menimbulkan pencemaran. Padahal Allah telah berfirman dalam Q.S Asy-Syuara ayat 7 yang menyatakan bahwa Allah telah menumbuhkan berbagai macam tanaman yang baik. Hal tersebut dapat dijadikan sebagai landasan bahwa semua bagian dari tanaman yang telah diciptakan Allah pasti memiliki manfaat, termasuk batang jagung. Adapun isi Al-Qur'an surat Asy-Syuara ayat 7 adalah sebagai berikut:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمَا أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾

*“Dan Apakah mereka tidak memperhatikan bumi, berapakah banyaknya Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?”*

Al Mahalli dan As-Suyuti (2009) mengartikan lafaz *أَوَلَمْ يَرَوْا* dengan *Dan apakah mereka tidak memperhatikan*. Lalu Shihab (2002) menafsirkan bahwa lafaz tersebut mengandung makna *batas akhir*, yaitu mengajak manusia untuk mengarahkan pandangan hingga batas kemampuannya tentang segala sesuatu dalam bumi dengan aneka tanah dan keajaiban tumbuhannya yang terhampar. Adapun arti lafaz *مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ* adalah *dari bermacam-macam tumbuhan yang baik* dan Shihab (2002) menafsirkan lafaz tersebut bahwa tumbuhan yang baik adalah tumbuhan yang bermanfaat.

Oleh karena itu sebagai salah satu upaya penerapan untuk mengambil manfaat dari segala sesuatu yang telah Allah ciptakan adalah dengan mengolah limbah batang jagung. Dengan dilengkapi ilmu pengetahuan, batang jagung yang semula hanya dianggap sebagai limbah mampu diketahui kandungan yang masih bisa dimanfaatkan, salah satunya yaitu selulosa. Hasil selulosa yang diperoleh dimodifikasi lebih lanjut menjadi selulosa *beads* dengan manfaat yang lebih beragam.



## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Pelaksanaan Penelitian

Penelitian ini akan dilakukan pada bulan Februari-Juli 2019 di Laboratorium Riset Kimia Fisik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

#### 3.2 Alat dan Bahan

##### 3.2.1 Bahan

Bahan yang digunakan meliputi: limbah batang jagung berasal dari kecamatan Papar Kediri, natrium hidroksida (NaOH) p.a, asam klorida (HCl) 37% p.a, natrium monokloroasetat (ClCH<sub>2</sub>COONa) p.a, metanol (CH<sub>3</sub>OH) p.a, kalsium klorida (CaCl<sub>2</sub>) p.a, natrium klorit (NaClO<sub>2</sub>) p.a, asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH) p.a, natrium alginat (C<sub>6</sub>H<sub>7</sub>O<sub>6</sub>Na)<sub>n</sub> p.a, metilen biru (C<sub>16</sub>H<sub>18</sub>N<sub>3</sub>SCl) p.a., aquademin, dan akuades.

##### 3.2.2 Alat

Alat yang digunakan meliputi: seperangkat alat gelas, oven, kertas pH, *hot plate*, seperangkat alat *reflux*, timbangan analitik, kertas saring, termometer, *aluminium foil*, magnetik *stirrer*, *syringe needle*, XRD, mikroskop optik, FTIR dan SEM-EDX.

#### 3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian yang dilakukan merupakan *experimental laboratory*, yaitu pembuatan variasi komposisi AC pada *beads* CMC dari selulosa batang jagung.

Adapun sampel yang digunakan berasal dari Papar Kediri. Pertama batang jagung diekstraksi dengan basa kuat NaOH 10% untuk menghilangkan senyawa non selulosa. Ekstrak selulosa yang diperoleh digunakan sebagai bahan pembuatan karboksimetil selulosa menggunakan pelarut NaOH 30% dengan perbandingan natrium monokloroasetat dan selulosa sebesar 5:5. Karboksimetil selulosa yang terbentuk dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dan XRD untuk mengetahui posisi  $2\theta$ -nya. Selanjutnya dilakukan variasi AC 0:1, 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3 untuk mengetahui *beads* optimum yang dilihat dari kemampuan adsorpsi metilen biru, daya *swelling* secara gravimetri dan penambahan diameternya serta kemampuan membentuk *beads*. Metode yang digunakan pada penelitian ini yaitu gelas ionik dengan agen *crosslink* berupa kalsium klorida 3%. Kemudian diidentifikasi berdasarkan kemampuan adsorpsi metilen biru, daya *swelling* secara gravimetri dan penambahan diameternya menggunakan mikroskop optik, gugus fungsi dengan FTIR, dan karakter permukaan dengan SEM-EDX

### 3.4 Tahapan Penelitian

1. Preparasi sampel
2. Ekstraksi selulosa dari batang jagung
3. Pembuatan karboksimetil selulosa dengan perbandingan 5:5 gram natrium monokloroasetat menggunakan pelarut NaOH 30%
4. Karakterisasi Karboksimetil Selulosa (CMC)
5. Pembuatan Kurva Standar metilen biru
6. Penentuan komposisi terbaik alginat:CMC dalam pembuatan *beads*

7. Karakterisasi
8. Analisis data

### **3.5 Pelaksanaan Penelitian**

#### **3.5.1 Preparasi Sampel Batang Jagung**

Batang jagung dicuci dan dikeringkan menggunakan sinar matahari. Sampel kering dari batang jagung digiling dan. Setelah itu dikeringkan menggunakan oven selama 24 jam dengan suhu 90 °C. Serbuk yang diperoleh kemudian dikarakterisasi gugus fungsinya menggunakan FTIR.

#### **3.5.2 Ekstraksi Selulosa dari Sampel Batang Jagung**

50 gram batang jagung dalam bentuk serbuk direndam menggunakan NaOH 10% sebanyak 1 L pada suhu 80 °C selama 90 menit. Pulp yang diperoleh dinetralkan menggunakan akuades, Setelah itu *dibleaching* menggunakan NaClO<sub>2</sub> 1% sebanyak 200 mL dan diasamkan menggunakan CH<sub>3</sub>COOH 10% sampai pH 5 pada suhu 75 °C selama 1 jam. Selanjutnya dinetralkan kembali menggunakan akuades dan diperas. Pulp selulosa yang diperoleh dihidrolisis menggunakan asam klorida 5% (1:20) pada 95 °C selama 1 jam sehingga didapatkan *microfiber*-terdispersi (Azizah dkk, 2018). Kemudian sampel yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR dan XRD.

#### **3.5.3 Pembuatan Karboksimetil Selulosa (CMC)**

Lima gram selulosa batang jagung ditambahkan dengan 100 mL akuades dan 10 mL larutan natrium hidroksida 30% tetes per tetes dengan diaduk selama 1 jam. Setelah itu ditambahkan natrium monokloroasetat sebanyak lima gram. Kemudian campuran dipanaskan pada suhu 60 °C selama tiga jam. Hasil berupa

lumpur disaring dan diambil residunya untuk direndam menggunakan 100 mL metanol selama 24 jam. Selanjutnya dinetralkan menggunakan asam asetat dan disaring kembali untuk diambil residunya. Residu yang diperoleh dikeringkan dalam oven pada suhu 60 °C hingga beratnya konstan (Latifah dkk, 2019). Setelah itu dikarakterisasi dengan FTIR dan XRD.

#### 3.5.4 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru

Larutan baku metilen biru dibuat dengan konsentrasi 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5. Masing-masing larutan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 665,0 nm dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis (VARIAN), setelah itu dibuat kurva standar dengan sumbu x adalah konsentrasi dan sumbu y adalah absorbansi. Kemudian diperoleh persamaan garis  $y = ax + b$ .

#### 3.5.5 Penentuan Komposisi Terbaik AC dalam Pembuatan *Beads*

Natrium alginat dan CMC dengan variasi (0:1, 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3) dilarutkan dalam akuades sebanyak 25 mL dengan *stirer* sampai terbentuk larutan yang homogen dan konstan. Lalu larutan viskosa yang terbentuk di-*dropping* menggunakan *syringe* 10 mL ke dalam larutan CaCl 3% sebanyak 100 mL dan didiamkan selama 24 jam. Setelah itu dibilas menggunakan akuademin dan dikeringkan pada suhu 37 °C (Dewangan dkk, 2010 dan Ibrahim dkk, 2014). Setelah itu diuji kemampuan adsorpsi menggunakan metilen biru, dikarakterisasi daya *swelling* secara gravimetri dan pertambahan diameternya setelah *swelling* menggunakan mikroskop optik, FTIR, dan bentuk morfologinya dengan SEM.

### 3.5.6 Karakterisasi

#### 3.5.6.1 XRD Karboksimetil Selulosa (CMC)

Hasil sintesis CMC dianalisis dengan menggunakan XRD (X'pertPRO PANalytical) yang dioperasikan pada 40 kV dan 30 mA dengan radiasi Cu K $\alpha$  pada panjang gelombang 1,54056 Å. Sampel di scan pada rentang 0°-60° 2 $\theta$  pada suhu ruang.

#### 3.5.6.2 Karakterisasi Gugus Fungsi

*Beads* dikarakterisasi gugus fungsinya dengan menggunakan FTIR (VARIAN tipe FT 1000). *Beads* yang terbentuk beserta padatan KBr digerus sampai menjadi serbuk menggunakan mortar agate. Lalu dibentuk menjadi pellet dengan cara ditempatkan dalam preparat dan dipress. Setelah itu pellet diletakkan pada sample holder dan dilanjutkan pengukuran gugus fungsinya (Lessa dkk, 2016).

Tabel 3.1 Data Karakterisasi FTIR

Tahapan	Spektra IR
Serbuk batang jagung	A
Delignifikasi	B
Bleaching	C
Hidrolisis selulosa	D
Pembuatan CMC	E
Komposisi AC	AC 1:0, AC, 1:1, AC 1:2, AC 1:3

#### 3.5.6.3 Uji *Swelling Beads* AC

Sebanyak  $\pm$  40 mg *beads* AC direndam dalam 5 mL aquademin. *Beads* AC ditimbang pada waktu ke-3 jam, 24 jam, dan 29 jam setelah *swelling*. Uji daya *swelling* dapat dilakukan secara gravimetri menggunakan persamaan 3.1

(Suvachittanont and Pookingdao, 2013) dan secara mikroskop optik untuk menghitung diameter AC menggunakan persamaan 3.2

$$\% \text{ swelling index} = \frac{W_f - W_i}{W_i} \times 100 \dots \dots \dots (3.1)$$

$W_f$  adalah berat *beads* setelah *swelling* dan  $W_i$  adalah berat *beads* kering

$$\% \text{ Diameter} = \frac{D_f - D_i}{D_i} \times 100 \dots \dots \dots (3.2)$$

$D_f$  adalah diameter *beads* akhir dan  $D_i$  adalah diameter *beads* awal.

Tabel 3.2 Daya *swelling* pada variasi komposisi AC

Variasi Komposisi alginat:CMC (gram)	Variasi waktu perendaman uji <i>swelling</i>		
	T3	T24	T29
0:1 (A)	T3Aa	T24Aa	T29Aa
	T3Ab	T24Ab	T29Ab
	T3Ac	T24Ac	T29Ac
1:0 (B)	T3Ba	T24Ba	T29Ba
	T3Bb	T24Bb	T29Bb
	T3Bc	T24Bc	T29Bc
1:1 (C)	T3Ca	T24Ca	T29Ca
	T3Cb	T24Cb	T29Cb
	T3Cc	T24Cc	T29Cc
1:2 (D)	T3Da	T24Da	T29Da
	T3Db	T24Db	T29Db
	T3Dc	T24Dc	T29Dc
1:3 (D)	T3Da	T24Da	T29Da
	T3Db	T8Db	T29Db
	T3Dc	T8Dc	T29Dc

#### 3.5.6.4 Adsorpsi Metilen Biru

*Beads* AC 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3 digunakan untuk adsorpsi metilen biru.

Daya adsorpsi AC terhadap metilen biru ditentukan dengan cara dimasukkan 11 mL metilen biru 50 ppm ke dalam tabung reaksi yang berisi AC kemudian ditutup aluminium foil. Selanjutnya diukur absorbansi dan konsentrasinya dengan spektrofotometer UV-Vis (VARIAN) pada panjang gelombang 665,0 nm.

### 3.5.6.5 Karakterisasi Morfologi Permukaan

Karakterisasi morfologi *beads* AC dilakukan dengan SEM-EDX (JEOL JSM 6510LA). Sampel diletakkan pada *carbon tape* dan *fine gold sputtering*. Selama pemindaian berjalan tegangan akselerasi diatur. Gambar diambil dengan perbesaran optimal sehingga morfologi permukaan terlihat jelas. Analisis ini dilakukan pada AC optimum dan kontrol.

### 3.5.7 Analisis Data

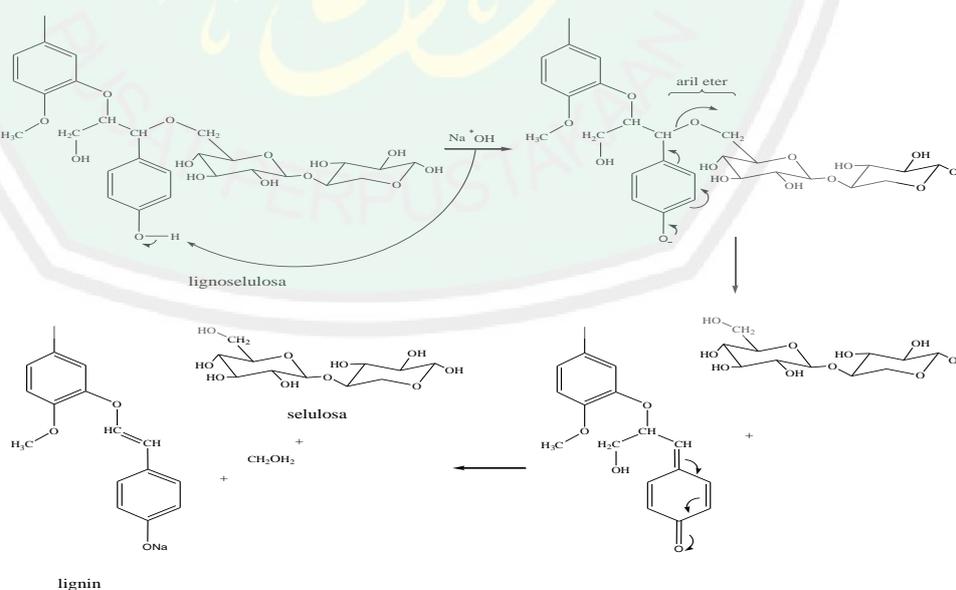
1. Identifikasi posisi puncak  $2\theta$  selulosa dan hasil sintesis CMC dibandingkan dengan literatur.
2. Gugus fungsi dari serbuk batang jagung, hasil delignifikasi, hasil *bleaching*, ekstrak selulosa, karboksimetil selulosa, dan semua variasi *beads* AC dibandingkan dengan literatur kemudian diidentifikasi adanya puncak yang terbentuk maupun yang hilang.
3. Identifikasi daya *swelling* secara gravimetri dan diameter *beads* AC setelah *swelling* dibandingkan dengan literatur.
4. Identifikasi kemampuan adsorpsi metilen biru dibandingkan dengan literatur.
5. Morfologi permukaan dari *beads* optimum dan kontrol pada SEM-EDX dibandingkan dengan literatur.

## BAB IV

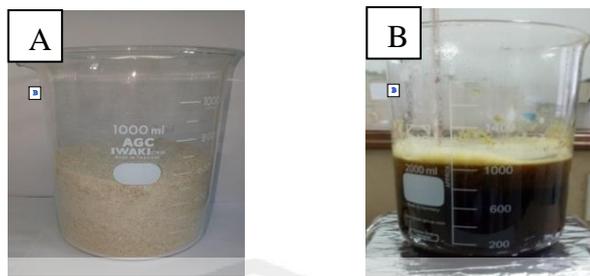
### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Ekstraksi Selulosa

Pada penelitian ini ekstraksi selulosa dari batang jagung menggunakan beberapa tahap. Tahap yang pertama yaitu delignifikasi selulosa menggunakan larutan NaOH dengan tujuan untuk melarutkan kandungan non selulosa berupa lignin, sehingga selulosa yang dihasilkan akan terpisah dengan komponen yang lain. Mekanisme reaksi yang terjadi selama proses delignifikasi adalah sebagaimana Gambar 4.1. NaOH akan terdisosiasi menjadi  $\text{Na}^+$  dan  $\text{OH}^-$ .  $\text{OH}^-$  akan menyerang atom H yang terikat pada gugus OH fenolik lignin dan dilanjutkan dengan resonansi, sehingga ikatan lignin dan selulosa terputus. Lignin yang terputus dari selulosa akan bermuatan negatif dan bersifat nukleofil, sehingga mampu berikatan dengan  $\text{Na}^+$  dari NaOH membentuk garam natrium fenolat yang mudah larut ditandai dengan lindi cair berwarna hitam pekat sebagaimana Gambar 4.2b.



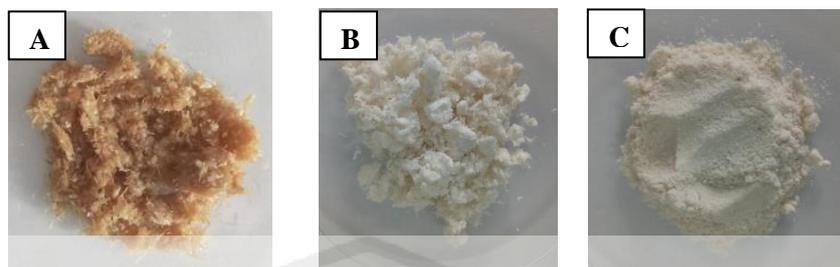
Gambar 4.1 Mekanisme reaksi pemutusan lignin dari lignoselulosa



Gambar 4.2 (a) Serbuk batang jagung dan (b) lindi hitam

Proses delignifikasi pada tahap ekstraksi selulosa tidak mampu menghilangkan lignin secara keseluruhan, sehingga dimungkinkan terdapat lignin yang tersisa. Hal tersebut terlihat dari warna coklat pulp hasil proses delignifikasi sebagaimana Gambar 4.3a. Oleh karena itu proses ekstraksi dilanjutkan dengan tahap pemutihan (*bleaching*) dengan natrium klorit ( $\text{NaClO}_2$ ). Zat pemutih ini berfungsi untuk kembali mendegradasi lignin yang tersisa dari proses sebelumnya. Ekstrak selulosa dari proses ini berwarna putih yang menunjukkan bahwa sisa lignin telah didegradasi kembali oleh natrium klorit. Pada proses ini natrium klorit dikondisikan dalam suasana asam dengan penambahan asam asetat karena natrium klorit optimum pada suasana asam dan lignin mampu larut dalam air (Rahmadiar dkk, 2018).

Ekstrak selulosa yang dihasilkan dihidrolisis menggunakan HCl dan diperoleh ekstrak selulosa berwarna putih kekuningan, sebagaimana Gambar 4.1c Menurut Tarmansyah (2007) selulosa mampu larut dalam asam pekat. Oleh karena itu rantai selulosa mampu dipecah serta dihilangkan bagian amorfnya membentuk selulosa yang lebih pendek dan sederhana dengan tingkat kristalinitas yang lebih tinggi.



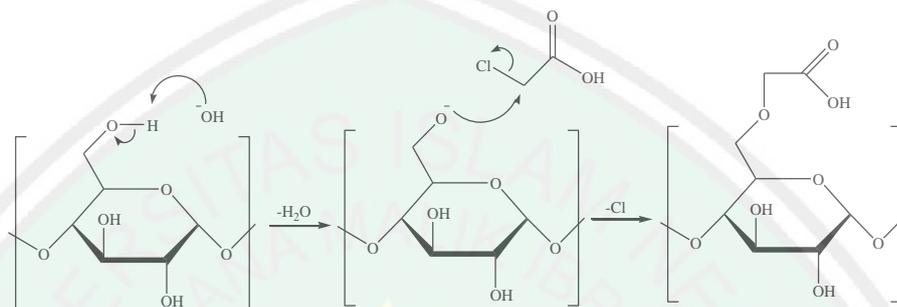
Gambar 4.3 (a) Pulp hasil delignifikasi, (b) Pulp setelah *bleaching*, dan (c) selulosa hasil ekstraksi

Hasil ekstrak selulosa yang dihasilkan dengan mengekstraksi serbuk batang jagung sebesar 50 gram adalah 35 gram. Berat serbuk batang jagung mengalami penurunan yang dapat menunjukkan bahwa senyawa non selulosa berupa lignin dan hemiselulosa berhasil dipisahkan. Adapun rendemen selulosa yang diperoleh sebesar 30%.

#### 4.2 Pembuatan Karboksimetil Selulosa (CMC)

CMC merupakan turunan selulosa dari hasil substitusi gugus OH selulosa dengan gugus karboksimetil pada C3, C6, atau C2. Pembuatan karboksimetil selulosa meliputi dua tahap yaitu alkalisasi dan karboksimetilasi. Pada proses alkalisasi, selulosa akan bereaksi dengan NaOH membentuk natrium selulosat. Gugus OH<sup>-</sup> menyerang atom H pada OH C3, C6, atau C2 selulosa dan berikatan menghasilkan produk samping berupa H<sub>2</sub>O. Tahap tersebut akan menyebabkan gugus OH yang ada pada selulosa mengembang. Selulosa merupakan rantai polimer, sehingga apabila direaksikan dengan pelarut berupa NaOH maka pelarut tersebut akan berdifusi dan menjadikan selulosa mengembang sampai rantai selulosa terurai dan terlarut dengan pelarut.

Selulosa yang mengembang akan memudahkan agen monokloroasetat berdifusi pada tahap karboksimetilasi. Kemudian pada karboksimetilasi dilakukan dengan menambahkan agen monokloroasetat. Adapun mekanisme reaksi pembentukan karboksimetil selulosa sebagaimana yang telah dipaparkan oleh Adeyanju dkk (2016) adalah sebagai berikut



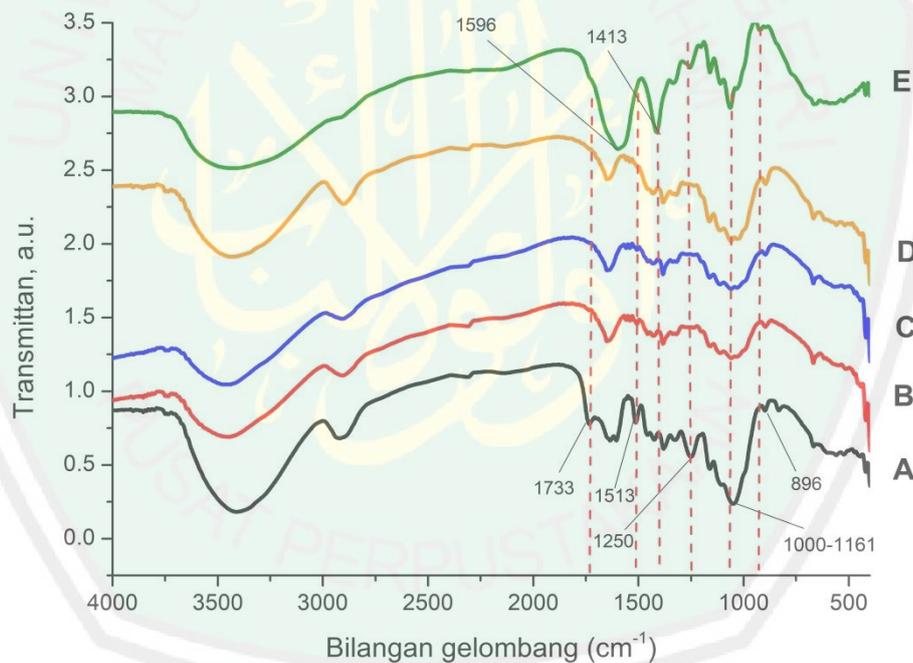
Gambar 4.4 Mekanisme reaksi sintesis karboksimetil selulosa

Gugus  $\text{OH}^-$  menyerang atom H pada OH dari selulosa dan membentuk nukleofil kuat sehingga mampu menyerang atom C dari agen monokloroasetat melalui reaksi eterifikasi membentuk karboksimetil selulosa.

#### 4.3 Karakterisasi Selulosa dan CMC Sintesis

Komponen utama pada batang jagung adalah selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Berdasarkan spektra pada Gambar 4.3a menunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang  $1500\text{-}1600\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan vibrasi cincin aromatik. Hal ini menunjukkan bahwa pada batang jagung mengandung lignin karena adanya serapan pada bilangan gelombang  $1513\text{ cm}^{-1}$ . Rehman dkk (2013) mengatakan bahwa adanya lignin juga dibuktikan dengan adanya serapan pada daerah bilangan gelombang  $1244\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakter C-O-C *stretching*. Pada spektra 4.3b, c, dan d menunjukkan apabila intensitas pada bilangan gelombang  $1250\text{ cm}^{-1}$

mengalami penurunan. Hal tersebut mengindikasikan apabila jumlah lignin sudah berkurang. Adapun ikatan C=O karakter dari hemiselulosa ditunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang  $1733\text{ cm}^{-1}$  (Rehman dkk, 2013) dan  $1000-1161\text{ cm}^{-1}$  (Lv dan Wu 2012). Serapan pada bilangan gelombang  $1733\text{ cm}^{-1}$  muncul pada spektra 4.3a, tetapi tidak muncul pada spektra 4.3b, c, dan d, kemudian pada serapan  $1000-1162\text{ cm}^{-1}$  mengalami penurunan intensitas yang mengindikasikan bahwa setelah tahap delignifikasi dan *bleaching* hemiselulosa berkurang. Hal tersebut membuktikan bahwa delignifikasi dan *bleaching* mampu menghilangkan komponen hemiselulosa.



Gambar 4.5 Spektra IR (a) serbuk batang jagung, (b) delignifikasi, (c) *bleaching*, (d) selulosa hasil ekstraksi, dan (e) CMC

Tabel 4.1 Data Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) spektrum IR serbuk batang jagung, delignifikasi, *bleaching*, selulosa hidrolisis, dan karboksimetil selulosa

Bilangan gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ )					
Serbuk batang jagung	Delignifikasi	<i>Bleaching</i>	Selulosa setelah hidrolisis	CMC	Jenis modus vibrasi
3409	3466	3464	3435	3436	OH <i>stretching</i>
2920	2905	2906	2901	2901	C-H <i>stretching</i>
1733	-	-	-	-	C=O <i>stretching</i>
1634	1648	1648	1648	-	OH <i>bending</i>
-	-	-	-	1596	C=O <i>stretching</i>
1513	-	-	-	-	C=C <i>stretching</i>
1380	1382	1383	1381	-	C-H <i>deformation</i>
1327	1319	-	1319	1334	C-H <sub>2</sub> <i>deformation</i>
1250	-	-	-	-	C-O-C <i>stretching</i> (ik eter aromatik)
1161	1110	1161	1162	1160	C-O-O <i>assym</i>
-	-	1032	1030	-	C-O <i>stretching</i>
832	896	896	896	897	$\beta$ -glikosidik

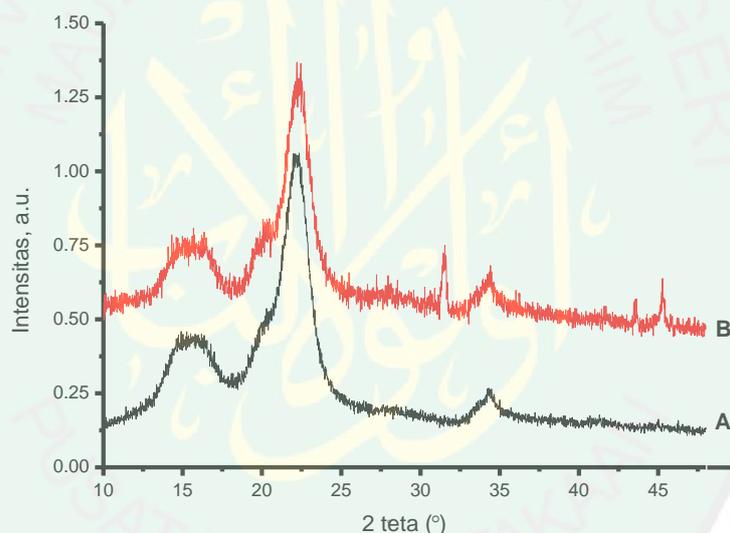


Gambar 4.6 CMC sintesis

Berdasarkan pengamatan secara fisik hasil sintesis CMC dan selulosa hasil ekstraksi tidak berbeda secara signifikan. Hasil karakterisasi FTIR pada Gambar 4.5e dapat menunjukkan bahwa setelah proses karboksimetilasi pada sintesis CMC terdapat perbedaan yang terlihat yaitu serapan yang lebih tajam pada bilangan gelombang 1596 dan 1413  $\text{cm}^{-1}$ . Hal tersebut menunjukkan karakter dari gugus karbonil yang semakin meningkat hasil pergantian dari atom hidrogen dari gugus hidroksil pada selulosa. Profil spektra FTIR CMC sintesis memiliki

kemiripan dengan CMC standar sebagaimana pada penelitian Mondal dkk, (2015).

Hasil penelitian difraktogram XRD selulosa dan CMC ditampilkan pada Gambar 4.6. Adapun puncak  $2\theta$  yang muncul yaitu pada posisi  $16^\circ$  dan  $22,3^\circ$ . Hal ini sesuai dengan penelitian Rehman dkk, (2013) dan Maheswari dkk, (2012). Puncak pada CMC hampir sama dengan puncak pada selulosa, namun adanya puncak pada posisi  $31,56^\circ$  dan  $45,28^\circ$  menunjukkan bahwa puncak tersebut merupakan karakter dari difraktogram CMC. Hasil yang diperoleh sesuai dengan penelitian Yeasmin dan Mondal (2015).

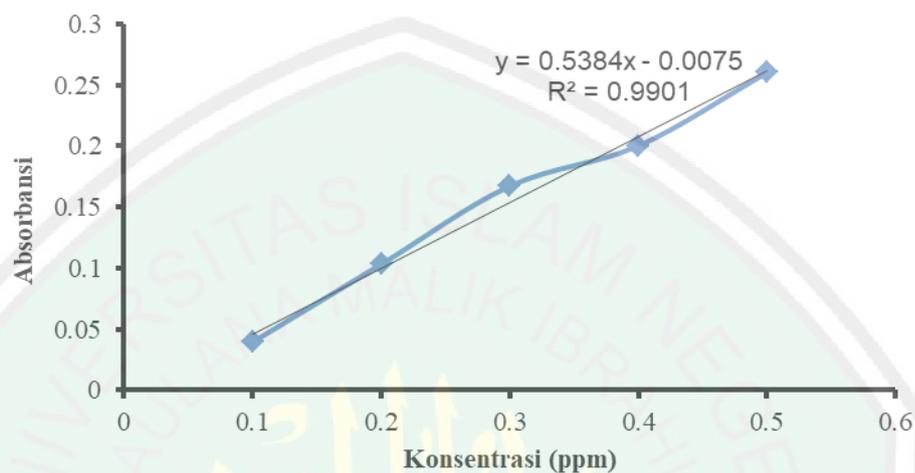


Gambar 4.7 Difraktogram XRD (a) selulosa dan (b) CMC sintesis

#### 4.4 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru

Pembuatan kurva standar dilakukan untuk mengetahui hubungan antara absorbansi dengan konsentrasi standar metilen biru. Berdasarkan hukum Lambert-Beer, intensitas yang diteruskan oleh larutan zat penyerap berbanding lurus dengan konsentrasi larutan. Pengukuran dilakukan menggunakan

spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum 665,0 nm dengan variasi konsentrasi standar metilen biru yang digunakan yaitu 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 ppm. Adapun kurva hubungan antara absorbansi dan konsentrasi larutan standar metilen biru sebagaimana Gambar 4.8 berikut



Gambar 4.8 Kurva standar metilen biru

Hasil kurva standar tersebut sesuai dengan hukum Lambert-Beer di atas bahwa semakin besar konsentrasi larutan standar metilen biru yang digunakan menghasilkan absorbansi yang semakin besar pula. Adapun persamaan regresi yang diperoleh yaitu  $y = 0,5384x - 0,0075$  dengan nilai  $R^2 = 0,9901$  dengan  $y$  adalah absorbansi dan  $x$  adalah konsentrasi metilen biru dalam ppm. Kemudian konsentrasi metilen biru yang ada dalam sampel dapat ditentukan menggunakan persamaan regresi di atas setelah diketahui absorbansinya.

#### 4.5 Komposisi Terbaik Alginat:CMC dalam Pembuatan *Beads*

Alginat mampu digunakan sebagai *beads* karena sifatnya yang *biodegradable*, hidrofilik tinggi, dan terdapat sisi aktif yang mampu berikatan

dengan ion multivalent. Alginat mudah terdegradasi secara termal dan memiliki stabilitas yang rendah, sehingga perlu dilakukan kopolimerisasi (Ren dkk, 2016) salah satunya dengan CMC. Pembuatan AC dilakukan menggunakan teknik *dropping* dengan metode gelasi ionik



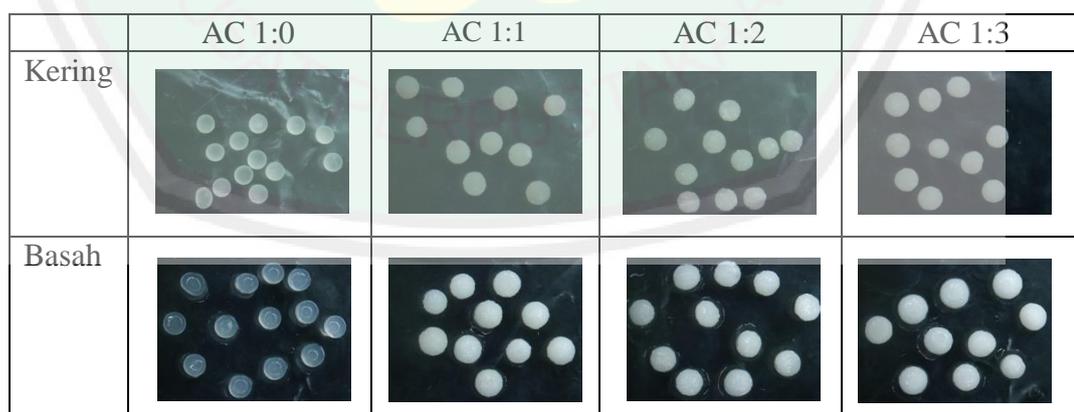
Gambar 4.9 AC (a) basah, (b) kering, dan (c) setelah *swelling*, kering, dan basah (dari kiri ke kanan)

Komposisi alginat CMC yang digunakan dalam pembuatan AC yaitu 1:0, 0:1, 1:1, 1:2, dan 1:3. Pada komposisi AC 0:1 tidak dapat membentuk *beads* karena pada komposisi tersebut hanya terdiri dari matriks berupa CMC, sedangkan fiber yang berperan sebagai pembentuk bulat berupa alginat tidak ada, sehingga ketika larutan viskosa diteteskan ke dalam larutan *crosslink* tidak mampu berbentuk bulat.

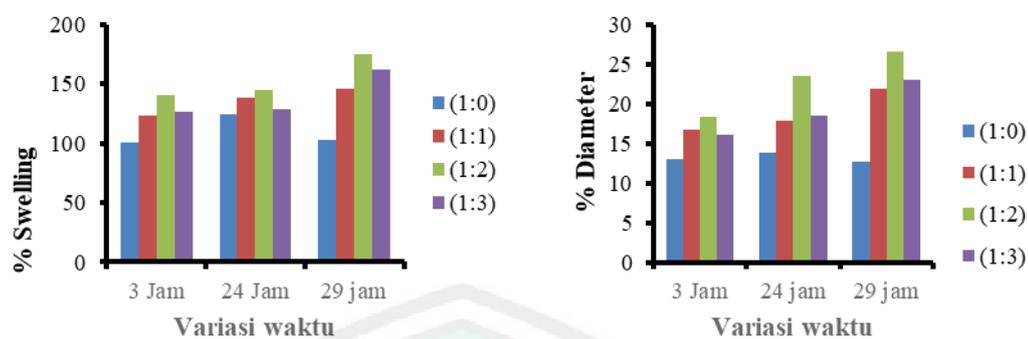
Keberhasilan pembentukan AC sangat bergantung pada penggunaan komposisi yang tepat untuk memperoleh AC optimum yang dilihat dari segi bentuknya yang bulat, memiliki daya *swelling* serta pertambahan diameter yang tinggi pasca *swelling*, dan kemampuan adsorpsi metilen biru yang tinggi. Berdasarkan informasi yang diperoleh dari hasil penelitian diperoleh bahwa AC optimum adalah AC 1:2. Dibandingkan *beads* yang lain, AC 1:2 memiliki bentuk yang lebih bulat daripada komposisi yang lain, sebagaimana gambar yang ditampilkan pada Gambar 4.10. Selain itu juga AC mengalami peningkatan daya

*swelling* dan diameter paling tinggi seiring dengan semakin lama waktu perendaman sebagaimana terlihat pada Gambar 4.11.

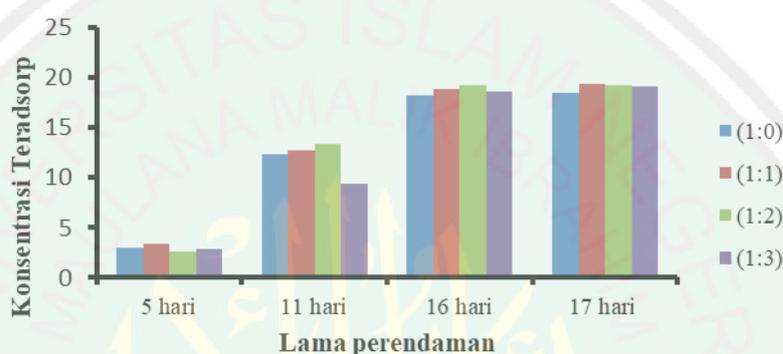
Informasi-informasi diatas dilengkapi dengan data adsorpsi metilen biru yang menunjukkan hasil bahwa AC 1:2 memiliki kemampuan adsorpsi metilen biru yang paling tinggi selama sebelas dan enam belas hari adsorpsi, kemudian pada hari setelahnya adsorpsi hampir konstan dan tidak ada perbedaan secara signifikan. Hasil ini terlihat jelas pada Gambar 4.12. Pada lima hari perendaman proses adsorpsi berjalan lambat, sehingga banyaknya metilen biru yang teradsorp dalam beads hanya sedikit. Hal tersebut dikarenakan pada awal proses adsorpsi metilen biru hanya mencapai layar pembatas *beads* dan semakin lama waktu perendaman metilen biru berhasil berdifusi pada permukaan dan struktur pori *beads*. Akhirnya sisi aktif pada beads AC yaitu gugus karboksilat yang bermuatan negatif mampu berikatan dengan kation pada metilen biru. Adapun penentuan besarnya konsentrasi metilen biru yang teradsorp menggunakan kurva standar pada persamaan  $y = 0,5384x - 0,0075$  dengan panjang gelombang maksimum 665,0 nm.



Gambar 4.10 Hasil karakterisasi mikroskop optik AC kering dan *swelling* dengan perbesaran 0,75 X 10 Kali



Gambar 4.11 Grafik persen *swelling* dan diameter AC setelah *swelling*



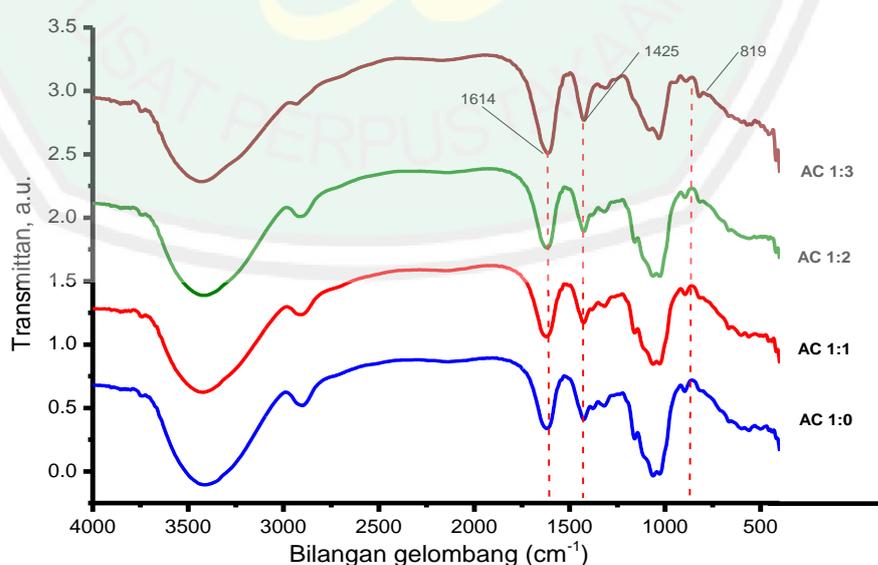
Gambar 4.12 Grafik adsorpsi metilen biru

Daya *swelling* dan diameter yang diperoleh diuji kembali menggunakan uji statistika berupa uji *two way* ANOVA. Variasi komposisi dan lama waktu perendaman masing-masing terhadap daya *swelling* dan diameter menunjukkan bahwa  $F_{hitung} > F_{tabel}$  dengan probabilitas  $< \alpha (0,05)$ . Hasil ini ditunjukkan pada Tabel L.4.3 dan L.4.6. Oleh karena itu, dapat dinyatakan apabila terdapat minimal satu variasi komposisi AC serta lama perendaman terhadap daya *swelling* dan diameter yang memiliki perbedaan signifikan, sehingga perlu dilakukan uji lanjut menggunakan uji BNJ/tukey.

Hasil analisis statistika BNJ/tukey terhadap daya *swelling* ditampilkan pada Tabel L.4.4 dan L.4.5 serta terhadap diameter pada L.4.7 dan L.4.8 yang menunjukkan bahwa komposisi yang berbeda signifikan adalah AC 1:0. Informasi

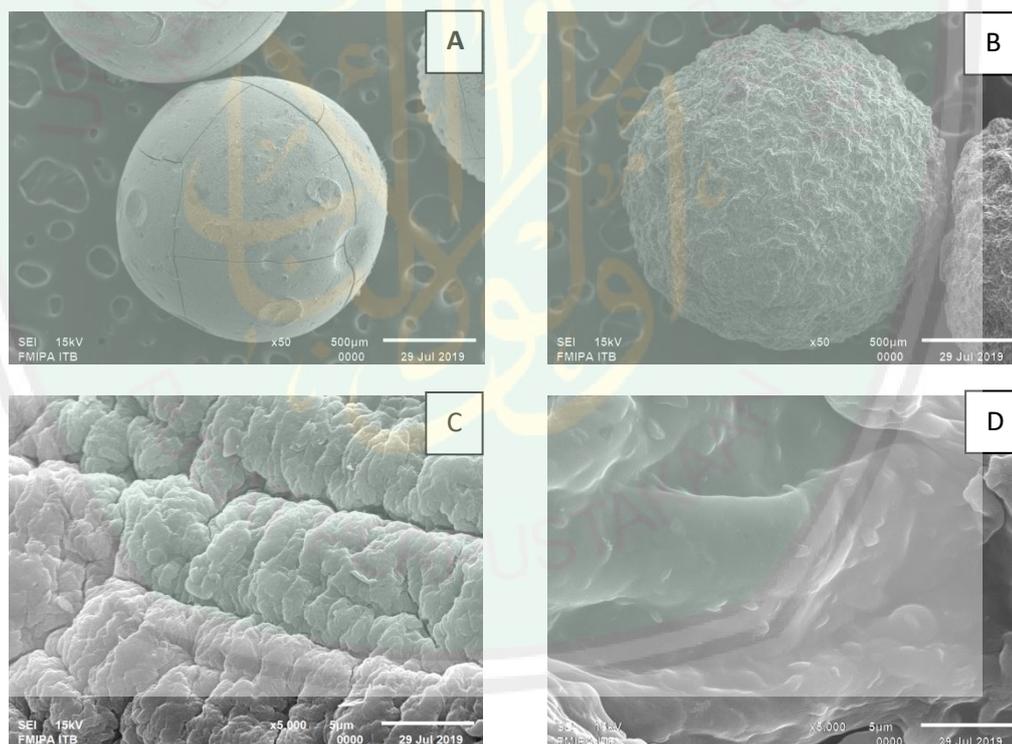
ini memperkuat hasil analisis sebelumnya bahwa AC 1:2 memiliki rata-rata *swelling* dan diameter yang paling tinggi dengan variasi perendaman yang menghasilkan daya *swelling* dan diameter tertinggi pasca *swelling* adalah pada variasi 29 jam.

Dari informasi diatas diketahui bahwa dengan penambahan CMC maka daya *swelling* akan meningkat. CMC bersifat hidrofilik dan memiliki gugus karboksilat, sehingga apabila konsentrasinya meningkat dalam AC akan terjadi tolak menolak antar gugus yang semakin besar dan menyebabkan jaringan rantai berelaksasi, sehingga menghasilkan pori yang lebih besar. Sebaliknya, apabila konsentrasi CMC yang terlalu banyak maka akan membentuk struktur AC yang terlalu padat, sehingga antar gugus karboksilat tidak mampu tolak menolak dan berelaksasi. Akibatnya pori yang dihasilkan lebih kecil. Oleh karena itu, proses difusi menjadi lambat dan daya *swelling*nya rendah. Hasil penelitian ini memiliki kemiripan dengan penelitian Bajpai, Mishra, dan Bajpai (2007) serta Dewangan, Tiwari, dan Bajpai (2010).



Gambar 4.13 Spektra IR AC pada variasi 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3

Hasil analisa menggunakan FTIR menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi CMC yang digunakan dalam pembuatan AC menghasilkan puncak yang semakin tajam pada daerah bilangan gelombang  $1400-1600\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan C=O asimetris dan simetris karakter dari CMC sedangkan gugus yang lain di setiap komposisi AC tidak berbeda secara signifikan. Adapun gugus lain yang muncul yaitu terdapat pada daerah bilangan gelombang  $3412-3426\text{ cm}^{-1}$  yang merupakan karakter gugus OH, vibrasi C-H pada  $2917-2932\text{ cm}^{-1}$ ,  $1027-1032\text{ cm}^{-1}$  C-O *stretching*, dan  $1315-1318\text{ cm}^{-1}$  karakter O-H *stretching*. Adapun keberhasilan ikatan antara crosslink  $\text{Ca}^{2+}$  dan alginat dapat dilihat adanya bilangan gelombang yang muncul pada daerah  $819\text{ cm}^{-1}$ .



Gambar 4.14 Hasil karakterisasi SEM (a) *beads* AC 1:0 dengan perbesaran 50X, (b) *beads* AC 1:2 dengan perbesaran 50X, (c) *beads* AC 1:0 dengan perbesaran 5000X, (d) *beads* AC 1:2 dengan perbesaran 5000X

Analisis morfologi permukaan menggunakan SEM menunjukkan bahwa AC 1:0 memiliki bentuk permukaan yang halus. Karakter tersebut mengindikasikan bahwa AC 1:0 memiliki stabilitas yang rendah. Sebagaimana ketika setelah tahap *dropping*, *beads* AC 1:0 yang basah terlihat mudah untuk dihancurkan. Hal ini sesuai dengan pernyataan dari Ren dkk, (2016) pada penelitiannya bahwa *beads* dengan alginat 100% memiliki stabilitas yang rendah. Adapun bentuk morfologi dari AC 1:2 terlihat lebih kasar.

Tabel 4.2 Persen berat masing-masing unsur dari AC 1:0 dan 1:2

Sampel	Berat masing-masing unsur (%)				
	C	O	Ca	Na	Cl
AC 1:0	46,58	47,57	3,06	0,90	1,89
AC 1:2	48,91	45,87	2,69	0,80	1,74

Karakterisasi EDX digunakan untuk menentukan kandungan unsur yang ada dalam AC. Adapun hasil karakterisasi EDX ditampilkan pada Lampiran VI. Berdasarkan hasil analisa menunjukkan apabila konsentrasi Ca pada AC 1:0 lebih tinggi daripada AC 1:2. Hal tersebut dikarenakan pada permukaan AC dengan alginat 100% hanya mengandung alginat dan Ca, sedangkan pada permukaan AC 1:2 selain mengandung alginat juga mengandung CMC. Kim dkk, (2017) menyatakan bahwa permukaan dari *beads* yang terbuat dari selulosa akan memiliki permukaan yang tertutup dengan selulosa serta menurut Habib dkk, (2018), *beads* dengan alginat 100% akan membentuk suatu membran dengan Ca. Oleh sebab itu, pada AC 1:0 akan lebih banyak kemungkinan ditemukan Ca di permukaannya. Di sisi lain, AC 1:0 memiliki jumlah unsur C yang lebih sedikit daripada AC 1:2. Hal tersebut membuktikan bahwa dengan penambahan CMC pada pembuatan AC akan meningkatkan jumlah unsur C di dalamnya.

#### 4.6 Hasil Penelitian dalam Perspektif Islam

Keagungan Allah telah nampak jelas dengan segala penciptaanNya baik yang ada di darat dan di laut, salah satunya adalah tanaman jagung. Batang tanaman jagung akan menjadi limbah selama pasca panen akibat jumlahnya yang banyak dan tidak banyak dimanfaatkan karena bernilai ekonomi yang rendah, sehingga keberadaannya akan mencemari lingkungan. Allah berfirman dalam Al-Qur'an surat Ar-Ruum ayat 41:

ظَهَرَ الْفَسَادُ فِي الْبَرِّ وَالْبَحْرِ بِمَا كَسَبَتْ أَيْدِي النَّاسِ لِيُذِيقَهُمْ بَعْضَ الَّذِي  
عَمِلُوا لَعَلَّهُمْ يَرْجِعُونَ ﴿٤١﴾

*“Telah nampak kerusakan di darat dan di laut disebabkan karena perbuatan tangan manusia, supaya Allah merasakan kepada mereka sebagian dari (akibat) perbuatan mereka, agar mereka kembali (ke jalan yang benar).”*

Ayat tersebut telah menyatakan bahwa manusia telah membuat kerusakan di darat dan di laut. Menurut al-Ashfahani kata *al fasad* yaitu keluarnya sesuatu dari keseimbangan baik sedikit maupun banyak dan ulama kontemporer menafsirkan dengan kerusakan yang berhubungan dengan lingkungan (Shihab, 2002). Jadi perbuatan manusia yang kurang memanfaatkan batang jagung dan membiarkannya menjadi limbah termasuk dalam kategori *al-fasad*.

Oleh karena itu, sebagai manusia yang diberi kepercayaan Allah untuk bertugas sebagai seorang khalifah di bumi sekaligus memiliki ilmu di bidang kimia, maka seyogyanya untuk berpikir dan mencari solusi tentang fenomena alam yang sudah menyimpang dari aturan Al-Quran, salah satunya yaitu limbah batang jagung. Hal tersebut dapat dilakukan dengan cara mengaplikasikan ilmu kimia yang telah diperoleh untuk mengeksplorasi kandungan yang masih

bermanfaat di dalam batang jagung, sebagaimana dalam Al-Qur'an surat Al-Baqarah ayat 30:

وَإِذْ قَالَ رَبُّكَ لِلْمَلَائِكَةِ إِنِّي جَاعِلٌ فِي الْأَرْضِ خَلِيفَةً ۗ قَالُوا أَتَجْعَلُ فِيهَا مَن يُفْسِدُ فِيهَا وَيَسْفِكُ الدِّمَاءَ وَنَحْنُ نُسَبِّحُ بِحَمْدِكَ وَنُقَدِّسُ لَكَ ۗ قَالَ إِنِّي أَعْلَمُ مَا لَا تَعْلَمُونَ ﴿٣٠﴾

*“Ingatlah ketika Tuhanmu berfirman kepada Para Malaikat: "Sesungguhnya aku hendak menjadikan seorang khalifah di muka bumi." mereka berkata: "Mengapa Engkau hendak menjadikan (khalifah) di bumi itu orang yang akan membuat kerusakan padanya dan menumpahkan darah, Padahal Kami senantiasanya bertasbih dengan memuji Engkau dan mensucikan Engkau?" Tuhan berfirman: "Sesungguhnya aku mengetahui apa yang tidak kamu ketahui."*

Limbah batang jagung mengandung selulosa yang tinggi, sehingga memiliki kemungkinan besar untuk dimanfaatkan lebih lanjut. Berdasarkan penelitian telah membuktikan bahwa selulosa pada limbah batang jagung memiliki potensi yang besar untuk diolah lebih lanjut menjadi selulosa *beads* yang memiliki banyak manfaat, di antaranya sebagai *drug delivery*, untuk pengolahan air serta untuk kromatografi. Hal ini sesuai dengan isi Al-Qur'an surat Yunus ayat 101:

قُلْ أَنْظَرُوا مَاذَا فِي السَّمَوَاتِ وَالْأَرْضِ ۚ وَمَا تُغْنِي الْآيَاتُ وَالنُّذُرُ عَنْ قَوْمٍ لَا يُؤْمِنُونَ ﴿١٠١﴾

*“Katakanlah: "Perhatikanlah apa yang ada di langit dan di bumi. Tidaklah bermanfaat tanda kekuasaan Allah dan Rasul-rasul yang memberi peringatan bagi orang-orang yang tidak beriman"*

Ayat di atas menjelaskan bahwa Allah menyuruh dan mengajak manusia untuk memperhatikan wujud kebijaksanaan dan kekuasaanNya, yaitu melalui makhluk dan keajaiban dari segala penciptaanNya (Al-Jazairi, 2007). Oleh karena itu, bagi orang yang tidak berpikir dan yakin akan kekuasaan Allah terhadap segala ciptaanNya akan menganggap bahwa batang jagung hanya limbah, sedangkan bagi orang yang mampu merenung dan mencari jalan keluar akan menemukan solusi bahwa dengan kebijaksanaan Allah batang jagung masih mengandung hal yang bermanfaat, salah satunya yaitu dari kandungan selulosa. Selulosa yang tinggi pada batang jagung memiliki potensi yang besar untuk dimodifikasi menjadi selulosa *beads* yang memiliki lebih banyak manfaat.



## BAB V

### KESIMPULAN

#### 5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dipaparkan di pembahasan maka dapat disimpulkan sebagai berikut

1. Spektra IR pada CMC sintesis menunjukkan puncak yang lebih tajam pada  $1596\text{ cm}^{-1}$  daripada puncak pada selulosa yang menunjukkan bahwa terdapat atom H pada gugus OH selulosa yang terganti dengan gugus karboksimetil pada karboksimetilasi serta analisa dengan XRD menunjukkan bahwa terdapat puncak pada  $22,60^\circ$ ,  $31,56^\circ$ , dan  $45,28^\circ$  yang menunjukkan karakter CMC.
2. *Beads* AC 1:2 mampu membentuk *beads* dengan kemampuan adsorpsi tertinggi pada lama perendaman selama 16 hari dengan daya *swelling* dan diameter tertinggi sebesar berturut-turut.175,5% dan 26,64%.
3. Karakterisasi AC 1:2 berdasarkan analisis SEM-EDX memiliki bentuk morfologi yang kasar.

#### 5.2 Saran

1. *Beads* AC perlu diaplikasikan lebih lanjut sebagai drug delivery untuk mengetahui kemampuannya dalam pengemban obat.
2. Perlu dilakukan penambahan variasi waktu dalam penentuan daya *swelling* dan diameter.

## DAFTAR PUSTAKA

- Adeyanju, O., Olademehin, O.P., Hussaini, Y., Nwanta, U.C., Adejoh, A.I., dan Plavec, J. 2016. Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Plectranthus esculentus Starch. A Potential Disintegrant. *Journal of Pharmaceutical and Applied Chemistry* 2, 189–195.
- Agarwal, T., Narayana, S. N. G. H., Pal, K., Pramanik, K., Giri, S., dan Banerjee, I. 2015. Calcium Alginate-Carboxymethyl Cellulose Beads for Colon-Targeted Drug Delivery. *International Journal of Biological Macromolecules* 75: 409–417.
- Ahirrao, S.P., Gide, P.S., Shrivastav, B., dan Sharma, P. 2014. Iontropic Gelation: A Promising Cross Linking Technique for Hydrogels. *Journal of Pharmaceutics And Nanotechnology*. 2(6)
- Al-Jazairi, A. B. J. 2007. *Tafsir Al-Qur'an Al-Aisar (Jilid 3)*. Jakarta: Darus Sunnah Press
- Al-Mahalli, I. J. dan As-Suyuti, I. J. 2008. *Terjemahan Tafsir Jalalain Berikut Asbabun Nuzul Jilid I*. Bandung: Sinar Baru Algensindo.
- Anwar, S. 2016. *Pengantar Kimia Tanah*. Bogor: IPB Press
- Ayuningtyas, F. 2012. Pembuatan dan Karakterisasi *Beads* Hidrogel dari Berbagai Polimer sebagai Media Tanam. *Skripsi*. Depok: UI
- Azizah, N.W., Hidayah, C.N., Latifah, A.F., Yulianti, E., and Khoiroh, L.M. 2018. Synthesis and Characterization of Alginate-Cellulose Xanthate Beads from Corn Stalk with Porogen Variation. 4.
- Bajpai, Jaya, Sushma Mishra, dan A. K. Bajpai. 2007. Dynamics of Controlled Release of Potassium Nitrate from a Highly Swelling Binary Polymeric Blend of Alginate and Carboxymethyl Cellulose. *Journal of Applied Polymer Science* 106(2): 961–972.
- Bayramoglu, G. 2003. Biosorption of heavy metal ions on immobilized white-rot fungus *Trametes versicolor*. *J. Hazard. Mater.* 101
- Begum, H.A., and Mahbub, M.K.B. 2013. Effectiveness of Carboxymethyl Cellulose for the Removal of Methylene Blue from Aqueous Solution. Dhaka University. *Journal of Science* 61, 193–198.
- Chang, M.-Y., dan Juang, R.-S. 2004. Adsorption of tannic acid, humic acid, and dyes from water using the composite of chitosan and activated clay. *J. Colloid Interface Sci.* 278
- Departemen Agama RI. 2016. *Tafsir Ringkas Jilid 2*. Jakarta: Lajnah Pentashihan Mushaf Al-Quran.

- Devi, B.M., Latha, S., Umamaheshwari, D., Vijayalakshmi, K., Gomathi, T., dan Sudha, P.N. 2014. Synthesis and characterisation of chitosan/sodium alginate/carboxymethyl cellulose beads. *Der Pharmacia Lettre*. 6(6)
- Dewangan, T., Tiwari, A., dan Bajpai, A.K. 2010. Adsorption of Hg(II) Ions onto Binary Biopolymeric Beads of Carboxymethyl Cellulose and Alginate. *J. Dispers. Sci. Technol.* 31
- Dewangan, Tulika, Alka Tiwari, dan A. K. Bajpai. 2011. Removal of Chromium(VI) Ions by Adsorption onto Binary Biopolymeric Beads of Sodium Alginate and Carboxymethyl Cellulose. *Journal of Dispersion Science and Technology* 32(8): 1075–1082.
- Firdyawati. 2014. Formulasi Mikropartikel Teofilin Menggunakan Penyalut Kitosan-Alginat Yang Dipaut Silang Dengan Natrium Tripolifosfat. *SKRIPSI*. Uin Alaudin Makassar.
- Granström, M. 2009. *Cellulose Derivatives: Synthesis, Properties and Applications*. Finland: University of Helsinki.
- Gericke, M., Trygg, J., dan Fardim, P. 2013. Functional cellulose beads: preparation, characterization, and applications. *Chem. Rev.* 113
- Habib, A., Sathish, V., Mallik, S., and Khoda, B. 2018. 3D Printability of Alginate-Carboxymethyl Cellulose Hydrogel. *Materials* 11, 454.
- Habibi, N. 2014. Preparation of biocompatible magnetite-carboxymethyl cellulose nanocomposite: Characterization of nanocomposite by FTIR, XRD, FESEM and TEM. *Mol. Biomol. Spectrosc.* 131.
- Haleem, N., Arshad, M., Shahid, M., and Tahir, M.A. 2014. Synthesis of carboxymethyl cellulose from waste of cotton ginning industry. *Carbohydrate Polymers* 113, 249–255.
- Hariyadi, D.M., Hendradi, E., Piay, O.L.V., dan Ramadani, C.N. 2013. Optimasi Mikrosfer Ovalbumin-Alginat Yang Diproduksi Dengan Teknik Aerosolisasi. *Pharma Scientia*. 2(1).
- Hassan, A.F., Abdel-Mohsen, A.M., and Fouda, M.M.G. 2014. Comparative study of calcium alginate, activated carbon, and their composite beads on methylene blue adsorption. *Carbohydrate Polymers* 102, 192–198.
- Ibrahim, S.M., Abou El Fadl, F.I., dan El-Naggar, A.A. 2014. Preparation and characterization of crosslinked alginate–CMC beads for controlled release of nitrate salt. *J. Radioanal. Nucl. Chem.*
- Khodaie, M., Ghasemi, N., Moradi, B., and Rahimi, M. 2013. Removal of Methylene Blue from Wastewater by Adsorption onto ZnCl<sub>2</sub> Activated Corn Husk Carbon Equilibrium Studies. *Journal of Chemistry* 2013, 1–6.

- Khopkar, S.M. 2007. Konsep Dasar Kimia Analitik. Jakarta: UI-Press.
- Kim, J.H., Park, S., Kim, H., Kim, H.J., Yang, Y.-H., Kim, Y.H., Jung, S.-K., Kan, E., dan Lee, S.H. 2017. Alginate/bacterial cellulose nanocomposite beads prepared using *Gluconacetobacter xylinus* and their application in lipase immobilization. *Carbohydrate Polymers* 157, 137–145.
- Kosasih, A.N. dan Zainuri, M. 2012. Sintesis dan Karakterisasi Sifat Magnetik Serbuk Barium M-Heksaferrit dengan Doping Ion Zn pada Variasi Temperatur Rendah. *J. Sains Dan Seni ITS*. 1(1)
- Kusuktham, B., Prasertgul, J., and Srinun, P. (2014). Morphology and Property of Calcium Silicate Encapsulated with Alginate Beads. *Silicon* 6, 191–197.
- Lamaming, J., Sharudin, N.H., Hashim, R., dan Sulaiman, O. 2016. Characterization of Cellulose Microfibers Isolated from Rubberwood (*Hevea brasiliensis*). *J. Adv. Sci. Eng. Inf. Technol.* 6(2)
- Latifah, A.F., Yulianti, E., and Khoiroh, L.M. 2019. Synthesis and Characterization of Alginate-Carboxymethyl Cellulose Beads from Corn Stalk (*Zea Mays*) with Crosslink Variation  $C_4H_6O_4Zn$ . *Journal of Islamic Pharmacy* 4, 40.
- Lessa, E.F., S, S, Matheus., S, Gularte Emanuel., dan Fajardo, G. A. R. 2016. Orange waste: A valuable carbohydrate source for the development of beads with enhanced adsorption properties for cationic dyes. *J. Carbohydrate Polymer*.
- Li, M., Cheng, Y.-L., Fu, N., Li, D., Adhikari, B., dan Chen, X.D. 2014. Isolation and Characterization of Corncob Cellulose Fibers using Microwave-Assisted Chemical Treatments. *Int. J. Food Eng.* 10(3).
- Li, Y., Du, Q., Liu, T., Sun, J., Wang, Y., Wu, S., Wang, Z., Xia, Y., and Xia, L. 2013. Methylene blue adsorption on graphene oxide/calcium alginate composites. *Carbohydrate Polymers* 95, 501–507.
- Liu, L., Zhang, S., Yang, X., and Ju, M.T. 2017. Cellulose Isolation from Corn Stalk Treated by Alkaline Biochars in Solvent Systems. *BioResources* 13.
- Lou, Z., Zhao, Z., Li, Y., Shan, W., Xiong, Y., Fang, D., Yue, S., and Zang, S. (2013). Contribution of tertiary amino groups to Re(VII) biosorption on modified corn stalk: Competitiveness and regularity. *Bioresource Technology* 133, 546–554.

- Lv, G. dan Wu, S. 2012. Analytical pyrolysis studies of corn stalk and its three main components by TG-MS and Py-GC/MS. *J. Anal. Appl. Pyrolysis*. 97
- Maheswari, C. U., Reddy, K.O., Muzenda E., Guduri, B.R., dan Rajulu, A.V. 2012. Extraction and Characterization of Cellulose Microfibrils from Agricultural Residue–Cocos Nucifera L. *Biomass and bioenergy* 46: 555–563.
- Melisa, Syaiful Bahri, dan Nurhaeni. 2014. Optimasi Sintesis Karboksimetil Selulosa Dari Tongkol Jagung Manis (*Zea Mays L Saccharata*) Natural Science: *Journal of Science and Technology*. 3(2)
- Mondal, Md. Ibrahim H., Mst. S.Y., dan Md. S.R. 2015. Preparation of Food Grade Carboxymethyl Cellulose from Corn Husk Agrowaste. *International Journal of Biological Macromolecules* 79: 144–50.
- Nurmasari, R., Santoso, U.T., Umaningrum, D., dan Rohman, T. 2010. Immobilization Of Humic Acid On Chitosan Beads By Protected Cross-Linking Method And Its Application As Sorbent For Pb(II). *Indo. J. Chem.* 10(1).
- O’Connell, D.W., Birkinshaw, C., and O’Dwyer, T.F. (2008). Heavy metal adsorbents prepared from the modification of cellulose: A review. *Bioresource Technology* 99, 6709–6724.
- Park, K., Yeo, Y. 2007. *Microencapsulation Technologi in: Encyclopedia of Pharmaceutical Technology 3rd Edition*. New York: Informa Healthcare
- Pitaloka, A.B., Hidayah, N.A., dan Saputra, A.H. 2015. Pembuatan Cmc Dari Selulosa Eceng Gondok Dengan Media Reaksi Campuran Larutan Isopropanol-Isobutanol Untuk Mendapatkan Viskositas Dan Kemurnian Tinggi. *Jurnal Integrasi Proses*. 5(2)
- Pushpamalar, V., Langford, S.J., Ahmad, M., dan Lim, Y.Y. 2006. Optimization of reaction conditions for preparing carboxymethyl cellulose from sago waste. *Carbohydr. Polym.* 64
- Rahmadiar, L., Nurilah, I., dan Sudiarty, T. 2018. Karakterisasi Metil Selulosa yang Disintesis oleh Kulit Jagung (*Zea Mays*). *Journal of Science Education*. 2(1)
- Ren, H., Gao, Z., Wu, D., Jiang, J., Sun, Y., dan Luo, C. 2016. Efficient Pb (II) removal using sodium alginate–carboxymethyl cellulose gel beads: Preparation, characterization, and adsorption mechanism. *Carbohydr. Polym.*
- Respati, S. M. B. 2008. Macam-Macam Mikroskop dan Cara Penggunaan. *Momentum*. 4(2)

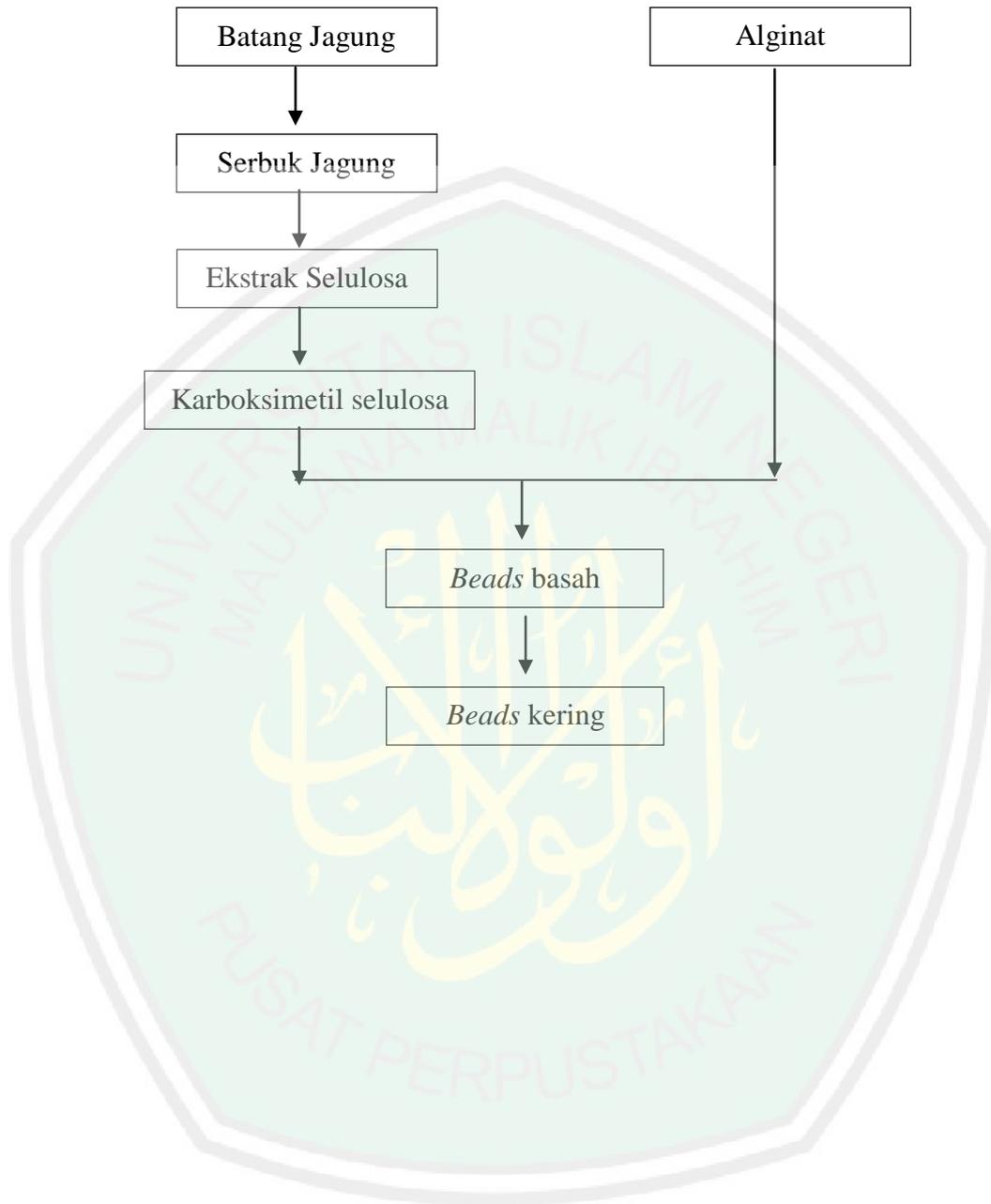
- Salama, A., Etri, S., Mohamed, S.A.A., dan El-Sakhawy, M. 2018. Carboxymethyl cellulose prepared from mesquite tree: New source for promising nanocomposite materials. *Carbohydr. Polym.*
- Sartori, Celine. 1997. The Characterisation of Alginate Systems for Biomedical Applications. *THESIS*. Brunei University.
- Shihab, M. Q. 2002. *Tafsir Al-Misbah*. Jakarta: Lentera Hati.
- Shui, T., Feng, S., Chen, G., Li, A., Yuan, Z., Shui, H., Kuboki, T., dan Xu, C. 2017. Synthesis of sodium carboxymethyl cellulose using bleached crude cellulose fractionated from cornstalk. *Biomass Bioenergy*. 105
- Sönmez, M., Fıcaı, A., Fıcaı, D., Trusca, R., dan Andronescu, E. 2016. Alginate/Cellulose Composite Beads For Environmental Applications. *Sci. Bull.* 78(12)
- Suyanto. 2015. *Biopolimer Kitosan, Fluidisasi dan Aplikasinya*. Surabaya: Airlangga University press.
- Swamy, B.Y., dan Yun, Y.-S. 2015. In vitro release of metformin from iron (III) cross-linked alginate-carboxymethyl cellulose hydrogel beads. *International Journal of Biological Macromolecules* 77, 114–119.
- Swarbick, J. 2002. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*. New York: Informa Healthcare.
- Swarbick, James. 2007. *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*, 3<sup>rd</sup> ed, volume 4. New York: Informa Healthcare
- Swarbrick, J. dan Boylan, J., 1995, *Percutaneous Absorption*, in *Encyclopedia of Pharmaceutical Technology*. 11
- Tarmansyah, U.S. 2007. *Pemanfaatan Serat Rami Untuk Pembuatan Selulosa*, Jakarta Selatan: Puslitbang Indhan Balitbang Dephan
- Trygg, J. 2015. *Functional cellulose microspheres for pharmaceutical applications*. Finland: Åbo Akademi University.
- Utami, Uke Andrawina. 2012. Preparasi dan Karakterisasi Beads Kalsium-Alginat Pentoksifilin dengan Metode Gelasi Ionik. *SKRIPSI*. Jakarta: UI
- Voon, L.K., Pang, S.C., dan Chin, S.F. 2016. Highly porous cellulose beads of controllable sizes derived from regenerated cellulose of printed paper wastes. *Mater. Lett.*
- Wu, F.-C., Tseng, R.-L., dan Juang, R.-S. 2000. Comparative adsorption of metal and dye on flake- and bead-types of chitosans prepared from fishery wastes. *J. Hazard. Mater.* 73

- Yeasmin, Mst.S., dan Mondal, Md.I.H. 2015. Synthesis of highly substituted carboxymethyl cellulose depending on cellulose particle size. *International Journal of Biological Macromolecules* 80, 725–731.
- Yulianti, E., Mahmudah, Ri., Ma'rifah, A., and Azmiyani, U. 2019. Adsorpsi Logam Ni dan Cu pada Limbah Cair Laboratorium Kimia menggunakan Biosorben Batang Jagung Termodifikasi Asam Sitrat. *ALCHEMY* 7, 13.



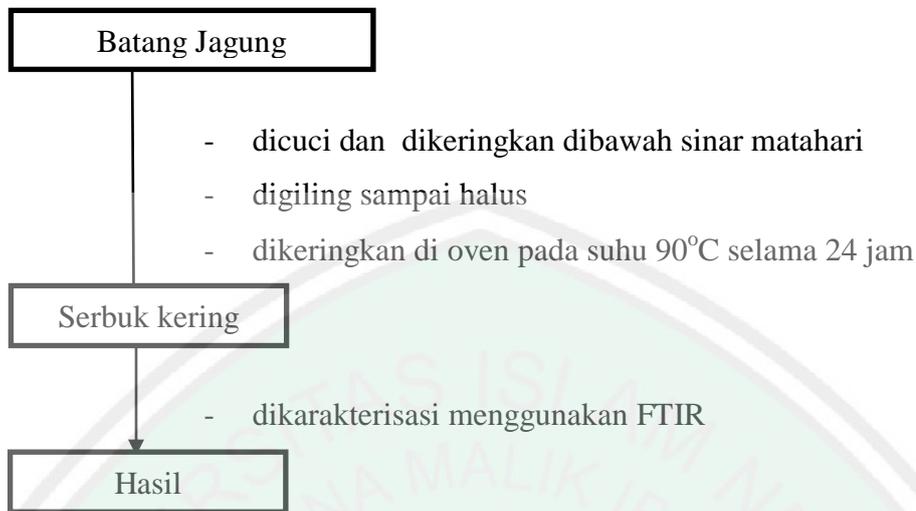
## LAMPIRAN

### Lampiran I Rancangan Penelitian

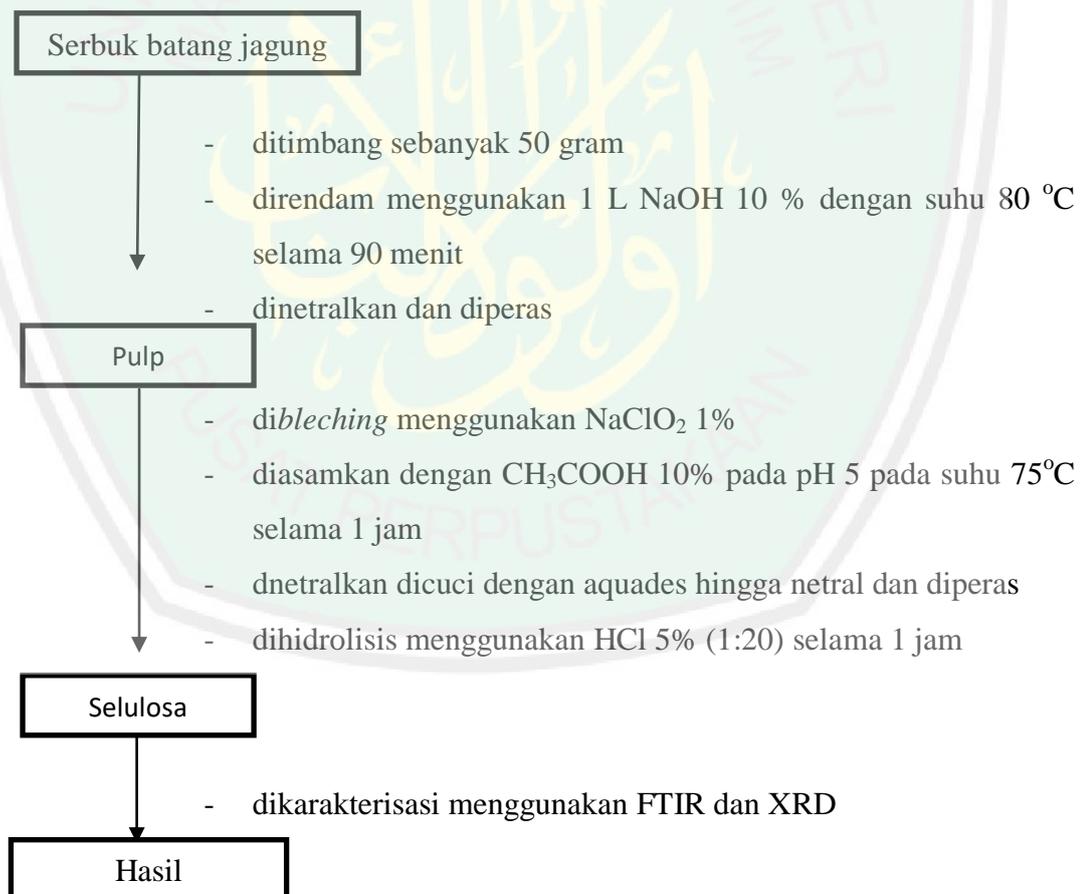


## Lampiran II Diagram Alir

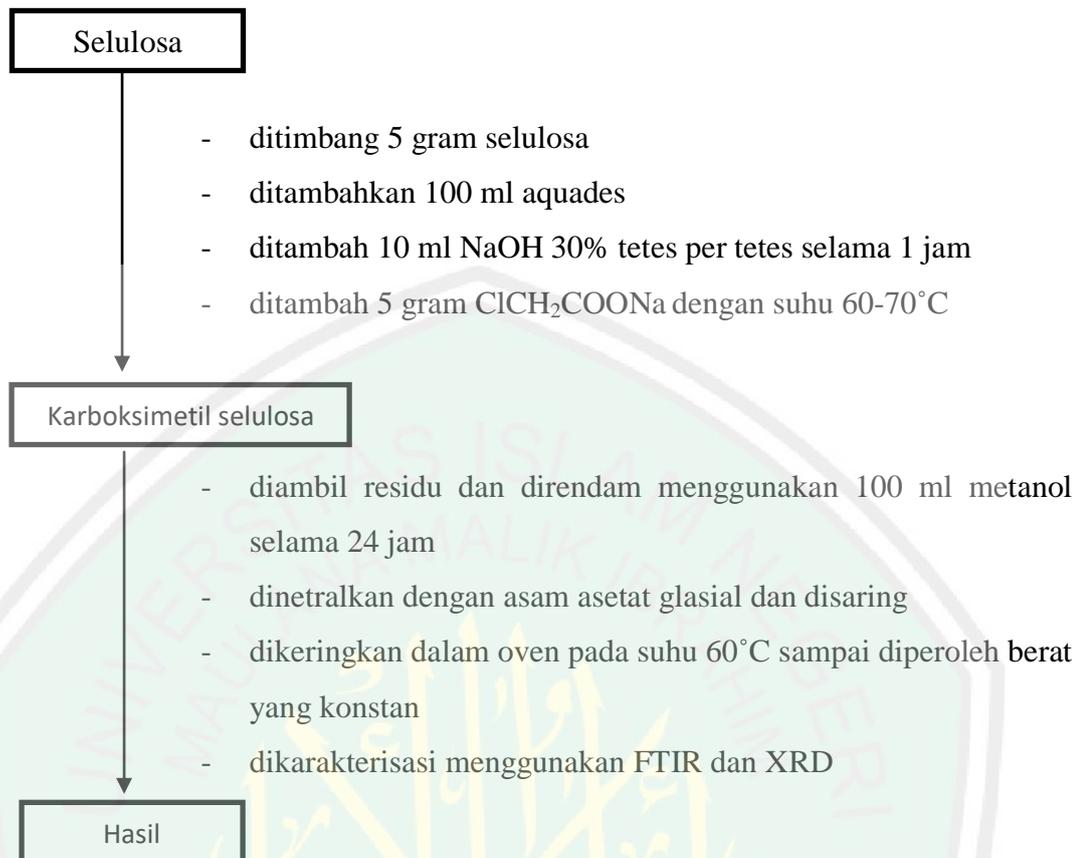
### L.2.1 Preparasi Sampel



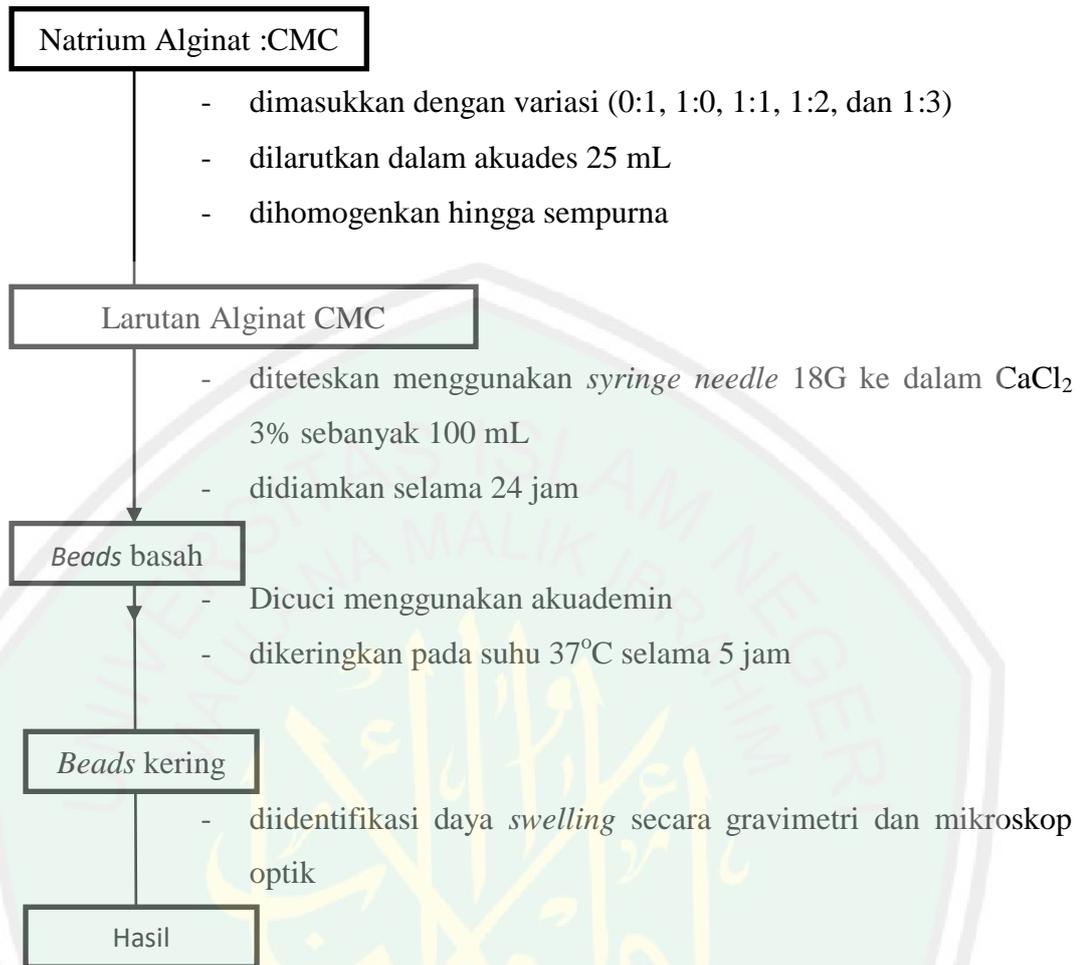
### L.2.2 Ekstraksi Selulosa dari Batang Jagung



### L.2.3 Pembuatan Karboksimetil Selulosa

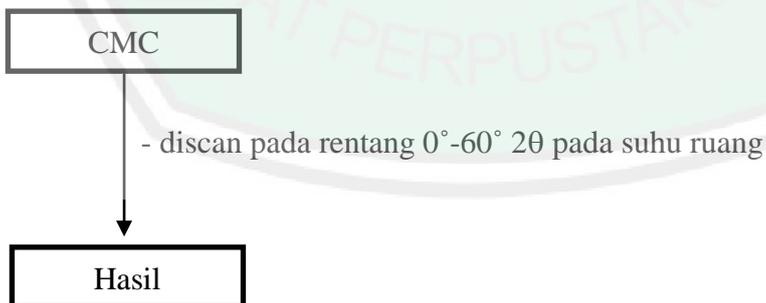


#### L.2.4 Penentuan Konsentrasi Terbaik Alginat:CMC dalam Pembuatan

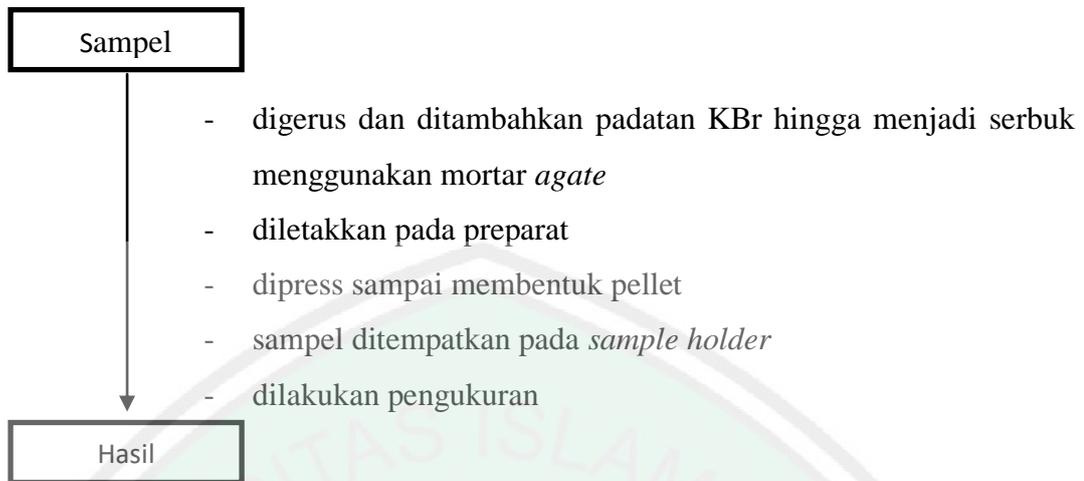


#### L.2.5 Karakterisasi

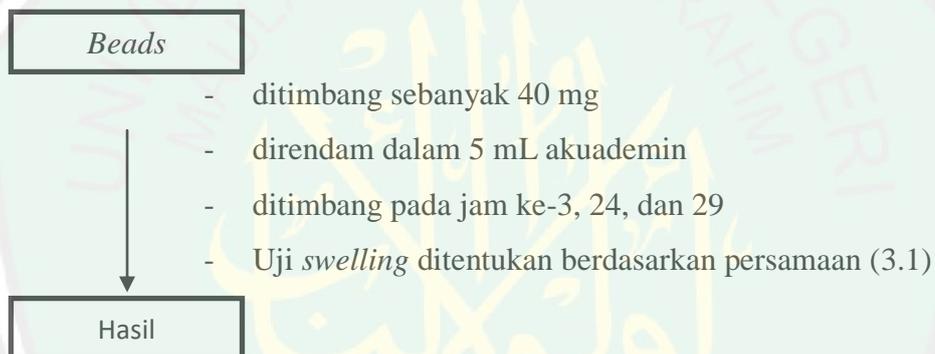
##### L.2.5.1 XRD Karboksimetil Selulosa (CMC)



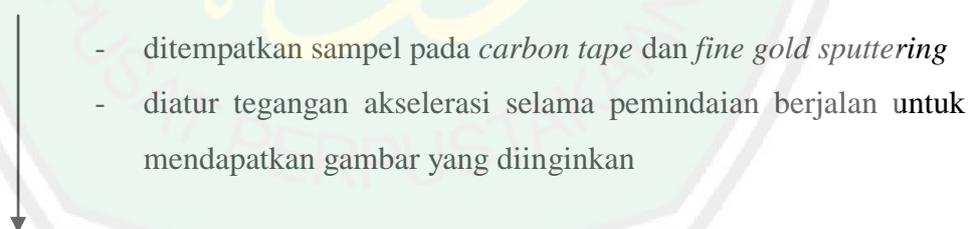
### L.2.5.2 Analisis Gugus Fungsi



### L.2.5.1 Uji *Swelling Beads*



### L.2.5.3 Analisis Morfologi Permukaan



## Lampiran III Perhitungan dan Preparasi Larutan

### L.3.1 Ekstraksi Selulosa

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

Diketahui:

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

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

Ditanya: m

Jawab:

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

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

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

Jadi, larutan NaOH 10% dibuat dengan 100 gr NaOH yang diencerkan dalam 1 L aquades,

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

Diketahui:

$$M_1 = 1\%$$

$$M_2 = 25\%$$

$$V_2 = 0 \text{ mL}$$

Ditanya: V<sub>1</sub>

Jawab:

$$\%_1 \times V_1 = \%_2 \times V_2$$

$$V_1 \dots \dots \dots (L.3.1 (b))$$

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

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

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

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

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

Diketahui:

$$M_1 = 99,85\%$$

$$M_2 = 10\%$$

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

Ditanya:  $V_1$ 

Jawab:

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

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

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

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

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

Diketahui:

$$M_1 = 37\%$$

$$M_2 = 5\%$$

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

Ditanya:  $V_1$ 

Jawab:

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

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

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

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

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

Diketahui:

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

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

Ditanya: m

Jawab:

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

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

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

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

### L.3.2 Preparasi *Beads*

#### a. Kalsium klorida 3% dalam 100 mL

Diketahui:

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

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

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

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

### L.3.2 Pembuatan Kurva Standar Metilen Biru

a) Larutan Metilen biru 1,2 ppm dalam 250 ml

$$\underline{350 \text{ mg}} = \chi$$

$$1000 \text{ ml} \quad 250 \text{ ml}$$

$$\chi = \underline{250 \text{ ml} \times 1,2 \text{ mg}}$$

$$1000 \text{ ml}$$

$$\chi = 0,3 \text{ mg}$$

Melarutkan 0,3 mg serbuk metilen biru ke dalam 250 ml aquades untuk membuat larutan metilen blue 1,2 ppm

b) Larutan Metilen biru 0,1 ppm

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

$$1,2 \text{ ppm} \times V_1 = 0,1 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,1 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{1,2 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 2,08 \text{ mL}$$

Larutan 0,1 ppm metilen biru dibuat dengan cara dipipet 2,08 mL metilen biru 1,2 ppm ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan akuades

c) Larutan Metilen biru 0,2 ppm

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

$$1,2 \text{ ppm} \times V_1 = 0,2 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,2 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{1,2 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 4,2 \text{ mL}$$

Larutan 0,2 ppm metilen biru dibuat dengan cara dipipet 4,2 mL metilen biru 1,2 ppm ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan akuades

d) Larutan Metilen biru 0,3 ppm

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

$$1,2 \text{ ppm} \times V_1 = 0,3 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,3 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{1,2 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 6,25 \text{ mL}$$

Larutan 0,3 ppm metilen biru dibuat dengan cara dipipet 6,25 mL metilen biru 1,2 ppm ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan akuades

e) Larutan Metilen biru 0,4 ppm

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

$$1,2 \text{ ppm} \times V_1 = 0,4 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,4 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{1,2 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 8,3 \text{ mL}$$

Larutan 0,4 ppm metilen biru dibuat dengan cara dipipet 8,3 mL metilen biru 1,2 ppm ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan akuades

f) Larutan Metilen biru 0,5 ppm

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

$$1,2 \text{ ppm} \times V_1 = 0,5 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,5 \text{ ppm} \times 25 \text{ mL}}{1,2 \text{ ppm}}$$

$$V_1 = 10,41 \text{ mL}$$

Larutan 0,5 ppm metilen biru dibuat dengan cara dipipet 10,41 mL metilen biru 1,2 ppm ke dalam labu ukur 25 mL dan ditandabatkan dengan akuades

### L.3.3 Pembuatan *Methylene Blue*

a) Larutan Metilen biru 50 ppm dalam 100 ml

$$\frac{50 \text{ mg}}{1000 \text{ ml}} = \frac{\chi}{100 \text{ ml}}$$

$$\chi = \frac{100 \text{ ml} \times 50 \text{ mg}}{1000 \text{ ml}}$$

$$\chi = 5 \text{ mg}$$

$$\chi = 5 \text{ mg}$$

Melarutkan 5 mg serbuk metilen biru ke dalam 100 ml aquades untuk membuat larutan metilen blue 50 ppm

### Lampiran IV Perhitungan

#### L.4.1 Randemen Selulosa

$$\text{Randemen} = \frac{\text{Berat awal} - \text{berat akhir}}{\text{Berat awal}} \times 100\% \dots\dots\dots (L,4,1)$$

)

$$= \frac{50,0 - 35,0}{50,0} \times 100\%$$

$$= 30 \%$$

#### L.4.2 Daya Swelling

Daya swelling pada AC dihitung menggunakan persamaan 3.1. Berikut data perhitungan daya swelling AC 1:0 pada variasi waktu 3 jam:

$$(W_i)_{\text{rata-rata}} = 40 \text{ mg} \quad (W_f)_{\text{rata-rata}} = 40,3 \text{ mg}$$

$$\text{Swelling} = \frac{W_f - W_i}{W_i} \times 100\% = \frac{40,3 - 40}{40} \times 100\% = 100,75\%$$

Perhitungan komposisi AC yang lain dilakukan dengan cara yang sama, Nilai daya swelling pada AC 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3 dipaparkan pada tabel L.4.1 berikut

Tabel L.4.1 Nilai daya swelling AC 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3

AC	Waktu (jam)	Berat (mg)				Daya Swelling (%)
		W <sub>i</sub> (mg)	W <sub>f</sub> -W <sub>i</sub> (mg)		(W <sub>f</sub> ·W <sub>i</sub> ) <sub>rata</sub> (mg)	
			1	2		
1:0	3	40	81,7	78,9	80,3	100,75
	24	40	92,6	86,99	89,79	124,49
	29	40	80	82,7	70,73	103,38
1:1	3	40	87,8	90,8	89,3	123,25
	24	40	101	89,8	95,4	138,5
	29	40	93,4	103	98,2	145,5
1:2	3	40	94,8	97,4	96,1	140,25
	24	40	101,6	94,2	97,9	144,75
	29	40	108,2	112,2	100,2	175,5
1:3	3	40	88,5	92,7	90,6	126,5
	24	40	89,8	92,9	91,35	128,38
	29	40	104,3	105,4	104,8	162,13

Tabel L.4.2 Diameter AC 1:0, 1:1, 1:2, dan 1:3

AC	Waktu (jam)	Diameter (cm)				Diameter (%)
		Awal		Akhir		
		1	2	1	2	
1:0	3	0,1748	0,1711	0,195	0,195	12,993
	24	0,1748	0,1596	0,1854	0,1954	13,897
	29	0,1748	0,1888	0,2050	0,2050	12,744
1:1	3	0,2111	0,2171	0,2498	0,2498	16,678
	24	0,1922	0,1954	0,2257	0,2313	17,886
	29	0,2111	0,1922	0,2444	0,2472	21,968
1:2	3	0,2019	0,2050	0,2420	0,2394	18,323
	24	0,2050	0,1888	0,2420	0,2446	23,576
	29	0,1854	0,2050	0,2446	0,2498	26,643
1:3	3	0,2019	0,2141	0,2257	0,2573	16,118
	24	0,2141	0,2141	0,051	0,050	18,437
	29	0,2141	0,2200	0,2670	0,2670	23,036

### L.4.3 Hasil Uji Statistik Daya *Swelling* terhadap Variasi Komposisi AC dan Waktu Perendaman

Tabel L.4.3 Hasil uji *two way* ANOVA variasi AC dan waktu perendaman terhadap daya *swelling* (%)

Variabel	Hasil uji <i>two way</i> ANOVA		Derajat kebebasan	Sig.	Hasil
	F-hit	F-tabel			
Variasi AC	11,438	3,16	3	0,000	F-hitung > F-tabel
Waktu perendaman	6,521	3,55	2	0,007	F-hitung > F-tabel

Tabel L.4.4 Hasil homogenitas uji (BNJ) Beda Nyata Jujur atau *tukey* variasi AC terhadap daya *swelling* (%)

AC	Rata-rata <i>Swelling</i> (%)	Notasi
AC 1:0	109,54	A
AC 1:1	135,75	B
AC 1:2	153,50	B
AC 1:3	139,0	B

Tabel L.4.5 Hasil homogenitas uji (BNJ) Beda Nyata Jujur atau *tukey* variasi waktu perendaman terhadap daya *swelling* (%)

Waktu Perendaman	Rata-rata <i>Swelling</i> (%)	Notasi
3 Jam	122,69	A
24 Jam	134,03	AB
29 Jam	146,62	B

Tabel L.4.6 Hasil uji *two way* ANOVA variasi AC dan waktu perendaman terhadap diameter (%)

Variabel	Hasil uji <i>two way</i> ANOVA		Derajat kebebasan	Sig.	Hasil
	F-hit	F-tabel			
Variasi AC	11,492	3,16	3	0,000	F-hitung > F-tabel
Waktu perendaman	6,187	3,55	2	0,007	F-hitung > F-tabel

Tabel L.4.7 Hasil homogenitas uji (BNJ) Beda Nyata Jujur atau *tukey* variasi AC terhadap daya diameter (%)

AC	Rata-rata <i>Swelling</i> (%)	Notasi
AC 1:0	13,2111	A
AC 1:1	18,8440	B
AC 1:2	22,8476	B
AC 1:3	19,2166	B

Tabel L.4.8 Hasil homogenitas uji (BNJ) Beda Nyata Jujur atau *tukey* variasi waktu perendaman terhadap daya diameter (%)

Waktu Perendaman	Rata-rata <i>Swelling</i> (%)	Notasi
3 Jam	16,0425	A
24 Jam	18,4493	AB
29 Jam	21,0976	B

#### L.4.4 Adsorpsi Metilen Blue

Tabel L.4.9 Hasil Adsorpsi Metilen Blue

Tanggal Analisis	Sampel	Abs	Abs Rata-rata (ppm)	Konsentrasi Awal (ppm)	Konsentrasi Akhir (ppm)	Konsentrasi Teradsorpsi (ppm)
5 Juli 2019	Kontrol	0,239	0,239	22,8919	-	-
	1:0a	0,2013	0,20625	22,8919	19,8505	3,0414
	1:0b	0,2112				
	1:1a	0,2335	0,20305	22,8919	19,5533	3,3386
	1:1b	0,1726				
	1:2a	0,2162	0,21135	22,8919	20,3241	2,5678
	1:2b	0,2101				
	1:3a	0,2134	0,20775	22,8919	19,9898	2,9021
1:3b	0,2021					
11 Juli 2019	1:0a	0,0877	0,10615	22,8919	10,5544	12,3375
	1:0b	0,1246				
	1:1a	0,1143	0,1017	22,8919	10,141	12,7510
	1:1b	0,0891				
	1:2a	0,0881	0,0952	22,8919	9,5375	13,3540
	1:2b	0,1023				
	1:3a	0,1254	0,11575	22,8919	11,446	11,4460
	1:3b	0,1061				
16 Juli 2019	1:0a	0,032	0,04215	22,8919	4,6108	18,2810
	1:0b	0,0523				
	1:1a	0,0382	0,03575	22,8919	4,0165	18,8750
	1:1b	0,0333				
	1:2a	0,0284	0,03145	22,8919	3,6172	19,2750
	1:2b	0,0345				
	1:3a	0,0386	0,03795	22,8919	4,2208	18,6710
	1:3b	0,0373				
17 Juli 2019	1:0a	0,0319	0,0395	22,8919	4,36478	18,5271
	1:0b	0,0471				
	1:1a	0,0307	0,0309	22,8919	3,5661	19,3260
	1:1b	0,0311				
	1:2a	0,0311	0,03105	22,8919	3,5801	19,3120
	1:2b	0,031				
	1:3a	0,0233	0,03245	22,8919	3,7101	19,182
	1:3b	0,0416				

Ket: Konsentrasi awal metilen blue (kontrol), komposisi AC 1:0 (1:0a dan 1:0b), komposisi AC 1:1 (1:1a dan 1:1b), komposisi AC 1:2 (1:2a dan 1:2b), komposisi AC 1:3 (1:3a dan 1:3b)

##### a) Konsentrasi Awal (kontrol)

$$\text{Persamaan linier: } y = 0,5384x - 0,007$$

Absorbansi: 0,239

$$y = 0,5384x - 0,0075$$

$$0,239 = 0,5384x - 0,007$$

$$x = \frac{0,239 + 0,007}{0,5384}$$

$$x = 0,4578 \times fp$$

$$x = 0,4578 \times 50$$

$$x = 22,892 \text{ ppm}$$

Konsentrasi metilen blue awal sebesar 22,892 ppm dalam pengenceran 50 kali menggunakan aquades

**b) Konsentrasi Teradsorpsi**

Konsentrasi teradsorpsi = Konsentrasi Awal – Konsentrasi Akhir

$$x = \text{Abs kontrol} - 1:0a$$

$$x = 22,892 \text{ ppm} - 19,8505 \text{ ppm}$$

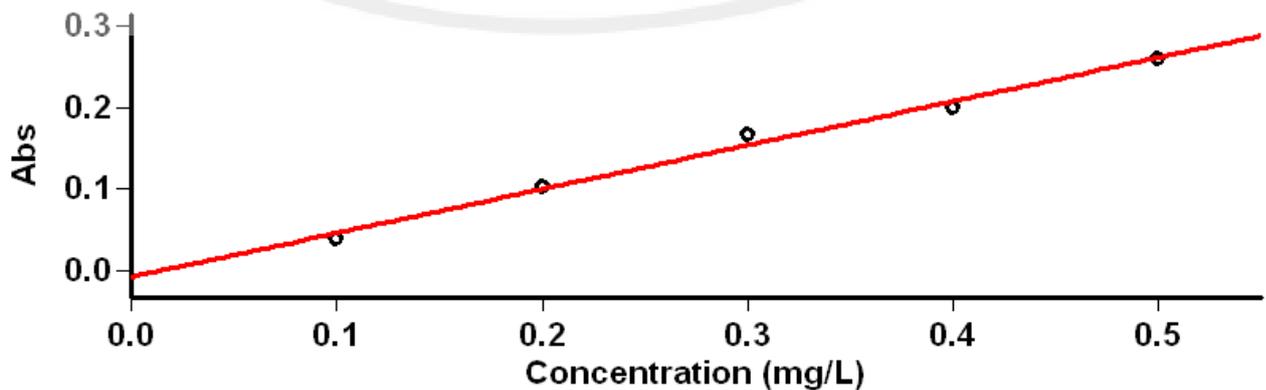
$$x = 3,0414 \text{ ppm}$$

Konsentrasi metilen blue yang teradsorpsi oleh AC 1:0 yaitu sebesar 3,0414 ppm, Perhitungan Konsentrasi adsorpsi pada komposisi yang lain dilakukan dengan cara yang sama.

Lampiran V Hasil Kurva Standar Metilen Biru

## Kurva Standar Methylene Blue 2

Tanggal Analisa : 16 September 2019



## Concentration Analysis Report

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

### Instrument Settings

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

Comments:

### Zero Report

Read	Abs	nm
Zero	(0.1516)	665.0

### Calibration

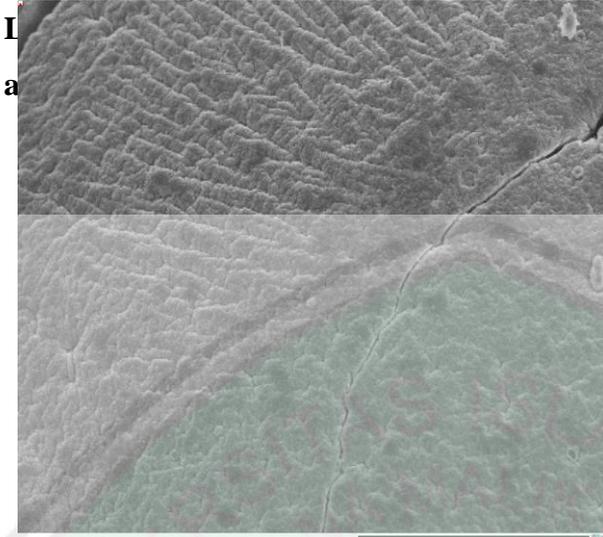
Collection time 9/16/2019 10:39:40 AM

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

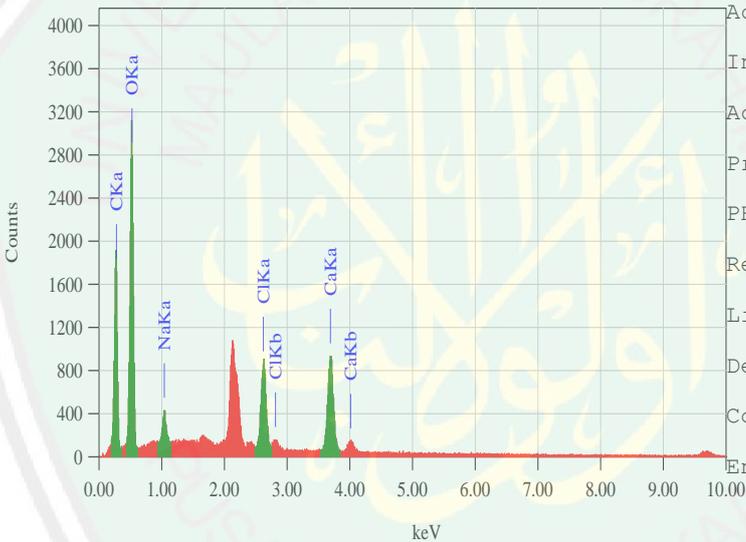
Calibration eqn Abs = 0.53928\*Conc -0.00764  
 Correlation Coefficient 0.99011  
 Calibration time 9/16/2019 10:40:47 AM

### Results Flags Legend

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



Title : IMG1  
 -----  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Volt : 15.00 kV  
 Mag. : x 500  
 Date : 2019/07/29  
 Pixel : 512 x 384



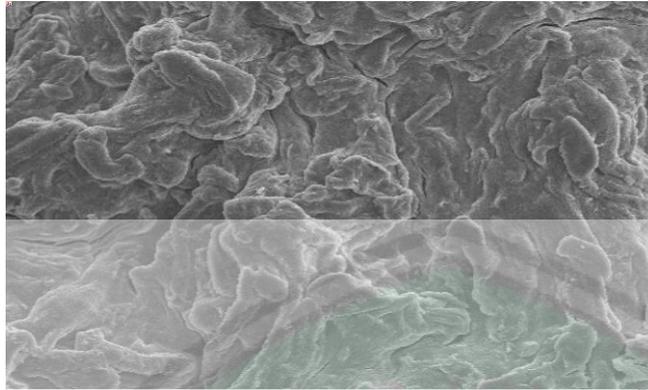
Acquisition Parameter  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Acc. Voltage : 15.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 50.97 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 1 %  
 Counting Rate: 2397 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

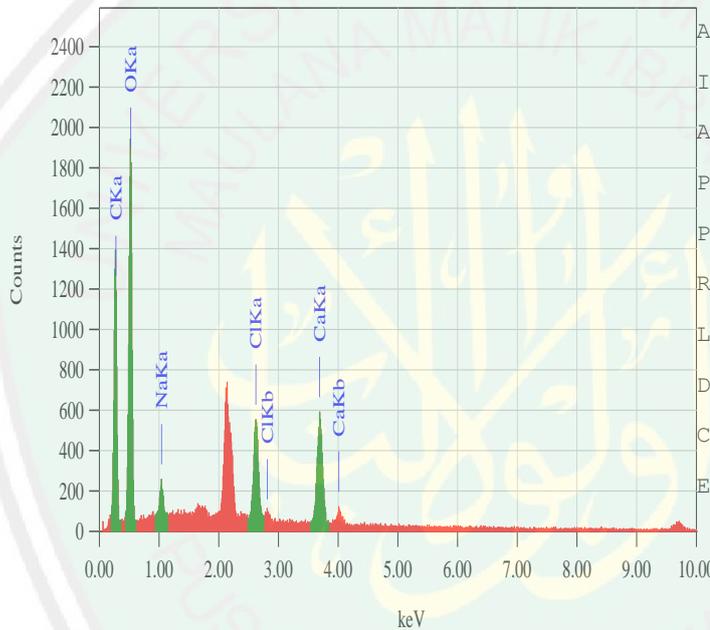
Fitting Coefficient : 0.2664

Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%	Cation
K							
C K	24.6230	0.277		36.54		0.08	46.58
O K	51.7163	0.525		49.71		0.20	47.57
Na K	1.5271	1.041		1.35		0.09	0.90
Cl K	7.7654	2.621		4.38		0.09	1.89
Ca K	14.3683	3.690		8.02		0.18	3.06
Total		100.00		100.00			

**b. Beads AC 1:2**



Title : IMG1  
 -----  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Volt : 15.00 kV  
 Mag. : x 500  
 Date : 2019/07/29  
 Pixel : 512 x 384



Acquisition Parameter  
 Instrument : 6510 (LA)  
 Acc. Voltage : 15.0 kV  
 Probe Current: 1.00000 nA  
 PHA mode : T3  
 Real Time : 50.66 sec  
 Live Time : 50.00 sec  
 Dead Time : 1 %  
 Counting Rate: 1651 cps  
 Energy Range : 0 - 20 keV

ZAF Method Standardless Quantitative Analysis

Fitting Coefficient : 0.2970

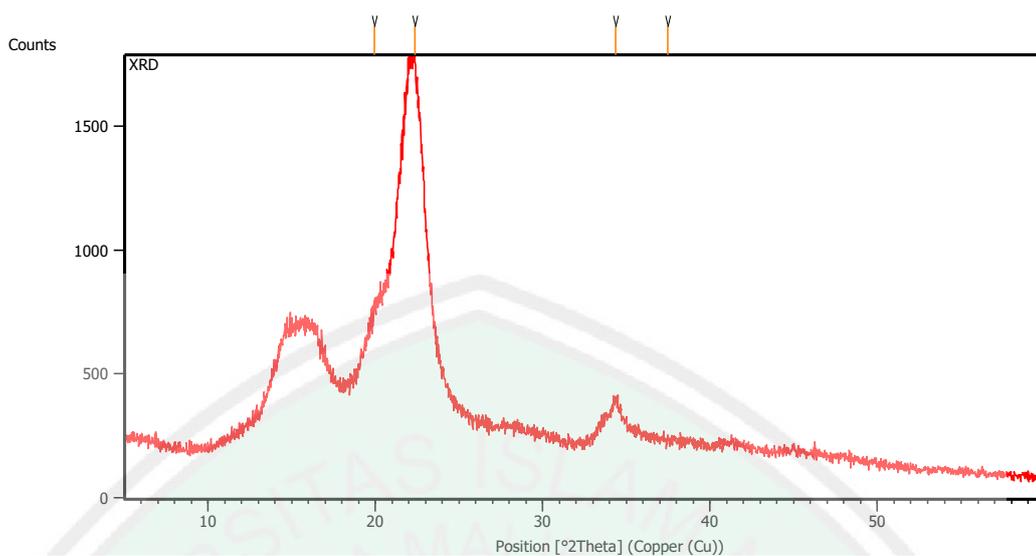
Element	(keV)	Mass%	Error%	Atom%	Compound	Mass%
C K	27.5134	0.277	38.93	0.08		48.91
O K	50.8154	0.525	48.64	0.21		45.87
Na K		1.041	1.21	0.09		0.80

## Lampiran VI Hasil Karakterisasi XRD

### Basic Data Process

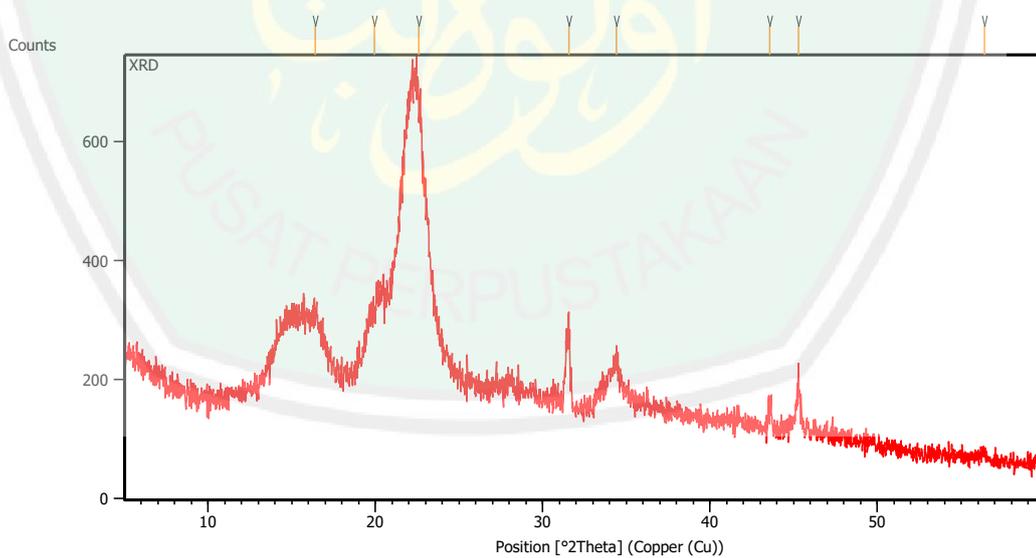
Diffractometer system	: XPERT-PRO
Scan Axis	: Gonio
Start Position [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 5.0084
End Position [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 59.9864
Step Size [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 0.0170
Scan Step Time [s]	: 10.1600
Scan Type	: Continuous
PSD Mode	: Scanning
PSD Length [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 2.12
Offset [ $^{\circ}2\theta$ .]	: 0.0000
Divergence Slit Type	: Fixed
Divergence Slit Size [ $^{\circ}$ ]	: 0.2177
Specimen Length [mm]	: 10.00
Measurement Temperature [ $^{\circ}\text{C}$ ]	: 25.00
Anode Material	: Cu
K-Alpha1 [ $\text{\AA}$ ]	: 1.54060
K-Alpha2 [ $\text{\AA}$ ]	: 1.54443
K-Beta [ $\text{\AA}$ ]	: 1.39225
K-A2 / K-A1 Ratio	: 0.50000
Generator Settings	: 30 mA, 40 kV
Diffractometer Type	: 0000000011119014
Diffractometer Number	: 0
Goniometer Radius [mm]	: 240.00
Dist. Focus-Diverg. Slit [mm]	: 100.00
Incident Beam Monochromator	: No
Spinning	: No

### a. Selulosa



Pos. [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\text{Th.}$ ]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
19.9575	274.83	0.5353	4.44900	22.75
22.3324	1208.28	0.7360	3.98097	100.00
34.3519	152.90	0.4015	2.61063	12.65
37.4663	25.12	0.1004	2.40047	2.08

### b. Karboksimetil Selulosa (CMC)



Pos. [ $^{\circ}2\theta$ .]	Height [cts]	FWHM Left [ $^{\circ}2\theta$ .]	d-spacing [ $\text{\AA}$ ]	Rel. Int. [%]
16.4081	57.13	0.6691	5.40255	13.43
19.9305	100.65	0.5353	4.45497	23.67
22.6066	425.27	0.7360	3.93330	100.00
31.5606	124.21	0.3011	2.83486	29.21
34.3940	81.86	0.2676	2.60753	19.25
43.5642	30.05	0.2007	2.07756	7.07
45.2840	78.55	0.2007	2.00258	18.47
56.3737	12.50	0.4015	1.63214	2.94

