

TUGAS AKHIR – TL184834

**STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU *PRETREATMENT*
PADA PROSES SINTESIS *CELLULOSE BEADS* DARI ECENG
GONDOK**

INTAN FIKRIYAH LATHIFAH ANWAR
NRP. 0251184000064

Dosen Pembimbing
Amaliya Rasyida, S.T.,M.Sc.
NIP. 198707072018032001
Dr.Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc.
NIP. 198012072005011004

Program Studi Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022



TUGAS AKHIR – TL184834

**STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU *PRETREATMENT*
PADA PROSES SINTESIS *CELLULOSE BEADS* DARI ECENG
GONDOK**

INTAN FIKRIYAH LATHIFAH ANWAR
NRP. 0251184000064

Dosen Pembimbing
Amaliya Rasyida, S.T.,M.Sc.
NIP. 198707072018032001
Dr.Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc.
NIP. 198012072005011004

Program Studi Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT – TL184834

**STUDY THE EFFECT OF PRETREATMENT TIME ON
SYNTHESIS OF CELLULOSE BEADS FROM WATER
HYACINTH**

INTAN FIKRIYAH LATHIFAH ANWAR
NRP. 0251184000064

Advisor
Amaliya Rasyida, S.T.,M.Sc.
NIP. 198707072018032001
Dr.Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc.
NIP. 198012072005011004

Study Program of Materials Engineering
Departement of Materials and Metallurgical Engineering
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya
2022

(This page is intentionally blank)

LEMBAR PENGESAHAN

STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU *PRETREATMENT* PADA PROSES SINTESIS *CELLULOSE BEADS* DARI ECENG GONDOK

TUGAS AKHIR

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat
memperoleh gelar Sarjana Teknik pada
Program Studi S-1 Teknik Material
Departemen Teknik Material dan Metalurgi
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

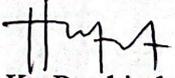
Oleh : **INTAN FIKRIYAH LATHIFAH ANWAR**
NRP. 0251184000064

(ditandatangani di bagian ini)

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

1. Amaliya Rasyida, S.T.,M.Sc.
2. Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T.,M.Sc.
3. Azzah Dyah Pramata, S.T., M.T.,M.Eng.,Ph.D
4. Sutarsis, S.T.,M.Sc.


Pembimbing


Ko-Pembimbing


Penguji


Penguji



SURABAYA
Juli, 2022

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

APPROVAL SHEET

STUDY OF VARIATIONS EFFECT OF PRETREATMENT TIME ON SYNTHESIS OF CELLULOSE BEADS FROM WATER HYACINTH

FINAL PROJECT

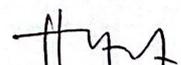
Submitted to fulfill one of the requirements
for obtaining a degree of bachelor of engineering at
Undergraduate Study Program of Materials Engineering
Departement of Materials and Metallurgical Engineering
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

By : **INTAN FIKRIYAH LATHIFAH ANWAR**
NRP. 0251184000064

Approved by Final Project Examiner Team :

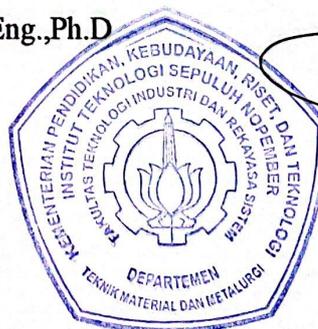
1. Amaliya Rasyida, S.T.,M.Sc.
2. Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T.,M.Sc.
3. Azzah Dyah Pramata, S.T., M.T.,M.Eng.,Ph.D
4. Sutarsis, S.T.,M.Sc.


Advisor


Co-Advisor


Examiner


Examiner



SURABAYA
July, 2022

(This page is intentionally blank)

PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama mahasiswa/NRP : Intan Fikriyah L.A / 02511840000064
Departemen : Teknik Material
Dosen Pembimbing/NIP : Amaliya Rasyida, S.T.,M.Sc. / 198707072018032001

Dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul "STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU *PRETREATMENT* PADA PROSES SINTESIS *CELLULOSE BEADS* DARI ECENG GONDOK" adalah hasil karya sendiri, bersifat orisinal, dan ditulis dengan mengikuti kaidah penulisan ilmiah.

Bilamana di kemudian hari ditemukan ketidaksesuaian dengan pernyataan ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai dengan ketentuan yang berlaku di Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Surabaya, 25 Juli 2022

Mengetahui
Dosen Pembimbing


(Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc.)
NIP. 198707072018032001

Mahasiswa


(Intan Fikriyah L.A)
NRP.02511840000064

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

Name of student/NRP : Intan Fikriyah L.A / 02511840000064
Departement : Material Engineering Department
Advisor/NIP : Amaliya Rasyida, S.T.,M.Sc. / 198707072018032001

Hereby declare that the Final Project with the title of "STUDY OF VARIATIONS EFFECT OF PRETREATMENT TIME ON SYNTHESIS OF CELLULOSE BEADS FROM WATER HYACINTH" is the result of my own work, is original, and is written by following the rules of scientific writing..

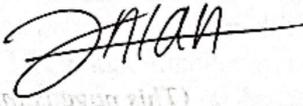
If in the future there is a discrepancy with this statement, then I am willing to accept sanctions in accordance with the provisions that apply at Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

Surabaya, 25 Juli 2022

Acknowledged
Advisor

Student


(Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc)
NIP. 198707072018032001


(Intan Fikriyah L.A)
NRP. 02511840000064

(This page is intentionally blank)

STUDI PENGARUH VARIASI WAKTU *PRETREATMENT* PADA PROSES SINTESIS *CELLULOSE BEADS* DARI ECENG GONDOK

Nama Mahasiswa / NRP : Intan Fikriyah Lathifah Anwar / 0251184000064
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Dosen Pembimbing : Amaliya Rasyida, S.T.,M.Sc.
Dosen Pembimbing II : Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc.

Abstrak

Eceng gondok merupakan tumbuhan yang memiliki sifat perkembangbiakan yang cepat. Sehingga sering disebut tanaman gulma karena pertumbuhannya yang sangat pesat. Eceng gondok memiliki kandungan 60% selulosa yang memiliki potensi tinggi untuk dimanfaatkan. Selulosa eceng gondok dapat diekstrak dan dimanfaatkan untuk *cellulose beads*. *Cellulose beads* adalah partikel bulat dengan diameter dalam skala mikro hingga milimeter yang digunakan dalam berbagai aplikasi tingkat lanjut seperti *drug delivery*. Pada penelitian ini, dilakukan analisa mengenai waktu *pretreatment* pada saat melakukan pelarutan selulosa sebelum menjadi *cellulose beads*. Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian ini diantaranya, pengamatan morfologi menggunakan mikroskop optik dan SEM. Pengamatan gugus fungsi selulosa dan *cellulose beads* menggunakan FTIR. Pengamatan puncak kristalin dengan XRD dan perhitungan kapasitas *swelling* dengan variasi waktu *pretreatment* selama 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit. Proses ekstraksi selulosa dilakukan menggunakan larutan NaOH pada proses delignifikasi dan NaClO₂ pada proses *bleaching*. Selulosa dikarakterisasi pada XRD untuk menghitung derajat kristalinitas dan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi dengan perbandingan eceng gondok dan selulosa. Proses sintesis *cellulose beads* menggunakan larutan asam etanol hidroklorat sebagai larutan *pretreatment*, selanjutnya pulp selulosa dikeringkan hingga menjadi serbuk dan dilarutkan dengan NaOH-urea-air sebelum ditetaskan ke larutan koagulan yaitu HNO₃. *Cellulose beads* memiliki berat 0.03-0.05 gram dan diameter 3.6-4.3 mm. Selanjutnya, *cellulose beads* dikarakterisasi dengan SEM untuk memperlihatkan luasan pori dan struktur permukaan *beads* yang datanya akan diolah pada *software* ImageJ, FTIR untuk mengetahui perbandingan gugus fungsi yang terbentuk setelah menjadi *beads*, dan dilakukan pengujian kapasitas *swelling* untuk menunjukkan kapasitas adsorpsi pada seluruh sampel *beads*. *Beads* dengan waktu *pretreatment* selama 90 menit memiliki hasil yang baik pada morfologi karena bentuknya yang bulat dan memiliki permukaan yang halus bila dilihat dibawah mikroskop optik, dan memiliki kapasitas *swelling* paling baik jika dibandingkan dengan variasi waktu *pretreatment* lainnya, yaitu pada 18.38%.

Kata Kunci: *Eceng Gondok, Selulosa, Cellulose Beads, Waktu Pretreatment.*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

STUDY OF VARIATIONS EFFECT OF PRETREATMENT ON SYNTHESIS OF CELLULOSE BEADS FROM WATER HYACINTH

Student Name / NRP : Intan Fikriyah Lathifah Anwar / 0251184000064
Departement : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS
Advisor : Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc.
Co-advisor : Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc.

Abstract

Water hyacinth is a plant that has fast breeding properties. So it is often called a weed plant because of its very rapid growth. Water hyacinth contains 60% cellulose which has a high potential to be utilized. Water hyacinth cellulose can be extracted and used for cellulose beads. Cellulose beads are spherical particles with diameters in the micro to millimeter scale which are used in various advanced applications such as drug delivery. In this study, an analysis of the pretreatment time was carried out when dissolving cellulose before it became cellulose beads. The characterizations carried out in this study included morphological observations using an optical microscope and SEM. Observation of the functional groups of cellulose and cellulose beads using FTIR. Observation of crystalline peaks by XRD and calculation of swelling capacity with variations in pretreatment time for 30, 60, 90, 120, 150 and 180 minutes. The cellulose extraction process was carried out using NaOH solution in the delignification process and NaClO₂ in the bleaching process. Cellulose was characterized on XRD to calculate the degree of crystallinity and FTIR to determine the functional groups with the ratio of water hyacinth and cellulose. The process of synthesizing cellulose beads using a solution of ethanol hydrochloric acid as a pretreatment solution, then the cellulose pulp is dried to a powder and dissolved in NaOH-urea-water before being dropped into a coagulant solution, namely HNO₃. Cellulose beads have a weight of 0.03-0.05 grams and a diameter of 3.6-4.3 mm. Furthermore, the cellulose beads were characterized by SEM to show the pore area and surface structure of the beads whose data will be processed in ImageJ, FTIR software to determine the comparison of functional groups formed after becoming beads, and swelling capacity testing was carried out to show the adsorption capacity of all beads samples. Beads with a pretreatment time of 90 minutes had good results on morphology because of their round shape and smooth surface when viewed under an optical microscope, and had the best swelling capacity when compared to other variations of pretreatment time, at 18.38%.

Keywords: *Water Hyacinth, Cellulose, Cellulose Beads, Pretreatment Time.*

(This page is intentionally blank)

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	v
APPROVAL SHEET	vi
PERNYATAAN ORISINALITAS	ix
STATEMENT OF ORIGINALITY	xi
Abstrak	xiii
Abstract	xv
DAFTAR ISI	xvii
DAFTAR GAMBAR	xix
DAFTAR TABEL	xxi
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Perumusan Masalah.....	1
1.3 Batasan Masalah.....	2
1.4 Tujuan Penelitian.....	2
1.5 Manfaat Penelitian.....	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Eceng Gondok.....	3
2.1.1 Komposisi Kimia Eceng Gondok.....	3
2.2 Sintesis Selulosa.....	7
2.3 Cellulose Beads.....	8
2.3.1 Sintesis Cellulose Beads.....	9
2.4 State of the Art.....	12
2.4.1 State of the Art Sintesis Selulosa.....	12
2.4.2 State of the Art Sintesis <i>Cellulose Beads</i>	17
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	23
3.1 Diagram Alir.....	23
3.2 Alat Penelitian.....	26
3.3 Bahan Penelitian.....	26
3.4 Metode Penelitian.....	28
3.4.1 Metode Sintesis Selulosa Eceng Gondok.....	28
3.4.2 Metode Sintesis <i>Cellulose Beads</i>	28
3.5 Pengujian.....	29
3.5.1 Pengujian <i>Functional Groups with Fourier Transform Infrared (FTIR)</i>	29
3.5.2 Uji <i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i>	30
3.5.3 Pengujian <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i>	30
3.5.4 Pengujian Kapasitas <i>Swelling</i>	31
3.6 Rancangan Penelitian.....	31
BAB IV ANALISIS HASIL DAN PEMBAHASAN	33
4.1 Isolasi Selulosa dari Eceng Gondok.....	33
4.2 Karakterisasi Selulosa Eceng Gondok.....	34
4.2.1 Analisa XRD Selulosa.....	34
4.2.2 Analisa FTIR Selulosa.....	35
4.3 Sintesis Cellulose Beads.....	37
4.4 Hasil Pengamatan Visual.....	37
4.5 Hasil Pengamatan Mikroskop Optik.....	38
4.6 Karakterisasi Cellulose Beads.....	40
4.6.1 Analisa FTIR <i>Cellulose Beads</i>	40

4.6.2	Analisa SEM Cellulose Beads	41
4.7	Analisa Kapasitas <i>Swelling</i>	45
BAB V	KESIMPULAN DAN SARAN	47
5.1	Kesimpulan	47
5.2	Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA		49
LAMPIRAN		51
UCAPAN TERIMA KASIH		59
BIODATA PENULIS		60

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Eceng gondok.....	3
Gambar 2.2	Struktur rantai selulosa.....	4
Gambar 2.3	Skema ikatan molekuler dan antarmolekuler hidrogen dalam selulosa.....	5
Gambar 2.4	Komponen hemiselulosa.....	6
Gambar 2.5	Struktur Lignin.....	6
Gambar 2.6	Hubungan antara lignin, selulosa dan hemiselulosa.....	7
Gambar 2.7	Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan larutan NaOH.....	7
Gambar 2.8	<i>Cellulose beads</i>	8
Gambar 2.9	Pembuatan <i>Cellulose beads</i> dengan beberapa metode, (a) teknik penjatuhan, (b) <i>jet cutting</i> , (c) <i>spinning drop atomization</i> , (d) <i>spinning disc atomization</i> , dan (e) dispersi.....	10
Gambar 2.10	Proses Sintesis <i>Cellulose beads</i>	10
Gambar 2.11	Milestone penelitian sintesis selulosa.....	12
Gambar 2.12	Perbandingan uji XRD selulosa, alkali selulosa, dan CMC.....	13
Gambar 2.13	Spektra FTIR dengan berbagai <i>pretreatment</i>	13
Gambar 2.14	Profil spektra FTIR (a) sebelum dan (b) sesudah perlakuan.....	14
Gambar 2.15	Morfologi serat eceng gondok (a) serat awal eceng gondok dengan perbesaran 5x, (b) 500x, (c) selulosa eceng gondok dengan perbesaran 5x, (d) 500x.....	15
Gambar 2.16	Filtrat ekstraksi dengan larutan NaOH 4% dan NaClO ₂ 3%.....	16
Gambar 2.17	Spektrum FTIR dengan NaOH 4% dan NaClO ₂ 3%.....	16
Gambar 2.18	Milestone penelitian sintesis <i>cellulose beads</i>	17
Gambar 2.19	<i>Cellulose beads</i> dengan berbagai bentuk.....	18
Gambar 2.20	Penentuan distribusi ukuran dan bentuk <i>cellulose beads</i> menggunakan <i>software Imaging</i>	19
Gambar 2.21	Pemindaian gambar mikroskop elektron dari permukaan <i>cellulose beads</i> dengan porositas yang berbeda (a,b), Penampang <i>cellulose beads</i> dengan morfologi inti kulit yang berbeda(c,d).....	19
Gambar 2.22	Hasil SEM permukaan <i>cellulose beads</i> dengan selulosa 5% dan dikoagulasi dengan konsentrasi (A) 0.5 M, (B) 2 M, (C) 6 M, dan (D) 10 M HNO ₃ pada temperatur 25°C dengan perbesaran 10.000x.....	20
Gambar 2.23	Hasil SEM <i>cross section cellulose beads</i> dengan selulosa 5% dan dikoagulasi dengan konsentrasi (A) 0.5 M, (B) 2 M, (C) 6 M, dan (D) 10 M HNO ₃ pada temperatur 25°C dengan perbesaran 10.000x.....	20
Gambar 2.24	SEM gambar permukaan (a-c) dan penampang melintang (d-g) dari <i>cellulose beads</i> yang dibuat dari limbah denim; (a) dan (d) BmimClwater; (b), (e) dan (f) BmimAcwater; (c) dan (g) BmimAcethanol. (h-j). penampilan <i>cellulose beads</i>	21
Gambar 3.1	Diagram Alir Umum.....	23
Gambar 3.2	Diagram alir sintesis selulosa eceng gondok.....	24
Gambar 3.3	Diagram alir sintesis <i>cellulose beads</i>	25
Gambar 3.4	Eceng gondok di sekitaran Kampus ITS.....	26
Gambar 3.5	Larutan NaOH 4%.....	27
Gambar 3.6	Larutan NaClO ₂ 3%.....	27
Gambar 3.7	Urea.....	27
Gambar 3.8	Alat FTIR.....	29

Gambar 3.9	Alat XRD	30
Gambar 3.10	Alat SEM.....	31
Gambar 4.1	(a) Serbuk eceng gondok kering; (b) Filtrat hasil delignifikasi; (c) Residu selulosa hasil delignifikasi	33
Gambar 4.2	(a) Residu selulosa hasil <i>bleaching</i> ; (b) Filtrat hasil <i>bleaching</i> ; (c) Residu akhir selulosa.....	33
Gambar 4.3	(a) Filtrat delignifikasi NaOH satu kali; (b) Filtrat delignifikasi NaOH dua kali; (c) Filtrat <i>bleaching</i> NaClO ₂ satu kali; (d) Filtrat <i>bleaching</i> NaClO ₂ dua kali	34
Gambar 4.4	Difraksi sinar-x selulosa eceng gondok	35
Gambar 4.5	Spektrum analisis FTIR eceng gondok dan selulosa	36
Gambar 4.6	(a) Proses pencetakan <i>beads</i> ; (b) Perendaman <i>beads</i> pada HNO ₃ ; (c) Perendaman <i>beads</i> pada aquades	37
Gambar 4.7	(a) <i>Cellulose beads</i> 90 menit; (b) <i>Cellulose beads</i> 120 menit.	38
Gambar 4.8	Hasil pengamatan mikroskop optik <i>cellulose beads</i> (a) CB t30; (b) CB t60; (c) CB t90; (d) CB t120; (e) CB t150; (f) CB t180.	39
Gambar 4.9	Spektra perbandingan <i>cellulose beads</i> dengan variasi waktu <i>pretreatment</i> 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit.	40
Gambar 4.10	Spektra FTIR eceng gondok, selulosa, dan <i>cellulose beads</i> 90 menit.	41
Gambar 4.11	Morfologi <i>beads</i> dengan variasi waktu <i>pretreatment</i> 90 menit	41
Gambar 4.12	(1) <i>Cellulose beads</i> dalam keadaan mengapung; (2) <i>Cellulose beads</i> dalam keadaan tenggelam; (A) Hasil <i>cellulose beads</i> pada pengujian SEM dengan perbesaran 500x;	43
Gambar 4.13	(1) <i>Cellulose beads</i> dalam keadaan mengapung; (2) <i>Cellulose beads</i> dalam keadaan tenggelam; (A) Hasil <i>cellulose beads</i> pada pengujian SEM dengan perbesaran 500x;	44

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik serat tanaman eceng gondok.....	3
Tabel 2.2	Kandungan kimia eceng gondok.	4
Tabel 2.3	Karakteristik <i>cellulose beads</i>	9
Tabel 2.4	Perbandingan kandungan serat selulosa menggunakan variasi larutan <i>pretreatment</i>	12
Tabel 2.5	Serapan gugus fungsi selulosa dari profil FTIR).....	14
Tabel 2.6	Puncak spektrum FTIR	17
Tabel 3.1	Rancangan sampel beserta komposisi dan pengujiannya	32
Tabel 4.1	<i>Yield</i> selulosa dari eceng gondok.....	34
Tabel 4.2	Gugus fungsi eceng gondok dan selulosa.....	36
Tabel 4.3	Hasil pengukuran diameter <i>beads</i> menggunakan mikroskop optik.....	39
Tabel 4.4	Presentase luas pori sampel <i>cellulose beads</i>	42
Tabel 4.5	Kapasitas <i>swelling cellulose beads</i>	45
Tabel 4.6	Karakteristik <i>cellulose beads</i>	45

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Eceng gondok (*Eichhornia crassipes*) merupakan tumbuhan air yang tumbuh di rawa-rawa, danau, waduk dan sungai yang alirannya tenang. Eceng Gondok (EG) mampu berkembang biak dengan cepat karena tanaman ini mudah menyesuaikan diri terhadap lingkungannya, dan mampu bersaing kuat dengan organisme lain (Haryadi, 2021). Pertumbuhan eceng gondok dapat mencapai 1,9% per hari dengan tinggi antara 0,3-0,5 m. Sehingga, EG dianggap sebagai gulma, EG akan menutupi permukaan air yang menyebabkan kandungan oksigen berkurang dan mengancam kehidupan yang ada dibawahnya (Kusumawati & Haryadi, 2021).

Populasi eceng gondok di Indonesia sangat melimpah namun masih belum teroptimalkan pemanfaatannya. Berbagai upaya telah dilakukan untuk memberantas tanaman gulma perairan ini, namun tidak pernah berhasil karena tingkat pertumbuhan tanaman ini lebih cepat dari pembuangannya. Dengan populasi yang begitu melimpah dan pengendaliannya yang kurang maksimal maka eceng gondok harus dimanfaatkan khususnya serat pada eceng gondok. Kandungan kimia serat eceng gondok itu sendiri yakni 60% selulosa, 8% hemiselulosa dan 17% lignin (Abdel-fattah & Abdel-naby, 2012). Hal ini sangat memungkinkan bahwa selulosa eceng gondok berpotensi sebagai bahan dasar pembuatan *cellulose beads*.

Pada saat pengestrakan serat selulosa eceng gondok, terdapat beberapa zat penyusun dinding sel selain selulosa yang ikut terekstraksi, yaitu lignin dan hemiselulosa. Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Endang dan Haryadi, (Kusumawati & Haryadi, 2021) proses pemurnian dapat dilakukan dengan cara ekstraksi yang meliputi proses delignifikasi untuk memisahkan hemiselulosa dan lignin. Kemudian, dilakukan proses *bleaching* menggunakan pelarut tertentu.

Cellulose beads atau sering disebut pelet, atau gel selulosa. *Cellulose beads* adalah partikel bulat dengan diameter dalam skala mikro hingga millimeter, yang digunakan dalam berbagai aplikasi tingkat lanjut. *Cellulose beads* memiliki kemampuan menahan laju aliran tinggi karena berbentuk manik-manik atau bola (Trygg dkk., 2013). *Cellulose beads* memiliki porositas tinggi dan cocok sebagai penyerap berbagai substrat, seperti ion logam berat dan enzim untuk remediasi lingkungan dan industri makanan. Proses persiapan untuk *cellulose beads* dapat dibagi menjadi tiga langkah utama, proses pelarutan selulosa, spheronisasi, dan koagulasi. Pengeringan dibawah kondisi khusus bertujuan untuk menjaga porositas *cellulose beads* dalam keadaan kering (Zeng dkk., 2020).

Gericke, (2013) melakukan penelitian dengan berbagai prosedur sebelumnya, termasuk penggunaan pelarut yang berbeda, teknik pembentukan, dan perangkat teknis untuk produksi dalam jumlah besar. Pada prinsipnya, produksi *cellulose beads* dapat disederhanakan menjadi tiga langkah: (i) pelarutan selulosa (atau turunan selulosa), (ii) pembentukan larutan polisakarida menjadi partikel bulat, dan (iii) transisi sol-gel dan pemadatan larutan partikel menjadi beads. Dalam studi ini *cellulose beads* disintesis dengan variasi waktu *pretreatment*. Tujuannya dari penelitian ini adalah untuk menganalisa pengaruh parameter waktu *pretreatment* pada sifat *cellulose beads* makroskopik (ukuran dan bentuk) dan mikroskopis (morfologi dalam dan ukuran pori). Mempelajari parameter ini sangat penting untuk aplikasi selanjutnya, karena dapat menentukan kemampuan *cellulose beads*.

1.2 Perumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah :

1. Pengaruh waktu *pretreatment* terhadap morfologi *cellulose beads*.
2. Pengaruh waktu *pretreatment* terhadap kapasitas *swelling cellulose beads*.
3. Pengaruh waktu *pretreatment* terhadap porositas *cellulose beads*.

1.3 Batasan Masalah

Agar didapatkan hasil akhir yang baik serta tidak menyimpang dari permasalahan, maka batasan masalah pada pembahasan ini adalah sebagai berikut:

1. Temperatur dan tekanan ruangan dalam kondisi konstan.
2. Kecepatan *stirring* dalam kondisi konstan.
3. Bagian eceng gondok yang digunakan adalah batang.
4. Pemutaran kran buret titrasi pada proses penetes.
5. Ketinggian penetes dari ujung buret.

1.4 Tujuan Penelitian

Dengan adanya rumusan masalah di atas, maka dapat ditarik tujuan sebagai berikut:

1. Menganalisis pengaruh waktu *pretreatment* terhadap morfologi *cellulose beads*
2. Menganalisis pengaruh waktu *pretreatment* terhadap kapasitas *swelling cellulose beads*
3. Menganalisis pengaruh waktu *pretreatment* terhadap porositas *cellulose beads*

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang bisa diambil dari penelitian ini adalah menjadi referensi proses sintesis *cellulose beads* dengan pemilihan waktu *pretreatment* yang sesuai dengan menggunakan selulosa tanaman eceng gondok yang telah disintesis sehingga mendapatkan hasil *cellulose beads* yang dapat diaplikasikan sebagai material pembawa dalam obat-obatan atau *drug delivery*.

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Eceng Gondok

Tanaman eceng gondok (*Eichhornia Crassipes*) merupakan tanaman jenis invasif yang berasal dari Amerika Selatan. Eceng gondok (EG) merupakan sejenis tanaman bakung yang hidup terapung di atas permukaan air, banyak tumbuh liar di perairan seperti waduk, danau, rawa dan sungai. Tanaman ini memiliki ciri-ciri antara lain tinggi 0.4-0.8 m, daun yang berbentuk agak bulat, berwarna hijau terang dan berdiameter sekitar 15 cm. Daun-daun tersebut ditopang oleh tangkai memanjang yang berbentuk silinder dengan diameter 1-2.5 cm seperti pada **Gambar 2.1**. EG memiliki dua macam cara untuk berkembang biak, yaitu dengan biji dan tunas yang berada di atas akar (Villamagna, 2010).



Gambar 2.1 Eceng gondok (Lail, 2008).

Eceng gondok umumnya dianggap sebagai gulma yang tumbuh banyak hampir di perairan yang mudah menyesuaikan diri dengan lingkungannya dan cepat berkembang biak. Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Lail, (2008), perkembangbiakan eceng gondok terjadi secara vegetatif bila tunas baru tumbuh dari ketiak daun, lalu membesar dan akhirnya menjadi tumbuhan baru. Setiap 10 tanaman eceng gondok mampu berkembangbiak menjadi 600.000 tanaman baru dalam waktu 8 bulan.

Pertumbuhan eceng gondok dipengaruhi oleh beberapa faktor lingkungan. Eceng gondok dapat hidup di lahan yang mempunyai derajat keasaman (pH) air 3.5-10. Agar pertumbuhan eceng gondok menjadi baik, eceng gondok lebih cocok terhadap pH 7.0-7.5, jika pH lebih atau kurang maka pertumbuhan akan terlambat (Harahap dkk., 2003). Eceng gondok memiliki karakteristik yang dapat dilihat pada **Tabel 2.1**

Tabel 2.1 Karakteristik serat tanaman eceng gondok (Harahap dkk., 2003).

Karakteristik	Nilai
Massa jenis (g/cm ³)	0.25
Sifat putih (<i>whiteness</i>) (%)	22.2
Kehalusan (<i>fineness</i>) (μ)	35
Kekuatan tarik (<i>tensile strength</i>) (Mpa)	18-33

2.1.1 Komposisi Kimia Eceng Gondok

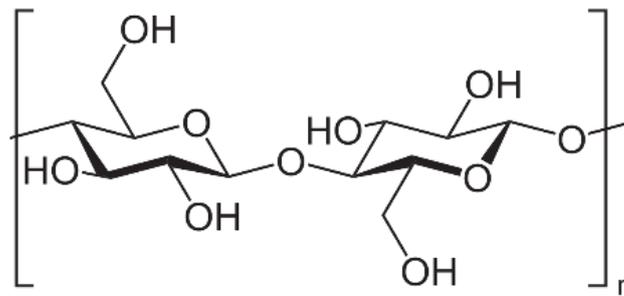
Komposisi kimia eceng gondok tergantung pada kandungan unsur hara tempatnya tumbuh, dan sifat daya serap tanaman tersebut. Eceng gondok mempunyai sifat yang baik antara lain dapat menyerap logam-logam berat, senyawa sulfida, selain itu mengandung protein lebih dari 11.5%. Kandungan kimia serat eceng gondok dapat dilihat pada **Tabel 2.2** (Abdel-fattah & Abdel-naby, 2012)

Tabel 2.2 Kandungan kimia eceng gondok (Abdel-fattah & Abdel-naby, 2012).

Kandungan Kimia	Nilai (%)
Selulosa	60
Hemiselulosa	8
Lignin	17

2.1.1.1 Selulosa

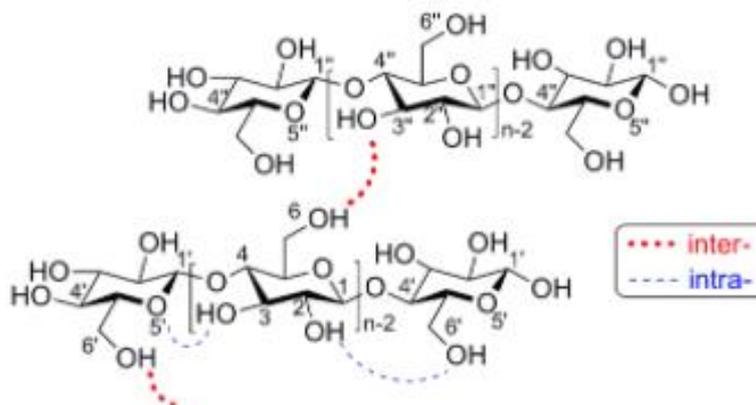
Selulosa merupakan biopolimer dengan jumlah terbesar yang tersedia di alam jika dibandingkan dengan senyawa kitin, pati, kitosan, dan polisakarida lainnya (Bchini, 2015). Selulosa memiliki sifat fisik berwarna putih, memiliki berat molekul berkisar antara 300.000-500.000 gr/ml, dalam keadaan kering, selulosa bersifat higroskopis, keras, dan rapuh. Selulosa merupakan komponen utama penyusun dinding sel tumbuhan dari pohon tingkat tinggi hingga organisme primitif, seperti alga, flagellata, dan bakteri (Fengel & Wegener, 1983). Polisakarida ini terdiri atas 700-1000 unit glukosa terikat dengan ikatan β -glikosidik antara C(4) secara linear terkondensasi, sebagaimana ditunjukkan pada **Gambar 2.2** (Armstrong, n.d.).



Gambar 2.2 Struktur rantai selulosa (Beaupre & Saunders, 2005).

Polimer selulosa terdiri atas dua bagian utama, yaitu bagian kristalin dengan struktur yang teratur dan bagian amorf dengan struktur yang tidak teratur. Selulosa kristalin dengan struktur yang rapat dan kuat relatif sulit diputuskan ikatannya (Chum, 1998). Struktur kimia inilah yang membuat selulosa bersifat kristalin, tidak larut dalam berbagai macam pelarut dan tahan terhadap perlakuan dengan berbagai bahan kimia, kecuali asam kuat, yang disebabkan adanya ikatan hidrogen antara gugus hidroksil dalam rantai selulosa (Fatriasari dkk., 2019). Semakin panjang suatu rangkaian selulosa, maka rangkaian selulosa tersebut memiliki serat yang lebih kuat (Antosen dkk., 2015).

Selulosa terdiri dari unsur C, O, H yang membentuk rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$ dengan ikatan hydrogen yang sangat erat. Gugus -OH ini dapat berinteraksi satu sama lain dengan gugus -O, -N, dan -S, membentuk ikatan hidrogen. Ikatan -H juga terjadi antara gugus -OH selulosa dengan air. Gugus-OH selulosa menyebabkan permukaan selulosa menjadi hidrofilik. Rantai selulosa memiliki gugus-H di kedua ujungnya. Skema ikatan hidrogen pada selulosa disajikan pada **Gambar 2.3**.



Gambar 2.3 Skema ikatan molekul dan antarmolekul hidrogen dalam selulosa (F dkk., 2013).

Gugus OH pada selulosa menentukan sifat fisik dan kimia selulosa. Ikatan hidrogen memiliki karakteristik sebagai berikut:

1. Faktor sterik menyebabkan distribusi elektron tidak simetris.
2. Kekuatan energi ikatannya tergantung pada kerapatan muatan dan sudut antara atom-atom yang terikat satu sama lain.
3. Kinetika jembatan-H, yaitu frekuensi gugus-gugus OH atau NH bergetar sehingga terjadi perubahan kedudukan proton (Fengel & Wegener, 1983).

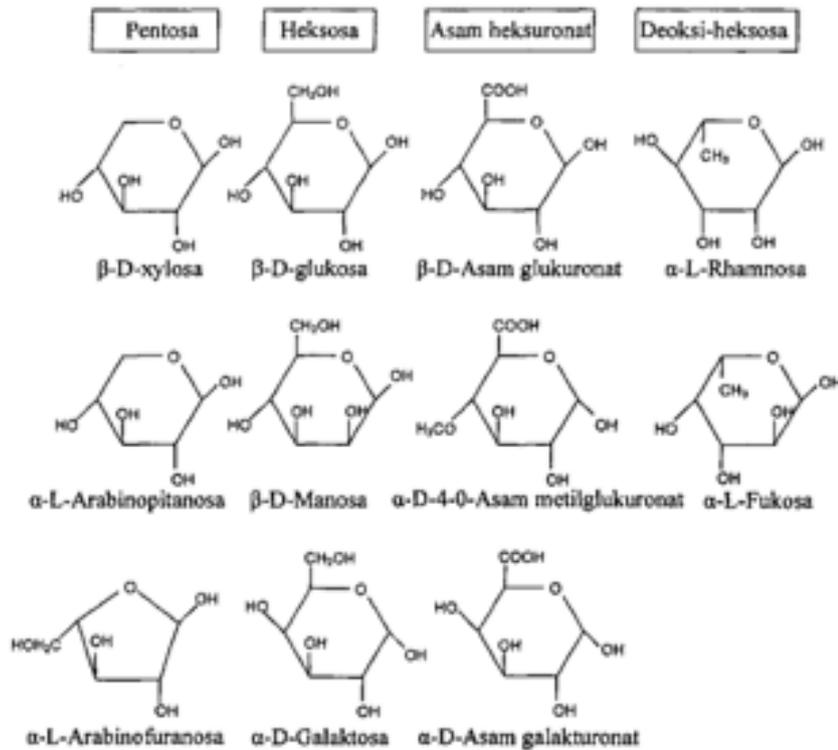
Menurut Sumada dkk (2011), berdasarkan derajat polimerisasi dan kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17.5%, selulosa dibedakan atas tiga jenis yaitu sebagai berikut.

1. α -selulosa adalah selulosa berantai panjang dan tidak larut dalam larutan NaOH 17.5% atau basa kuat dengan derajat polimerisasi 600-1500. α -selulosa dipakai sebagai penduga dan atau penentu tingkat kemurnian selulosa. α -selulosa memiliki tingkat kemurnian paling tinggi yaitu >92%.
2. β -selulosa adalah bagian selulosa yang larut dalam larutan NaOH 17.5% atau basa kuat dengan derajat polimerisasi 15-90, dapat mengendap bila dinetralkan.
3. γ -selulosa memiliki derajat polimerisasi kurang dari 15 yang mudah larut dalam larutan NaOH yang mempunyai kadar 17.5% dan tidak akan terbentuk endapan setelah larutan dinetralkan.

Bervariasinya struktur kimia selulosa (α, β, γ) mempunyai pengaruh yang besar pada reaktivitasnya. Gugus-gugus hidroksil yang terdapat dalam daerah-daerah amorf sangat mudah dicapai dan mudah bereaksi, sedangkan gugus-gugus hidroksil yang terdapat di daerah-daerah kristalin dengan berkas yang rapat dan ikatan antar rantai yang kuat mungkin tidak dapat dicapai sama sekali. Pembengkakan awal selulosa diperlukan baik dalam tahap eterifikasi (alkalisasi) maupun dalam esterifikasi atau perlakuan asam (Sjostrom, 1995).

2.1.1.2 Hemiselulosa

Hemiselulosa merupakan polisakarida non selulosa yang pokok, terdapat dalam serat dengan berat molekul 4000-15.000 dan tergolong senyawa organik (Prayitno dkk., 2020). Hemiselulosa memiliki berbagai unit pembentuk gula. Unit-unit gula yang membentuk hemiselulosa dapat dibedakan menjadi kelompok pentosa, heksosa, asam heksauronat, dan deoksi heksosa yang dapat dilihat pada **Gambar 2.4** (Resnick dkk., 2010).

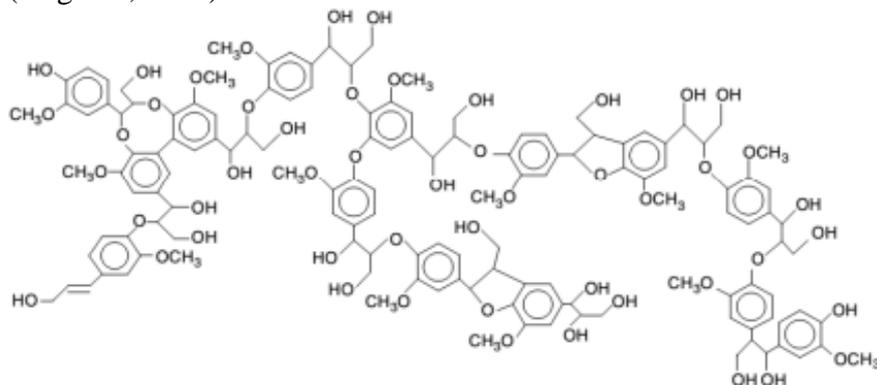


Gambar 2.4 Komponen hemiselulosa (Fengel & Wegener, 1983).

Hemiselulosa relatif mudah dihidrolisa dan akan terdegradasi lebih dahulu dari pada selulosa, karena rantai molekul hemiselulosa lebih pendek dan bercabang, rumus molekul hemiselulosa $(C_6H_{10}O_5)_n$ dimana $n = 50-200$ (Saraswati & Santosa, 2006). Perbedaan hemiselulosa dengan selulosa yaitu hemiselulosa mudah larut dalam alkali tapi sukar larut dalam asam, sedang selulosa adalah sebaliknya (Winarno, 1994).

2.1.1.3 Lignin

Lignin adalah molekul kompleks yang tersusun dari unit *phenylpropane* yang terikat di dalam struktur tiga dimensi yang bisa dilihat pada **Gambar 2.5**. Lignin terdapat pada jaringan tanaman yang terikat pada selulosa dan komponen tanaman khusus untuk pengangkutan cairan dan kekuatan mekanik (Sjostrom, 1995). Lignin merupakan polimer alami dan tergolong ke dalam senyawa rekalsitran karena tahan terhadap degradasi atau tidak terdegradasi dengan cepat di lingkungan. Molekul lignin berfungsi memberikan kekuatan pada tanaman. Lignin tersusun dari tiga jenis senyawa fenilpropanoid, yaitu alkohol kumaril, alkohol koniferil dan alkohol sinapil (Nugraha, 2004).

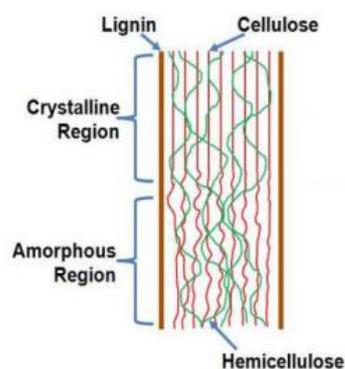


Gambar 2.5 Struktur Lignin (Perez & Dorado, 2002).

2.2 Sintesis Selulosa

Selulosa adalah salah satu komponen utama dari ligniselulosa yang terdiri dari unit monomer D-glukosa yang terikat pada ikatan 1,4-glikosidik. Selulosa cenderung membentuk mikrofibril melalui ikatan inter dan intra molekuler sehingga memberikan struktur yang larut. Mikrofibril selulosa terdiri dari 2 tipe, yaitu kristalin dan amorf (Trisanti Anindyawati, 2009).

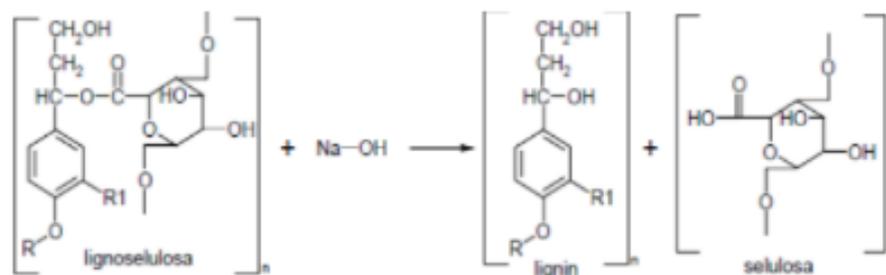
Ligniselulosa merupakan komponen penyusun dinding sel tanaman terutama pada bagian batang seperti pada **Gambar 2.6**. Selulosa pada umumnya merupakan produk antara (*intermediate product*) yang dapat dikonversi menjadi berbagai produk akhir, seperti pulp dan kertas, glukosa serta produk turunan selulosa lainnya, seperti selulosa asetat, karboksimetil selulosa, dan lainnya. Selanjutnya, serat selulosa dapat diperoleh dengan cara mengekstrak selulosa dari batang tanaman eceng gondok menggunakan pelarut kimia agar selulosa keluar dari dinding sel (Perez & Dorado, 2002).



Gambar 2.6 Hubungan antara lignin, selulosa dan hemiselulosa.

Proses pemurnian dapat dilakukan dengan cara ekstraksi yang meliputi proses delignifikasi menggunakan NaOH 4% untuk memisahkan hemiselulosa dan lignin. Kemudian, dilakukan proses *bleaching* menggunakan pelarut NaClO₂ 3% yang bertujuan untuk mendegradasi rantai lignin yang panjang menjadi rantai-rantai yang pendek sehingga lignin dapat larut pada saat pencucian dalam air atau alkali (Fengel & Wegener, 1983).

Proses pemisahan selulosa dari senyawa lainnya dapat menggunakan pelarut seperti, NH₄OH, KOH dan NaOH (Hermayanti dkk., 2019). Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Sun *dkk.*(2004), pemisahan selulosa menggunakan larutan NaOH dapat melarutkan lignin sekaligus hemiselulosa seperti pada **Gambar 2.7**. Larutan NaOH akan mendegradasi lignin akibat transfer ion hydrogen dari gugus hidroksil pada lignin ke ion hidroksil NaOH. Namun, penggunaan asam atau basa yang terlalu kuat dan suhu yang terlalu tinggi serta waktu reaksi yang terlalu lama dapat mengakibatkan kerusakan struktur selulosa sehingga selulosa gagal untuk diisolasi (Radotić, 2016).



Gambar 2.7 Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan larutan NaOH(S, 2013).

2.3 Cellulose Beads

Selulosa dapat dimodifikasi secara kimia dengan cara yang berbeda untuk mendapatkan turunan dengan sifat tertentu, mulai dari hidrofilik hingga hidrofobik, dari tidak bermuatan hingga bermuatan atau kationik (Liebert dkk., 2010). Selulosa dapat dibentuk menjadi objek yang terdefinisi dengan baik, seperti serat geometri yang berbeda, film, spons, atau partikel berbentuk bola yang juga dikenal sebagai *cellulose beads* (Gavillon & Budtova, 2008).

Cellulose beads adalah bahan serbaguna untuk berbagai aplikasi, terutama ketika sudah disintesis secara kimia untuk meningkatkan kemampuannya. Keberadaan *cellulose beads* di pasaran dapat dengan mudah ditemukan dengan bentuk partikel mengembang di dalam air yang memiliki porositas tinggi dan sifat fungsional yang menarik karena sejumlah besar kelompok hidroksil reaktif (Gericke dkk., 2013).

Cellulose beads dapat diaplikasikan dalam berbagai produk, di antaranya sebagai material pembawa dalam obat-obatan, kromatografi pertukaran ion logam, pengolahan air, penambatan pupuk dan imobilisasi protein (Trygg dkk., 2013). *Cellulose beads* memiliki beberapa sifat khas yakni ukuran partikel yang dapat disesuaikan, dan porositas yang tinggi.

Cellulose beads sering diberi nama : mikrosfer, pelet, gel selulosa, dan selulosa mutiara seperti pada **Gambar 2.8**. Guna menghindari kebingungan yang disebabkan oleh terminologi yang berbeda, *cellulose beads* selanjutnya didefinisikan sebagai partikel bola yang dibuat melalui pelarutan, pembentukan, dan regenerasi selulosa (atau turunan yang selanjutnya diubah menjadi selulosa) dan yang secara eksklusif terdiri dari selulosa dan difiksasi dalam bentuk bulat dengan pembentukan kembali jaringan ikatan hidrogen dan interaksi selulosa-selulosa yang khas (Gericke dkk., 2013).



Gambar 2.8 *Cellulose beads* (Trygg dkk., 2013).

Produksi *cellulose beads* dapat disederhanakan menjadi tiga langkah: (i) pelarutan selulosa (atau turunan selulosa), (ii) pembentukan larutan polisakarida menjadi partikel bulat, dan (iii) transisi sol-gel dan pepadatan larutan partikel menjadi *beads*. Selain itu, beberapa pasca dan pra-perlakuan dapat diterapkan untuk menyempurnakan properti/sifat tertentu (Gericke dkk., 2013).

Menurut Gericke, (2013), *Cellulose beads* dapat dibuat dari larutan dengan baik menggunakan mesin “*droplet-making*” seperti *atomizers* dan *jet-splitter*, atau pada skala laboratorium, dengan jarum suntik atau dengan menekan larutan melalui material berlubang. Prinsip umum pembuatan *cellulose beads* adalah dengan melarutkan selulosa, kemudian pembentukan larutan polisakarida menjadi berbentuk *spherical*, dan kemudian regenerasi selulosa dalam bak koagulasi dengan komposisi kimia yang disesuaikan untuk melakukan “derivatisasi” (hidrolisis, deasetilasi, dll).

Cellulose beads berbentuk bulat dan berpori serta memiliki permukaan spesifik yang lebih tinggi sebagai selulosa yang berserat. *Cellulose beads* memiliki diameter partikel antara 1-1000 μ m, memiliki sifat swelling yang baik, dan beberapa sifat lainnya yang dapat ada pada **Tabel 2.3**

Tabel 2.3 Karakteristik *cellulose beads* (Trygg & Fardim, 2011)

Karakteristik	Ukuran
Diameter partikel	10 - 1000 μm
<i>Cross section</i>	0,3 - 0,5 μm
<i>Surface area</i>	200 - 500 cm^3/g
Ukuran pori	2 - 50 nm
Volume	8-20 mm^3
Berat	14-22 mg
Porositas	93-95%

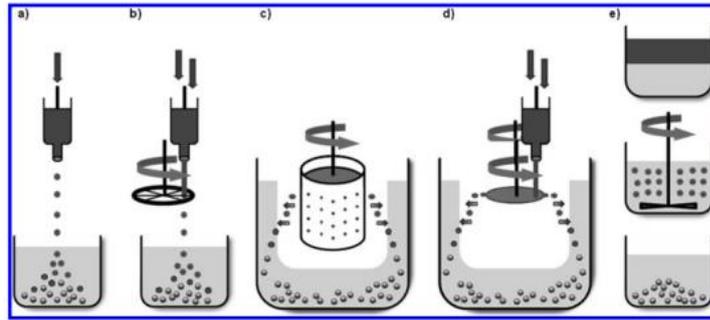
2.3.1 Sintesis Cellulose Beads

Sintesis *cellulose beads* dilakukan dengan menyiapkan bahan awal berupa turunan cair, misalnya selulosa asetat. Selanjutnya, persiapan selulosa kering menjadi *pulp*. Selanjutnya pelarutan selulosa, dimana mencampurkan *pulp* dengan pelarut yang dapat membantu pembentukan selulosa. Kemudian tahap ketiga, setelah membentuk larutan menjadi partikel, turunan diregenerasi dengan koagulasi atau penguapan pelarut dengan adanya *non solvent* (Gericke dkk., 2013).

Koagulasi yaitu proses pencampuran koagulan (bahan kimia) atau pengendap ke dalam air baku dengan kecepatan perputaran yang tinggi dalam waktu yang singkat. Tujuan dari koagulasi adalah mengubah partikel padatan dalam air baku yang tidak bisa mengendap menjadi mudah mengendap. Hal ini karena adanya proses pencampuran koagulan kedalam air baku sehingga menyebabkan partikel padatan yang mempunyai padatan ringan dan ukurannya kecil menjadi lebih berat dan ukurannya besar (flok) yang mudah mengendap (Susanto & Ricky, 2008).

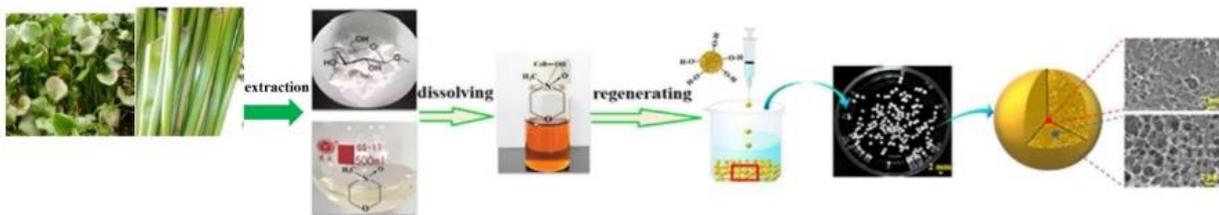
Pembentukan *beads* dari larutan polisakarida bisa dicapai dengan metode menjatuhkan atau teknik dispersi. Pemisahan dua metode ini dilakukan karena tidak hanya berdasarkan aspek teknologi tetapi juga pemisahan makroskopik yang menjadikan manik-manik selulosa dengan ukuran di atas menggunakan teknik menjatuhkan atau di bawah dengan teknik dispersi, yaitu pada ukuran 250–500 μm (Gericke dkk., 2013).

Persiapan *cellulose beads* pertama kali dijelaskan pada tahun 1951 (John & Roxana, 1951). Bahannya, kemudian diberi nama selulosa dan disiapkan dengan menjatuhkan *viscose* secara manual larutan ke dalam bak koagulasi berair. Tetesan terbentuk ketika gabungan gaya gravitasi dan tekanan yang digunakan untuk ejeksi melebihi nilai tertentu yang ditentukan oleh tegangan permukaan dari solusi dan gaya kapiler. Secara umum, diameter *cellulose beads* yang diperoleh dengan teknik menjatuhkan terbatas pada kisaran sekitar 0,5–3 mm, karena terbatas pada ukuran tetesan yang dapat disiapkan. Bentuk *beads* menjadi panjang ke lebar. Bentuk jatuhnya *beads* ditentukan oleh regangan mekanis yang dihadapi tetesan saat mengenai permukaan bak koagulasi. Metode yang berbeda dilakukan untuk menghasilkan *cellulose beads* dengan bentuk dan ukuran yang diinginkan (Trygg & Fardim, 2011).



Gambar 2.9 Pembuatan *Cellulose beads* dengan beberapa metode, (a) teknik penjatuhan, (b) *jet cutting*, (c) *spinning drop atomization*, (d) *spinning disc atomization*, dan (e) dispersi (Gericke dkk., 2013).

Diameter *beads* dalam metode dispersi sekitar 10 hingga 100 μm dan ditentukan oleh kecepatan pencampuran, jenis dan jumlah surfaktan, rasio pelarut hidrofobik terhadap hidrofilik, dan viskositas media dispersi dan larutan selulosa. Sehingga, ukuran *cellulose beads* yang dibentuk oleh metode dispersi kira-kira 10 kali lebih kecil dibandingkan dengan yang dibentuk oleh teknik menjatuhkan (Karbstein & Schubert, 1995).



Gambar 2.10 Proses Sintesis *Cellulose beads*

Selulosa tidak bisa larut dalam air dan pelarut organik umum, karena pembentukan hidrogen antar molekul yang sangat kuat pada jaringan ikatannya. Faktor yang mempengaruhi dalam berhasilnya proses ekstraksi adalah mutu dan pelarut yang dipakai. Ada dua pertimbangan utama dalam memilih pelarut yang akan digunakan, yaitu harus memiliki daya larut yang tinggi dan pelarut tersebut tidak berbahaya atau tidak beracun (Sumada, 2011). Pelarut lain yang juga umum digunakan adalah bahan kimia organik (mengandung karbon) yang juga disebut pelarut organik. Pelarut biasanya memiliki titik didih rendah dan lebih mudah menguap, meninggalkan substansi terlarut yang didapatkan. Untuk membedakan antara pelarut dengan zat yang dilarutkan, pelarut biasanya terdapat dalam jumlah yang lebih besar (Sumada, 2011).

Pemilihan pelarut merupakan salah satu faktor yang penting dalam proses ekstraksi. Jenis pelarut yang digunakan dalam proses ekstraksi mempengaruhi jenis komponen aktif bahan yang terekstrak karena masing-masing pelarut mempunyai selektivitas yang berbeda untuk melarutkan komponen aktif dalam bahan. Pelarut yang dipilih harus disesuaikan dengan beberapa kriteria berikut :

1. Kepolaran yang dimiliki pelarut sama dengan bahan yang akan diekstrak sehingga pelarut dapat melarutkan *solute* dengan baik. Dengan tingkat kelarutan yang tinggi, hanya sedikit pelarut yang diperlukan.
2. Pelarut diharapkan memiliki selektivitas yang tinggi sehingga hanya akan melarutkan senyawa-senyawa tertentu yang ingin diekstrak atau sedikit mungkin melarutkan senyawa-senyawa pengotor, sehingga pemisahan dari campurannya pun dapat berlangsung lebih sempurna
3. Murah dan mudah diperoleh.

4. Tidak korosif, tidak beracun, stabil secara termal dan tidak mudah terbakar.
5. Tidak menyebabkan terbentuknya emulsi.
6. Pelarut hanya berfungsi melarutkan dan diharapkan tidak mengubah susunan kimia dari bahan yang diekstrak (tidak terjadi reaksi antara pelarut dengan bahan yang diekstrak) (Sabel & Warren, 1973).
7. Titik didih pelarut cukup rendah sehingga hanya membutuhkan pemanasan yang tidak terlampau besar. Bila pemanasan yang diperlukan membutuhkan energi yang sangat besar, dapat menimbulkan kerusakan pada bahan yang diekstrak dan hal seperti itu tentu saja dihindari. Namun titik didih pelarut pun tidak boleh terlampau rendah yang dapat menyebabkan kehilangan pelarut dalam jumlah yang besar akibat pemanasan. Titik didih pelarut pun harus seragam agar tidak menimbulkan residu di bahan pangan (Sabel & Warren, 1973).
8. Viskositas dan densitas dari pelarut diharapkan cukup rendah agar pelarut lebih mudah mengalir dan kontak dengan padatan berlangsung lebih baik.
9. Pelarut yang digunakan sebaiknya bersifat hidrofilik terlebih bila bahan yang akan diekstrak masih mengandung sedikit air. Bila pelarut yang digunakan bersifat hidrofob, pelarut yang diharapkan dapat menembus dinding sel dan melarutkan isi sel (klorofil/bahan yang akan diekstrak) akan ditolak terlebih dahulu oleh keberadaan air (Sabel & Warren, 1973).
10. Kecepatan alir pelarut, sedapat mungkin besar dibandingkan dengan laju alir bahan ekstraksi, agar ekstrak yang terlarut dapat segera diangkut keluar dari permukaan bahan padat.
11. Temperatur operasi yang tinggi akan berpengaruh positif terhadap ekstraksi karena adanya peningkatan kecepatan difusi, peningkatan kelarutan dari larutan, dan penurunan viskositas pelarut. Dengan viskositas pelarut yang rendah, kelarutan yang dapat dicapai lebih besar. Temperatur yang digunakan harus dapat disesuaikan dengan kelarutan pelarut, stabilitas pelarut, tekanan uap pelarut, dan selektivitas pelarut (Budtova & Navard, 2017).

Selulosa lebih baik larut dalam air NaOH ketika sejumlah urea ditambahkan. Ketika jumlah air terlalu rendah untuk membentuk dua campuran eutektik, NaOH menarik air dengan mengorbankan urea. Dengan adanya selulosa mikrokristalin, interaksi antara selulosa dan NaOH/air persis sama seperti tanpa urea, dan urea tidak berinteraksi dengan selulosa. Penjelasan sementara tentang peran urea adalah untuk mengikat air, membuat ikatan selulosa NaOH lebih stabil. Menurut Laszkiewicz,(1998) menjelaskan bahwa penambahan 1% urea dalam 8.5% NaOH dapat meningkatkan kelarutan selulosa. Fraksi selulosa terlarut adalah 48.6% dengan 1% urea dan 17.8% tanpa urea. Komposisi NaOH/urea/air terbaik kemudian ditemukan yaitu pada 7%/12%/81%.

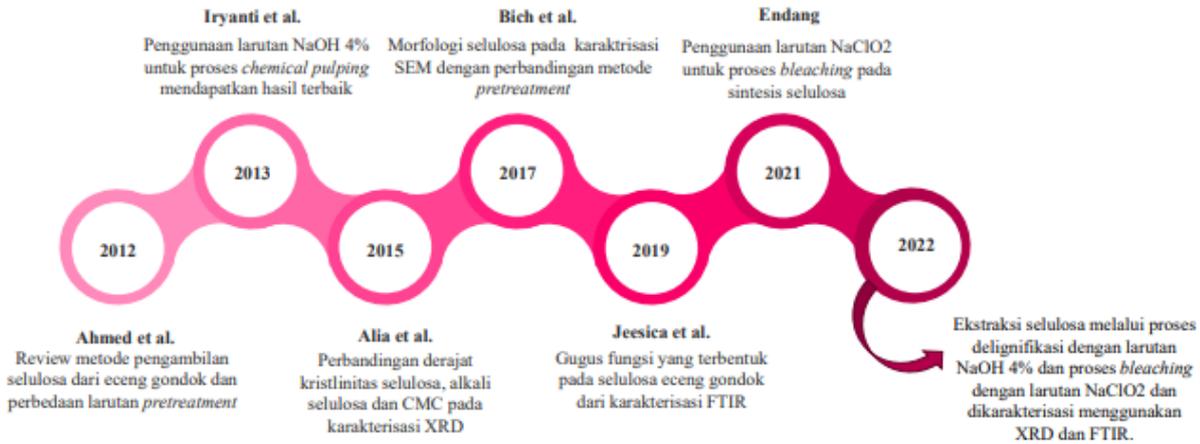
Pada penelitian yang dilakukan oleh Magali *dkk.*(2008) tentang pelarutan selulosa pada NaOH/urea/air menjelaskan bahwa NaOH dan urea tidak dapat berinteraksi saat dicampur bersama air. Campuran eutektik mereka dibentuk secara mandiri. Urea dan selulosa tidak dapat berinteraksi saat dicampur NaOH dan air karena larutan urea tidak berubah. Ini jelas menimbulkan pertanyaan tentang peran urea sebagai promotor untuk pelarutan selulosa dan agen penghambat untuk gelasi larutan. Hal yang perlu diperhatikan adalah bahwa batas disolusi selulosa dalam air NaOH tidak berubah saat menambahkan urea, karena ia tetap memiliki empat molekul NaOH per satu unit *anhydroglucose*. Studi lebih rinci yang berfokus pada interaksi air-urea dengan adanya selulosa dan NaOH jelas diperlukan untuk memahami secara mendalam peran urea.

2.4 State of the Art

Penelitian yang telah berhasil dilakukan sebelumnya mendasari penelitian ini, terdapat dua rangkuman grafik *milestone*, yakni grafik *milestone* sintesis selulosa dan sintesis *cellulose beads*.

2.4.1 State of the Art Sintesis Selulosa

Grafik *milestone* sintesis selulosa dapat dilihat pada **Gambar 2.11**



Gambar 2.11 Milestone penelitian sintesis selulosa

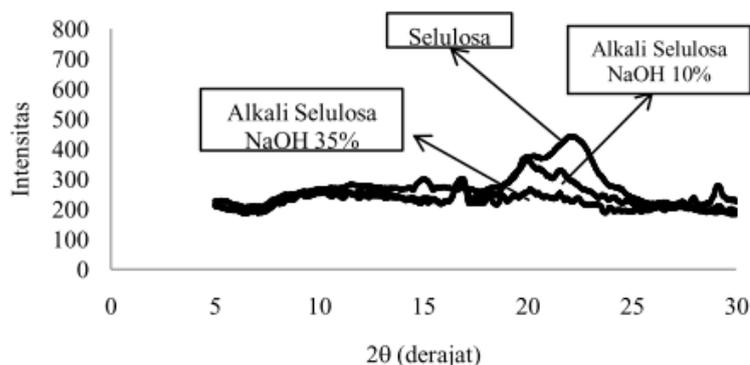
Ahmed *dkk.*(2012) melakukan literature review terhadap metode pengambilan selulosa eceng gondok dengan variasi larutan yang dipakai. *Pretreatment* dilakukan dengan menggunakan NaOH, asam perasetat, H₂O₂ dan NaCl. Dari penelitian yang telah dilakukan, Sampel klorit-asam perasetat memenuhi semua persyaratan yang diperlukan dalam mengandung jumlah lignin yang dapat diabaikan dan secara komparatif jumlah selulosa. Perbandingan kandungan selulosa, hemiselulosa, dan lignin menggunakan perbedaan larutan tertera pada **Tabel 2.4** dibawah ini.

Tabel 2.4 Perbandingan kandungan serat selulosa menggunakan variasi larutan *pretreatment* (Abdel-fattah & Abdel-naby, 2012).

Larutan <i>Pretreatment</i>	Kandungan (%)		
	Selulosa	Hemiselulosa	Lignin
NaOH	60.35	12.5	14.03
<i>Peracetic acid</i>	67.7	20.54	5.86
H ₂ O ₂	68.0	50.0	12.3
NaClO ₂	64.0	100	16.3
NaClO ₂ + NaOH	75.5	60.44	3.96
NaClO ₂ + H ₂ O ₂	76.2	46.82	1.98
NaClO ₂ + <i>peracetic acid</i>	80.8	81.38	2.56

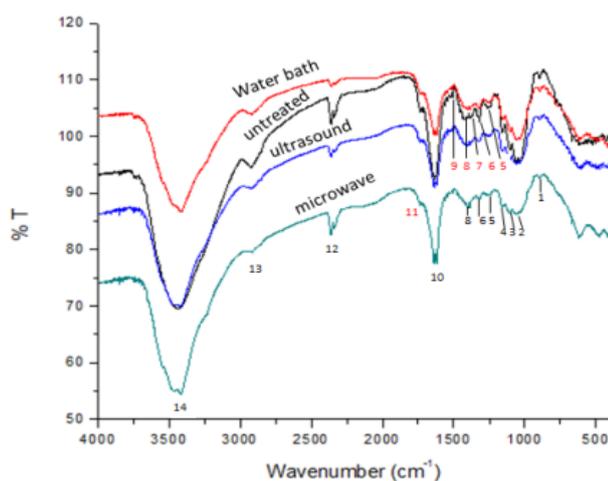
Pada penelitian yang dilakukan oleh Alia *dkk.*(2015) tentang karakteristik selulosa pada XRD. Pada **Gambar 2.12** memperlihatkan perbandingan struktur kristalin selulosa sebelum direaksikan dengan NaOH 10% dan 35% dan setelah direaksikan dengan keduanya. Tampak bahwa setelah direaksikan dengan media pelarut dan NaOH terjadi kerusakan struktur kristalin selulosa dan menjadi lebih longgar untuk mempermudah reaksi pada tahap selanjutnya yaitu reaksi karboksimetilasi. Pada penggunaan NaOH 35% struktur kristalin selulosa terlihat lebih

rusak dibandingkan dengan struktur kristalin selulosa yang direaksikan dengan NaOH 10%. Hal ini dikarenakan semakin tinggi konsentrasi NaOH semakin besar kerusakan struktur kristalin selulosa (Badra dkk., 2015).



Gambar 2.12 Perbandingan uji XRD selulosa, alkali selulosa, dan CMC (Badra dkk., 2015).

Gambar 2.13 menunjukkan spektrum FTIR eceng gondok tanpa perlakuan dan yang telah diberi beberapa perbedaan perlakuan. Puncak yang diamati pada 1240 dan 1346 cm^{-1} adalah puncak regangan C–O *syringyl lignin* dan C–O–C osilasi hemiselulosa di daerah anomerik. Puncak-puncak ini diamati pada eceng gondok yang tidak diberi perlakuan tetapi pada sampel yang diberi perlakuan diamati dengan lemah. Puncak pada 1346 cm^{-1} dan 1500 cm^{-1} menghilang dalam sampel yang diolah dengan microwave, menunjukkan bahwa lignin telah dihilangkan. Hal ini sesuai dengan Abral, 2014 dan Sundari, 2012. Pengamatan ini menunjukkan bahwa perlakuan gelombang mikro menghilangkan lignin yang menyebabkan keluarnya selulosa dan hemiselulosa dari matriks yang rapat. Oleh karena itu, kandungan selulosa dan hemiselulosa pada sampel yang diberi perlakuan microwave lebih tinggi dibandingkan dengan sampel yang tidak diberi perlakuan dan eceng gondok lainnya.

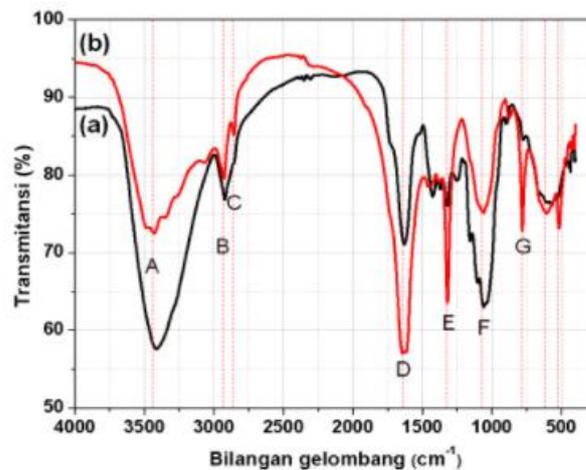


Gambar 2.13 Spektra FTIR dengan berbagai *pretreatment* (Badra dkk., 2015).

Jeesica dkk.(2019) melakukan penelitian tentang pengambilan selulosa menggunakan metode *bleaching*-alkalinasi. Mereka melakukan penelitian dengan menerapkan *bleaching* di awal tahapan yang dapat berfungsi sebagai proses pelarutan lignin dan hemiselulosa secara lebih optimal. Untuk mendapatkan ukuran serat dalam ukuran mikrometer, proses *bleaching* dalam penelitian ini dilakukan bersamaan dengan pengadukan dan pemanasan dengan suhu

yang tidak terlalu tinggi dalam waktu kurang dari lima jam untuk mencegah kerusakan struktur selulosa. Metode alkalinasi diawali dengan memperlakukan serat dalam sodium hidroksida (NaOH) dan pelarut organik seperti etanol, metanol atau toluena, sehingga metode ini kemudian diikuti dengan bleaching dan pencucian dengan campuran sodium klorit (NaClO_2), asam asetat, NaOH dan air untuk menghilangkan residu lignin dan hemiselulosa yang masih tersisa. Perlakuan berulang kali dengan NaOH dan pelarut organik dalam beberapa tahapan pada metode alkalinasi ini dirasa tidak efektif karena dapat merusak struktur selulosa sehingga isolasi selulosa tidak dapat berjalan secara optimal. Metode alkalinasi merupakan metode yang paling mudah untuk diterapkan.

Indikator keberhasilan isolasi selulosa EG dipelajari dari analisa gugus fungsi selulosa dengan spektrofotometer FTIR. Profil spektra FTIR yang membandingkan spektrum FTIR sebelum dan sesudah perlakuan bleaching dan alkalinasi berturut-turut ditunjukkan dalam **Gambar 2.14**



Gambar 2.14 Profil spektra FTIR (a) sebelum dan (b) sesudah perlakuan (Hermayanti dkk., 2019).

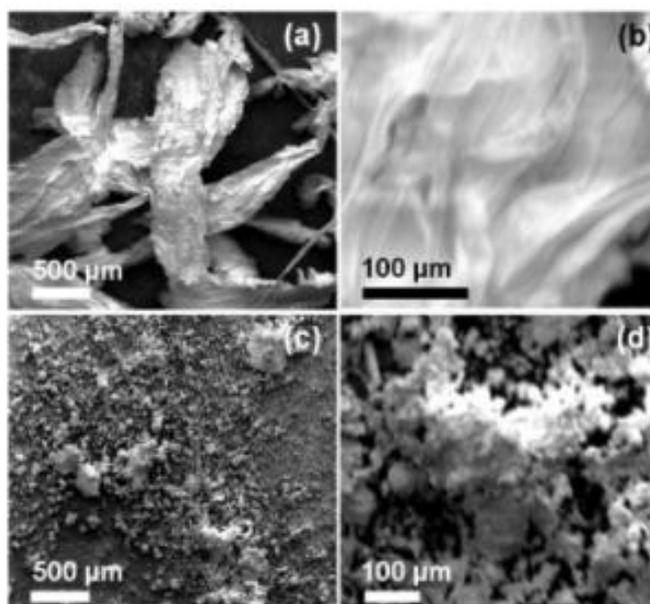
Jika dibandingkan dengan sesudah perlakuan, serat eceng gondok mempunyai profil FTIR yang berbeda secara signifikan dengan hasil selulosa. Sebagai contoh serapan gugus OH serat EG sebelum isolasi pada bilangan gelombang $\sim 3420 \text{ cm}^{-1}$ (puncak A) sangat lebar menyatakan bahwa serat EG memiliki ikatan hidrogen yang dapat terjalin baik inter maupun intra selulosa, lignin dan hemiselulosa. Setelah proses isolasi, intensitas puncak vibrasi pada bilangan gelombang tersebut berkurang dan tidak melebar yang mengindikasikan telah terjadinya pemutusan rantai-rantai antar lignin, hemiselulosa dan selulosa.

Tabel 2.5 Serapan gugus fungsi selulosa dari profil FTIR (Hermayanti dkk., 2019).

Puncak	Vibrasi	Bilangan gelombang (cm^{-1})
A	-OH stretching	~ 3420
B	-C-H stretching	~ 2928
C	=C-H	~ 2850
D	-OH dan C=O ; C=C vibration	~ 1636
E	C-H dan C-O	~ 1382
F	C-O-C	~ 1060
G	Out of plane C-H bending	~ 778

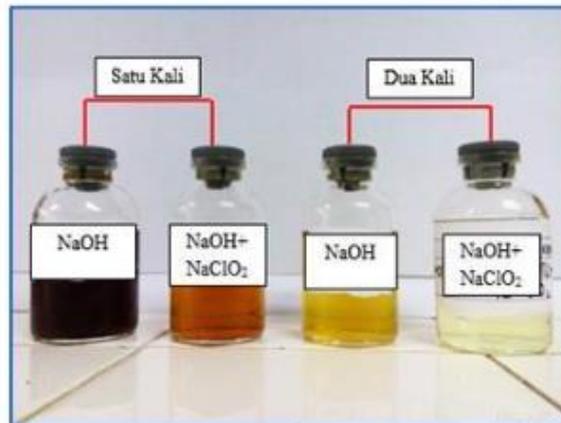
Proses oksidasi lanjut juga dikuatkan dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang $\sim 1630\text{ cm}^{-1}$ pada puncak D yang merupakan representasi dari gugus C=O. Puncak serapan untuk vibrasi C-H dan C-O yang terkandung pada cincin polisakarida dari selulosa ditunjukkan pada bilangan gelombang 1382 cm^{-1} , sedangkan vibrasi dari C-O-C pada cincin piranosa diindikasikan oleh puncak serapan pada bilangan gelombang 1060 cm^{-1} .

Berdasarkan hasil uji SEM yang ditunjukkan pada **Gambar 2.15**, terlihat bahwa struktur morfologis material awal serat eceng gondok, terlihat dalam Gambar (a) dan (b), berupa serat-serat halus dan tipis, sedangkan selulosa eceng gondok, terlihat dalam Gambar (c) dan (d) memiliki dimensi lebih kecil menyerupai butiran butiran kecil kristal. Hal ini menandakan bahwa proses delignifikasi berhasil dilakukan dan berhasil memutuskan ikatan antar lingin, hemiselulosa dan selulosa.



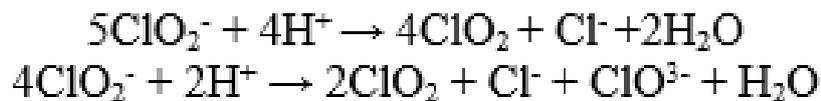
Gambar 2.15 Morfologi serat eceng gondok (a) serat awal eceng gondok dengan perbesaran 5x, (b) 500x, (c) selulosa eceng gondok dengan perbesaran 5x, (d) 500x (Hermayanti dkk., 2019).

Menurut Penelitian Endang,(2021) tentang sintesis selulosa menggunakan variasi pelarut pada proses *bleaching* dan karakterisasi serat selulosa eceng gondok menggunakan FTIR dan *High Pressure Liquid Chromatography* (HPLC). Metode penelitian yang digunakan untuk mendapatkan serat selulosa murni terdiri dari dua tahap yang berkesinambungan yaitu proses delignifikasi menggunakan NaOH dan proses *bleaching* menggunakan variasi pelarut NaClO_2 , H_2O_2 , dan HCl dengan konsentrasi masing-masing 3%. Ekstraksi selulosa menggunakan larutan NaOH 4% untuk proses delignifikasi dan larutan NaClO_2 3% untuk proses *bleaching*. Proses ekstraksi selulosa akan menghasilkan lignin yang mengendap pada dasar larutan dan residu berupa selulosa yang lunak dan berwarna putih. NaClO_2 merupakan zat pemutih oksidator yang berfungsi untuk mendegradasi dan menghilangkan zat penyebab warna coklat yang ditimbulkan oleh lignin.



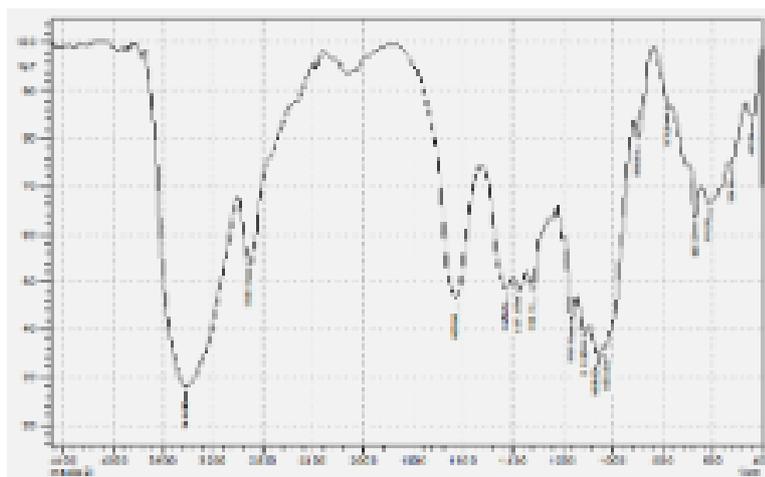
Gambar 2.16 Filtrat ekstraksi dengan larutan NaOH 4% dan NaClO₂ 3% (Kusumawati & Haryadi, 2021).

Dari **Gambar 2.16** terlihat bahwa larutan NaOH 4% menjadi berwarna hitam yang menunjukkan adanya lignin yang telah terpisahkan dari selulosa dan terlarut dalam larutan NaOH. Proses ekstraksi dilakukan sebanyak dua kali sampai warna filtrat semakin bening. Hal ini menunjukkan bahwa lignin yang terkandung dalam jumlah sedikit berhasil dipisahkan dari selulosanya. Adapun reaksi *bleaching* menggunakan larutan NaClO₂ 3% adalah sebagai berikut:



Persamaan 2.1 Reaksi *bleaching* menggunakan larutan NaClO₂

Residu yang dihasilkan selanjutnya dianalisis menggunakan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terkandung didalamnya. Hasil spektrum analisis FTIR dan gugus fungsi yang dihasilkan diperlihatkan pada **Gambar 2.17** dan **Tabel 2.6**.



Gambar 2.17 Spektrum FTIR dengan NaOH 4% dan NaClO₂ 3% (Kusumawati & Haryadi, 2021).

Tabel 2.6 Puncak spektrum FTIR (Kusumawati & Haryadi, 2021).

Daerah Puncak (cm ⁻¹)	Ikatan	Tipe senyawa	Intensitas
3414	O-H	Fenol(ikatan H)	Berubah-ubah
2912,51	C-H	Alkana	Kuat
1629,86	C=C	Alkena	Berubah-ubah
1319,31	NO2	Nitro	Kuat
1068,92-1161,15	C-O	Eter	Kuat
898,83	C-H	Cincin Aromatik	Kuat

Berdasarkan **Tabel 2.6**, didapatkan adanya puncak pada 2912,51 cm⁻¹ dan 3414 cm⁻¹ yang menunjukkan peregangan ikatan C-H dan O-H. Puncak-puncak tersebut terjadi karena peregangan ikatan hidrogen dan pembengkokan dari grup hidroksil (OH) pada struktur selulosa. Ikatan hidrogen tersebut terbentuk antara atom hydrogen dari suatu kelompok hidroksil dari suatu monomer glukosa dan atom oksigen dari gugus hidroksil monomer glukosa yang lain dalam rantai polimer paralel selulosa. Paulien (2010) menjelaskan bahwa ikatan hidrogen dapat menyebabkan terjadinya pembentukan serat selulosa.

2.4.2 State of the Art Sintesis *Cellulose Beads*

Grafik *milestone* sintesis *cellulose beads* dapat dilihat pada **Gambar 2.18** dibawah ini :



Gambar 2.18 Milestone penelitian sintesis *cellulose beads*

Pada tahun 2008, Magali melakukan penelitian tentang pelarutan mikrokristalin selulosa pada larutan NaOH/air/urea. Magali mengatakan bahwa selulosa lebih baik larut dalam NaOH/air ketika sejumlah urea ditambahkan. Mekanisme pelarutan dan interaksi fase NaOH/air/urea akan dijelaskan pada diagram fase biner urea/air dan diagram fase terner NaOH/air/urea. Selulosa dapat larut dalam konsentrasi NaOH yang kecil (dari 7% hingga 10%) dan temperatur pada (-4°C hingga -8°C).

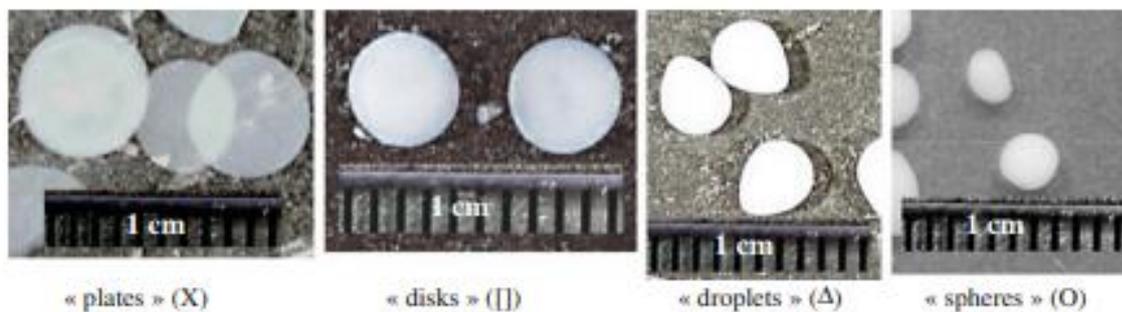
Metode yang dilakukan ialah menyiapkan larutan NaOH/air 20% dan larutan urea/air 50% secara terpisah. Selanjutnya, menambahkan air ke selulosa untuk membuat serat selulosa sedikit mengembang. Pelarut dan selulosa yang sudah mengembang didinginkan pada temperatur 5°C hingga -6°C. Lalu menambahkan larutan NaOH/air dan diaduk dengan kecepatan 1000 rpm selama 2 jam. Setelah semua selesai, sampel disimpan pada temperatur 5°C.

Campuran NaOH dan air dalam kisaran NaOH 0 hingga 20% adalah larutan sederhana. NaOH dan air larut dalam keadaan cair dan tidak bercampur dalam keadaan padat. Natrium hidroksida dan air membentuk campuran eutektik metastabil dalam kondisi laju pemanasan dan pendinginan yang digunakan dalam penelitian ini. Ketika selulosa ditambahkan ke larutan NaOH/air dalam kisaran konsentrasi NaOH dari 7 hingga 10% dan pada suhu dalam kisaran -5°C hingga -8°C , selulosa akan larut.

Tim Liebert,(2010) melakukan *review* tentang pelarut selulosa. Pelarut selulosa dibagi menjadi empat kategori utama berdasarkan kemungkinan interaksi antar selulosa dan pelarut.

1. Selulosa bertindak sebagai basa, pelarutnya adalah asam
2. Selulosa bertindak sebagai asam, pelarutnya adalah basa
3. Selulosa sebagai ligan, pelarutnya adalah agen pengompleks
4. Selulosa sebagai senyawa reaktif, diubah menjadi turunan sementara yang larut atau perantara

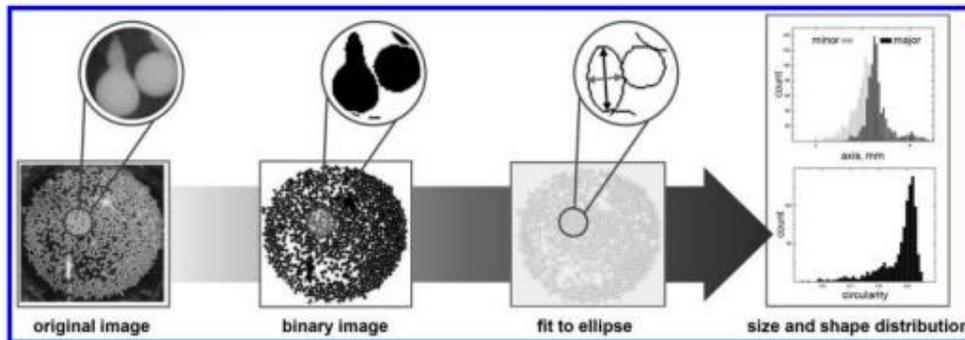
Dalam penelitian ini *beads* dibuat dari berbagai bentuk, dari yang sangat tipis, hampir seperti piringan transparan, hingga bulat, dapat dibuat dari larutan selulosa-NaOH-air. Secara keseluruhan, sekitar beberapa ribu manik-manik disiapkan dan dianalisis secara visual. Untuk mengkorelasikan kondisi pemrosesan dan bentuk manik-manik, yang terakhir secara sewenang-wenang dibagi menjadi empat kategori dengan beberapa ratus milik setiap kategori dan ukuran sekitar 30 manik-manik dari setiap kategori diukur. Beberapa bentuk *beads* dapat dilihat pada **Gambar 2.18**: (a) "pelat" sangat datar dengan ketebalan setidaknya 20 kali lebih kecil dari diameter, (b) "cakram" dengan ketebalan sekitar 10 kali lebih kecil dari diameter, (c) "tetesan" dengan ketebalan sekitar 5 kali lebih kecil dari diameter dan berbentuk tetesan, dan (d) "bola" dengan ketebalan yang hampir sama dengan diameter.



Gambar 2.19 Cellulose beads dengan berbagai bentuk(Sescousse dkk., 2011)

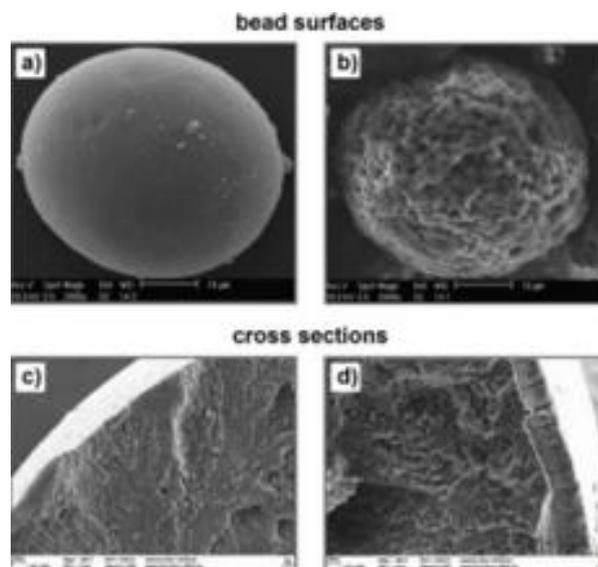
Martin Gericke,(2013) melakukan *review* tentang preparasi, fungsi, karakterisasi dan aplikasi *cellulose beads*. Ukuran *cellulose beads* dapat ditentukan pada teknik preparasi dan dapat dikontrol dalam kisaran tertentu untuk mendapatkan diameter partikel yang dapat mencakup kisaran luas dari sekitar $10\mu\text{m}$ hingga 2-3 mm. Secara teoritis, *cellulose beads* berbentuk bola sempurna, namun pada praktiknya, *cellulose beads* cenderung memiliki bentuk *elips*. Bentuk *elips* ini terjadi karena deformasi mekanis tetesan yang mengenai permukaan larutan koagulan pada metode menjatuhkan atau *dropping*.

Distribusi ukuran partikel dan bentuk dapat diperoleh dengan analisis gambar dari mikroskop elektron optik atau SEM dengan bantuan *software Imaging*. Metode ini relatif sulit pada awalnya karena mungkin memerlukan penyesuaian kontras dan kecerahan untuk mendapatkan *beads* yang terpisah dengan baik dan menghilangkan objek yang tidak diinginkan, misalnya gumpalan, bayangan, atau pantulan cahaya. Namun, jika ditetapkan, analisis citra berbantuan perangkat lunak adalah teknik yang sangat deskriptif yang secara langsung menghubungkan ukuran dan bentuk manik-manik selulosa dengan citra partikel (Trygg dkk., 2013).



Gambar 2.20 Penentuan distribusi ukuran dan bentuk *cellulose beads* menggunakan *software Imaging* (Gericke dkk., 2013).

Persiapan sampel *cellulose beads* sebelum dilakukan SEM, penentuan porositas dan penentuan luas permukaan bagian dalam. Sampel dikeringkan dengan tepat menggunakan vakum, atau dengan pemanasan. Sampel tidak dianjurkan dibiarkan di wadah terbuka karena dapat menghilangkan porositas dan luar permukaan yang besar. *Cellulose beads* yang dibuat dari larutan NaOH/urea dengan teknik menjatuhkan menghasilkan morfologi yang seragam pada konsentrasi rendah, sedangkan *cellulose beads* yang dibuat menggunakan konsentrasi tinggi sifatnya lebih padat dan berpori.



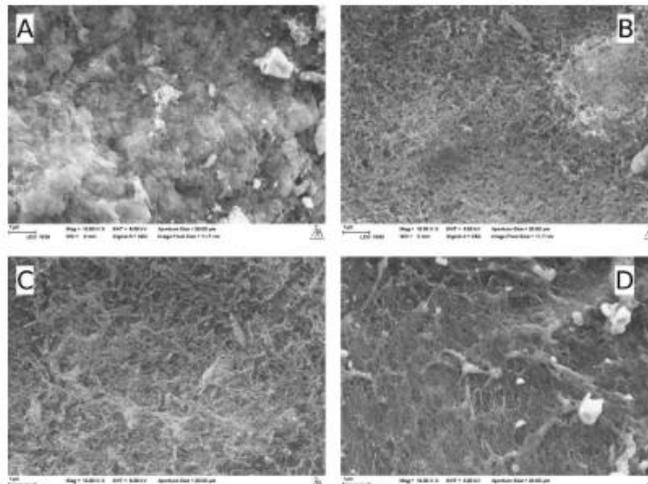
Gambar 2.21 Pemindaian gambar mikroskop elektron dari permukaan *cellulose beads* dengan porositas yang berbeda (a,b), Penampang *cellulose beads* dengan morfologi inti kulit yang berbeda(c,d) (Gericke dkk., 2013)

Pada tahun 2013 Jani dkk. melakukan penelitian tentang desain fisikokimia morfologi dan ultrastruktur *cellulose beads* menggunakan pelarut NaOH-urea-air. Metode yang dilakukan yaitu melakukan preparasi selulosa menjadi pulp. Selanjutnya melakukan pelarutan selulosa menggunakan larutan NaOH 7%, urea 12% dan air. Setelah itu, proses koagulasi menggunakan asam nitrat.

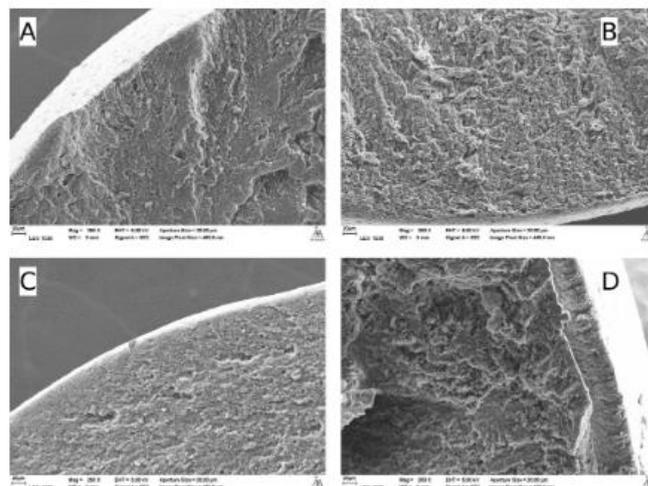
Dalam penelitian ini, mereka menunjukkan persiapan manik-manik selulosa dengan sifat yang dirancang menggunakan NaOH-urea-air sebagai pelarut polisakarida ramah lingkungan. Dengan variasi parameter yang mempengaruhi proses koagulasi, khususnya suhu (5 – 50°C),

konsentrasi asam dalam media koagulasi (0–10 M) dan konsentrasi selulosa (3–7%), dimungkinkan untuk menyesuaikan volume dan berat (8–20 mm³, 14–22 mg), bentuk (lingkaran 0,69–0,89), luas permukaan spesifik (336–470 m²G⁻¹), porositas (93-95%) dan distribusi ukuran pori.

Pada **Gambar 2.21** permukaan *beads* terkoagulasi menjadi asam nitrat 0.5 M dan menjadi lebih kasar dibandingkan permukaan sebelumnya. Penglihatan pada rongga nya lebih luas dan fibril selulosa tidak dapat dilihat di permukaan menunjukkan bahwa agregasi terus terbentuk struktur yang lebih padat setelah kontak pertama dengan asam, atau koagulasi yang berlangsung melalui mekanisme lain. Koagulasi yang lebih cepat pada asam 2 M, 6 M dan 10 M mencegat agregasi fibril selulosa dan menghasilkan struktur halus dengan rongga.



Gambar 2.22 Hasil SEM permukaan *cellulose beads* dengan selulosa 5% dan dikoagulasi dengan konsentrasi (A) 0.5 M, (B) 2 M, (C) 6 M, dan (D) 10 M HNO₃ pada temperatur 25°C dengan perbesaran 10.000x

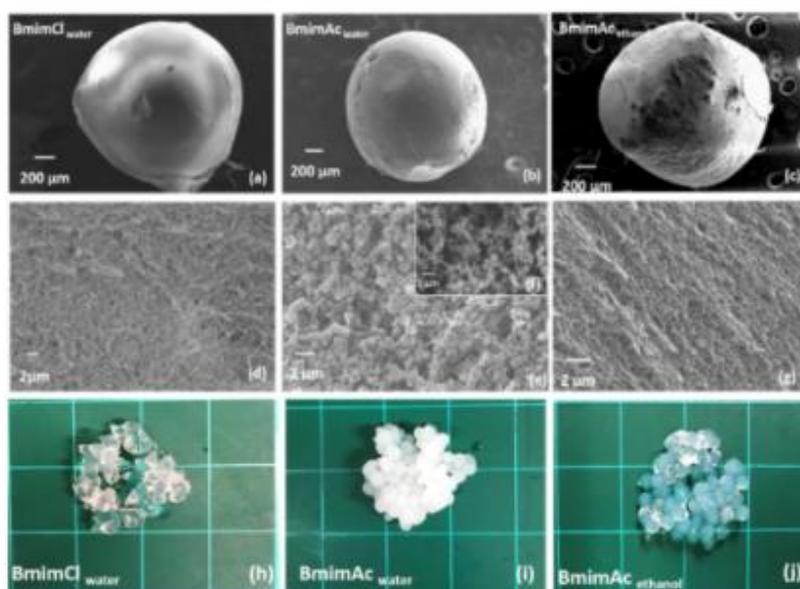


Gambar 2.23 Hasil SEM *cross section cellulose beads* dengan selulosa 5% dan dikoagulasi dengan konsentrasi (A) 0.5 M, (B) 2 M, (C) 6 M, dan (D) 10 M HNO₃ pada temperatur 25°C dengan perbesaran 10.000x

Beini Zeng dkk.(2020) melakukan penelitian pembuatan *cellulose beads* dari limbah *cotton*. Preparasi limbah dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH 10% untuk menghilangkan kotorannya dan dibuat menyerupai bubur atau *pulp*. *Pulp* kemudian dibilas dengan air suling

sampai kandungan NaOH benar-benar hilang. Kemudian dikeringkan hingga 12 jam. Kemudian pelarutan denim didua cairan ionik menggunakan *magnetic stirrer*. Larutan denim-IL (*ionic liquid*) dipindahkan ke dalam spuit 3 ml dan diekstrusi dengan kecepatan konstan (secara manual). Sementara larutan diekstrusi dari *nozzle* jarum suntik, dua metode diadopsi untuk memproduksi *beads*. Untuk larutan selulosa-BmimAc, pisau digunakan untuk memotong larutan untuk membentuk *beads*. Untuk selulosa-BmimCl, larutan terlalu kental untuk dihilangkan; oleh karena itu, gunting digunakan untuk memotong larutan menjadi bulatan. Tetesan berbentuk bola kemudian dijatuhkan langsung ke bak koagulasi. Air suling dan etanol dipilih sebagai bak koagulasi. Larutan diganti setiap 1 jam dalam 4 jam pertama dan kemudian diredam dalam air selama 24 jam.

Beads diukur berdasarkan jenisnya. Pengeringan CO₂ superkritik digunakan untuk menghilangkan anti-pelarut tanpa mempengaruhi kandungan padat butiran selulosa sehingga karakterisasi struktur pori bagian dalam dapat ditentukan. **Gambar 2.23** menunjukkan permukaan dan penampang dari ketiga jenis manik-manik yang dibuat dari limbah denim. Diamati bahwa semua manik-manik memiliki morfologi permukaan yang tidak berpori. Ini adalah struktur yang umumnya terbentuk yang dihasilkan dari aliran cepat pelarut ketika larutan polimer terkena anti-pelarut. Penampang setiap manik menunjukkan perbedaan morfologi bagian dalam; dua struktur berpori jelas berbeda diperoleh dengan memvariasikan pelarut (Zeng dkk., 2020).



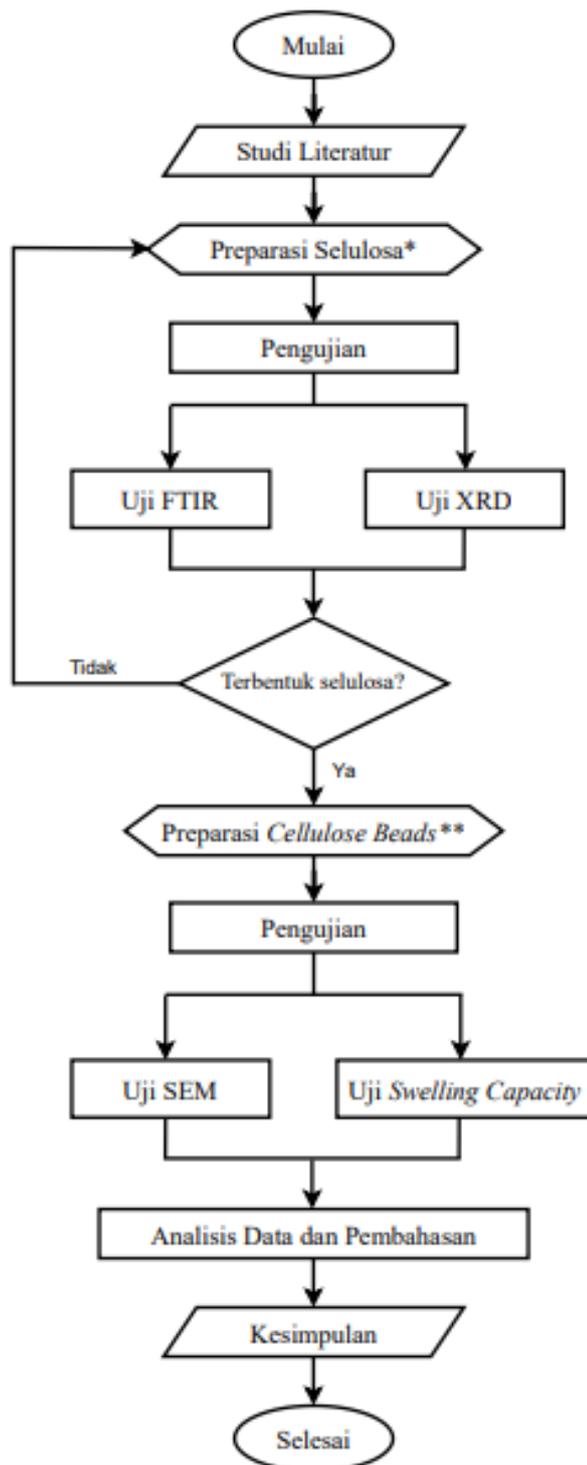
Gambar 2.24 SEM gambar permukaan (a-c) dan penampang melintang (d-g) dari *cellulose beads* yang dibuat dari limbah denim; (a) dan (d) BmimClwater; (b), (e) dan (f) BmimAcwater; (c) dan (g) BmimAcethanol. (h–j). penampilan *cellulose beads*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

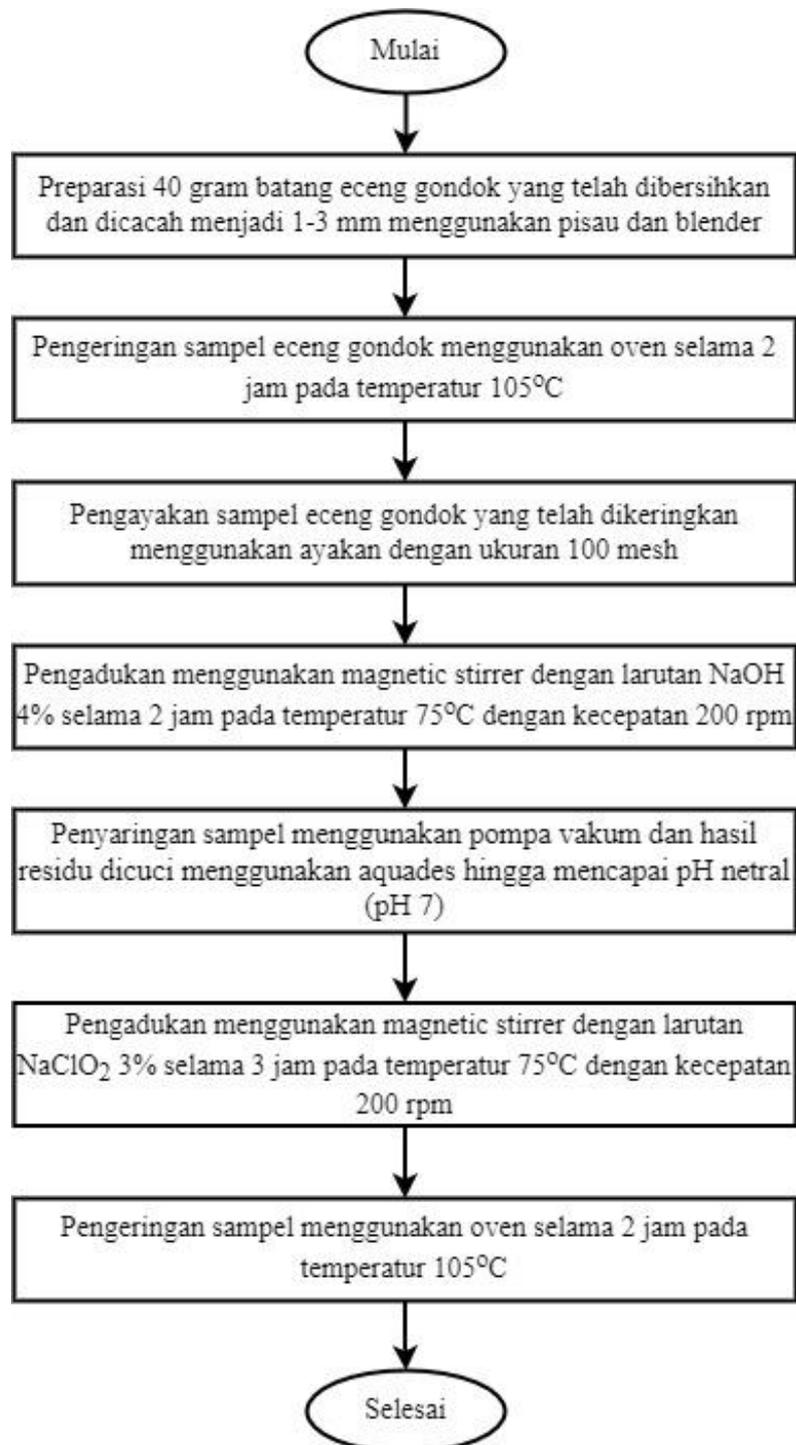
3.1 Diagram Alir

Diagram alir yang digunakan pada penelitian ini secara umum ditunjukkan pada **Gambar 3.1**. Diagram alir untuk proses sintesis selulosa eceng gondok ditunjukkan pada **Gambar 3.2** dan diagram alir proses sintesis *cellulose beads* ditunjukkan pada **Gambar 3.3**



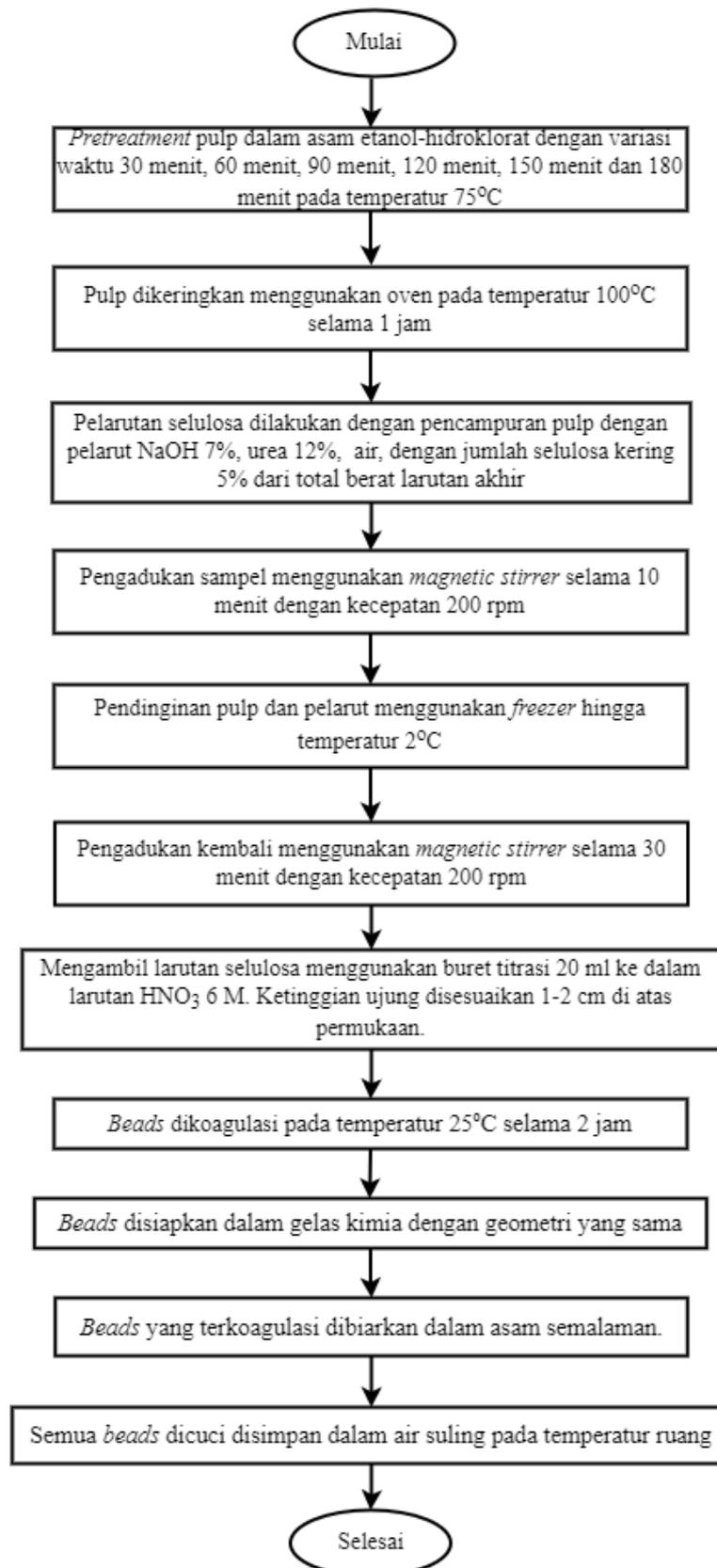
Gambar 3.1 Diagram Alir Umum

*Preparasi selulosa :



Gambar 3.2 Diagram alir sintesis selulosa eceng gondok

*Preparasi *Cellulose Beads* :



Gambar 3.3 Diagram alir sintesis *cellulose beads*

3.2 Alat Penelitian

Adapun alat yang digunakan pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Pisau
Pisau digunakan untuk memotong bahan-bahan penelitian
2. Blender
Blender digunakan sebagai alat untuk menghaluskan bahan penelitian
3. Ayakan
Penggunaan ayakan adalah untuk memperoleh serbuk dengan ukuran tertentu dari bahan yang telah dihaluskan sebelumnya
4. Oven
Penggunaan oven adalah untuk mengeringkan sampel
5. *Hot plate magnetic stirrer*
Hot plate magnetic stirrer digunakan sebagai alat untuk mengaduk larutan agar larutan yang dihasilkan bersifat homogen.
6. *Stir bar*
Penggunaan stir bar adalah sebagai pengaduk pada hot plate magnetic stirrer. dalam gelas ukur.
7. Gelas ukur
Gelas ukur digunakan untuk tempat menakar larutan kimia yang akan digunakan agar sesuai dengan kebutuhan penelitian.
8. Neraca analitik
Neraca analitik digunakan sebagai alat untuk menghitung massa dari bahan penelitian.
9. Gelas beaker
Penggunaan gelas beaker adalah sebagai sebuah tempat untuk aktivitas bahan-bahan kimia berlangsung.
10. Buret titrasi
Penggunaan buret titrasi adalah sebagai alat untuk meneteskan larutan
11. Cawan petri
Cawan petri digunakan untuk tempat untuk menaruh sampel

3.3 Bahan Penelitian

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Tanaman Eceng Gondok (*Water Hyacinth*)
Tanaman eceng gondok diperoleh di perairan sekitar kampus ITS seperti pada **Gambar 3.4**



Gambar 3.4 Eceng gondok di sekitaran Kampus ITS

2. NaOH 4%

Gambar 3.5 menunjukkan larutan NaOH 4% yang di produksi oleh UD.Sumber Ilmiah Persada. Larutan ini digunakan untuk proses delignifikasi serat eceng gondok.



Gambar 3.5 Larutan NaOH 4%

3. NaClO₂ 3% (proses bleaching)

Larutan NaClO₂ 3% yang di produksi oleh PT. Merck digunakan untuk proses *bleaching* selulosa dari eceng gondok seperti pada **Gambar 3.6**.



Gambar 3.6 Larutan NaClO₂ 3%

4. Asam etanol-hidroklorat

Larutan asam etanol-hidroklorat digunakan untuk *pretreatment pulp*. Larutan ini berupa campuran dari etanol dan asam hidroklorat dengan perbandingan 1:1 dan di produksi oleh UD.Sumber Ilmiah Persada

5. HNO₃ 6 M

Larutan HNO₃ digunakan sebagai koagulan pada proses pembuatan *cellulose beads*

6. Urea 12%

Gambar 3.7 menunjukkan urea yang digunakan untuk menjadi pelarut *cellulose beads* bersama larutan NaOH



Gambar 3.7 Urea

7. Aquades
Aquades merupakan larutan bening, encer, tidak berbau, dan tidak berbahaya bagi tubuh
8. Air

3.4 Metode Penelitian

Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, sebelum melakukan sintesis selulosa eceng gondok dan sintesis *cellulose beads*, 30 gram batang eceng gondok sebelum digunakan dicacah menjadi 1-3 mm menggunakan pisau dan blender. Kemudian, diayak menggunakan ayakan dengan ukuran 450 mesh dan dikeringkan di oven pada temperatur 105°C selama 2 jam.

3.4.1 Metode Sintesis Selulosa Eceng Gondok

Proses ekstraksi selulosa dilakukan untuk mendapatkan selulosa murni. Proses ekstraksi melibatkan dua tahap proses yaitu proses delignifikasi untuk menghilangkan kandungan hemiselulosa menggunakan larutan NaOH 4% dengan lama waktu pengadukan selama 2 jam pada temperatur 75°C. Kemudian sampel disaring menggunakan pompa vakum dan hasil residu dicuci menggunakan aquades hingga mencapai pH netral (pH 7). Kemudian dilanjutkan dengan proses *bleaching* atau pemutihan menggunakan larutan NaClO₂ 3% dengan lama waktu pengadukan selama 3 jam pada temperatur 75°C, setelah itu residu dikeringkan menggunakan oven pada temperatur 105°C selama 2 jam, proses ini dilakukan sebanyak dua kali.

Perlakuan dengan larutan NaOH 4% dan NaClO₂ 3% akan menghasilkan lignin yang mengendap pada dasar larutan dan residu berupa selulosa yang lunak dan berwarna hijau terang..

3.4.2 Metode Sintesis *Cellulose Beads*

Metode sintesis *cellulose beads* dibuat menggunakan larutan NaOH-urea-air melalui teknik *dropping*. Sintesis ini dilakukan dengan cara melakukan pretreatment pulp dalam asam etanol-hidroklorat selama 30 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, 150 menit, dan 180 menit pada temperatur 75°C. Setelah itu, pulp dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 60 menit dan disimpan pada suhu kamar.

Proses pelarutan selulosa dilakukan dengan mencampurkan pulp yang telah diperlakukan sebelumnya dengan variasi pelarut NaOH 7%, urea 12%, dan air, sehingga kadar selulosa kering adalah 5% dari total berat larutan akhir. Setelah 10 menit pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* pada 200 rpm, suspensi pulp dan pelarut didinginkan menggunakan pendingin (*freezer*) hingga (2°C) dan pengadukan dilanjutkan selama 30 menit. Larutan akan menjadi transparan secara visual kira-kira dalam 15 menit dari awal pendinginan.

Kemudian tahap proses preparasi produk *cellulose beads* dilakukan dengan cara larutan selulosa diambil langsung dan diekstrusi menggunakan buret titrasi 25 ml dengan diameter ujung buret sebesar 1.39 mm ke dalam larutan koagulasi. Ketinggian ujung disesuaikan secara manual di tempat 1-2 cm di atas permukaan untuk mendapatkan beads bulat sebanyak mungkin. *Beads* disiapkan dalam gelas kimia dengan geometri yang sama untuk mengecualikan kemungkinan efek karena perubahan tegangan permukaan media koagulasi, tinggi tenggelam, dan lain-lain. Pengadukan hanya diterapkan sesekali pada gradien konsentrasi yang merata. Setiap percobaan koagulasi memakan waktu kurang dari 10 menit, yang terutama lebih pendek dari waktu gelasi larutan selulosa.

Suhu, kandungan selulosa, dan konsentrasi media koagulasi divariasikan secara terpisah sambil menjaga variabel lainnya konstan. Konsentrasi selulosa adalah 5% dari berat total larutan. Karena larutan selulosa sangat basa, volume tinggi dari media koagulasi asam digunakan untuk meminimalkan netralisasi.

Beads dikoagulasi pada 25°C disimpan pada suhu tersebut selama 2 jam dan kemudian didinginkan hingga 25°C. Pengaruh konsentrasi asam pada koagulasi larutan selulosa menggunakan asam nitrat 6 M pada 25°C. *Beads* yang terkoagulasi dibiarkan dalam asam semalaman. Semua *beads* dicuci di bawah air mengalir selama 30 menit, air suling selama 15 menit dan disimpan dalam air suling pada suhu kamar untuk digunakan lebih lanjut..

3.5 Pengujian

Pengujian ini dilakukan untuk menganalisis secara kuantitatif dengan menggunakan pengujian *swelling capacity* untuk mengetahui rasio penyerapan dari *cellulose beads*. Sedangkan secara kualitatif dan kuantitatif produk *cellulose beads* yang telah terbentuk. Analisa produk secara kualitatif dengan menggunakan metode spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) untuk mengidentifikasi gugus-gugus fungsional pada sintesis selulosa eceng gondok, dan SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi seperti ukuran, gambar permukaan dan penampang dari *cellulose beads* serta *software* ImageJ untuk *tools* menghitung % luas area dan ukuran pori.

3.5.1 Pengujian *Functional Groups with Fourier Transform Infrared* (FTIR)

FTIR adalah instrumentasi yang digunakan untuk mengkarakterisasi senyawa-senyawa organik dengan melihat gugus fungsi penyusunnya. Analisis dilakukan dengan melihat bentuk spektrumnya yaitu dengan melihat puncak-puncak spesifik yang menunjukkan jenis gugus fungsional yang dimiliki oleh senyawa tersebut. Sedangkan analisis kuantitatif dapat dilakukan dengan menggunakan senyawa standar yang dibuat spektrumnya pada berbagai variasi konsentrasi. Spektroskopi FTIR adalah teknik pengukuran untuk mengumpulkan spektrum inframerah.

Setelah semua spektra terbentuk, spektra tersebut dianalisis dan dicocokkan dengan data dari literatur. Setiap gugus fungsi (ikatan) di dalam suatu molekul mempunyai tingkatan energi vibrasi dan rotasi yang berbeda, oleh karena itu, gugus fungsi ditentukan dari nilai bilangan gelombang yang terserap oleh ikatan tersebut



Gambar 3.8 Alat FTIR

Metode spektroskopi FTIR ini sudah cukup banyak digunakan pada penelitian akan selulosa, karena kehadiran akan informasi tentang perubahan kimia yang terjadi karena adanya perlakuan kimia yang cukup mudah. Alat FTIR yang dipakai adalah Nicolet iS10 ATR. Pengujian ini dilakukan di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS Surabaya.

3.5.2 Uji *X-Ray Diffractometer (XRD)*

Derajat kristalinitas selulosa dipengaruhi oleh sumber dan perlakuan yang diberikan pada selulosa. Bagian amorf dari suatu rantai selulosa lebih mudah dihidrolisis dengan asam dari pada dalam bentuk kristal. Prosedur khas yang dilakukan adalah menghidrolisis selulosa murni dengan asam kuat dalam kondisi temperatur, pengadukan, dan waktu yang terkendali. Proses kimia dimulai dengan penghilangan ikatan antar polisakarida pada permukaan serat selulosa dan diikuti dengan pecah dan rusaknya bagian amorf sehingga melepaskan bagian kristal selulosa.



Gambar 3.9 Alat XRD

Kristalinitas selulosa didefinisikan sebagai perbandingan dari jumlah kristal selulosa terhadap jumlah keseluruhan bahan. Nilai kristalinitas dapat diukur dengan mencari nilai derajat kristalinitas. Penentuan derajat kristalinitas dapat diukur dengan pengujian XRD. Prinsip kerja XRD adalah difraksi sinar-X yang disebabkan oleh adanya hubungan fasa tertentu antara dua gerak gelombang atau lebih sehingga paduan gelombang tersebut saling menguatkan. Hasil sintesis selulosa diuji menggunakan wide-angle X-ray diffraction (Bruker D 5000) dan pengujian ini dilakukan Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS Surabaya.

3.5.3 Pengujian *Scanning Electron Microscope (SEM)*

Scanning Electron Microscopy (SEM) digunakan untuk mengetahui morfologi senyawa padatan dan komposisi unsur yang terdapat dalam suatu senyawa. Prinsip analisis SEM adalah dengan menggunakan alat sinyal elektron sekunder. Berkas elektron diarahkan pada suatu permukaan spesimen yang telah dilapisi oleh suatu film konduktor. Pelapisan ini bertujuan agar polimer yang digunakan dapat menghasilkan arus listrik sehingga dapat berinteraksi dengan berkas elektron. Berkas elektron yang berinteraksi dengan spesimen dikumpulkan untuk menghasilkan sinyal. Sinyal ini digunakan untuk mengatur intensitas elektron pada suatu tabung televisi yang diarahkan serentak dengan sinar dari mikroskop. Interaksi berkas elektron

dengan spesimen akan menghasilkan pola difraksi elektron yang dapat memberikan informasi mengenai kristalografi, jenis unsur dan distribusinya, dan morfologi dari permukaan bahan.



Gambar 3.10 Alat SEM

Pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi seperti ukuran, permukaan, dan penampang dari *cellulose beads*. Untuk membandingkan morfologi dari sampel yang dianalisa, akan menggunakan *software* ImageJ. Pengujian ini dilakukan di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS Surabaya.

3.5.4 Pengujian Kapasitas *Swelling*

Kapasitas *swelling beads* merupakan karakteristik penting yang mempengaruhi difusi substrat yang diserap. Uji *swelling* dilakukan untuk mengetahui daya ikat selulosa dengan asam nitrat terhadap air (sifat hidrofil), sehingga akan mengembang karena masih terdapat rongga (pori).

$$Q(\%) = \frac{W_1 - W_0}{W_0} \times 100$$

Persamaan 2.1 Perhitungan Kapasitas *Swelling*

Kapasitas *swelling beads* diukur dengan menggunakan metode gravimetri. *Beads* kering ditimbang dan direndam dalam larutan HCl 0,1 N selama 2 jam pada suhu $37,0 \pm 0,5$ C. *Beads* yang membengkak dilap dengan lembut dengan Kimwipes dan ditimbang. Pengujian ini dilakukan di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS Surabaya.

3.6 Rancangan Penelitian

Pada penelitian ini beberapa pengujian yang akan dilakukan seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 3.1**. Penelitian ini mempelajari perilaku waktu *pretreatment* terhadap karakteristik

cellulose beads (CB). Pada rancangan sampel, waktu *pretreatment* divariasikan 30, 60, 90, 120, 150, dan 180 menit. Jenis *solvent* yang dipakai yakni NaOH/Urea/air. Jumlah selulosa yang dipakai 5% dari berat akhir dan konsentrasi koagulan yang dipakai pada 6 M.

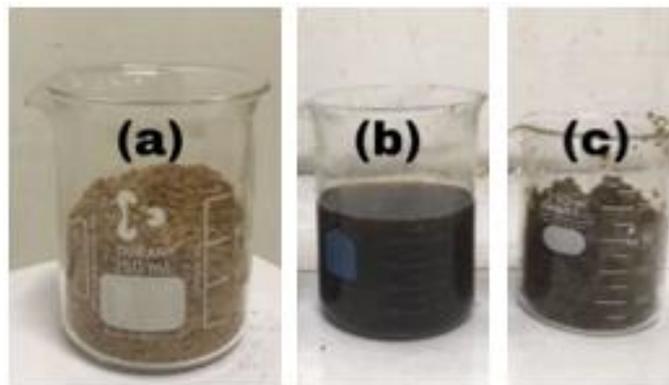
Tabel 3.1 Rancangan sampel beserta komposisi dan pengujiannya

No	Sampel	Waktu <i>Pretreatment</i> (menit)	FTIR	XRD	SEM	<i>Swelling Capacity</i>
1.	<i>Cellulose</i>		✓	✓		
2.	CB t30	30	✓			✓
3.	CB t60	60	✓			✓
4.	CB t90	90	✓		✓	✓
5.	CB t120	120	✓		✓	✓
6.	CB t150	150	✓			✓
7.	CB t180	180	✓		✓	✓

BAB IV ANALISIS HASIL DAN PEMBAHASAN

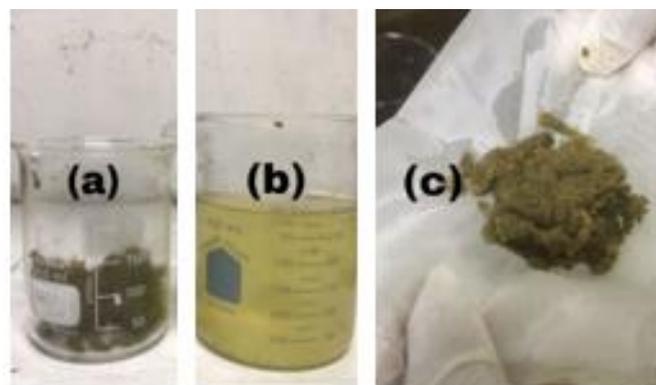
4.1 Isolasi Selulosa dari Eceng Gondok

Proses isolasi selulosa dimulai dari mengeringkan dan menghaluskan batang eceng gondok menjadi serbuk kering seperti pada **Gambar 4.1 (a)**. Selanjutnya dilakukan proses delignifikasi dan proses *bleaching*. Proses delignifikasi dilakukan untuk memutus ikatan antara lignin dan selulosa. Pemutusan ikatan terjadi karena ion hidroksil dari NaOH menyerang atom H pada gugus OH fenolik lignin yang menyebabkan pemutusan ikatan serta diikuti dengan resonansi. **Gambar 4.1 (b)** menunjukkan filtrat berwarna hitam hasil proses delignifikasi yang disebabkan oleh garam fenolat antara ion Na⁻ dengan nukleofil dari lignin (Fengel, 1995). Pada **Gambar 4.1 (c)** didapatkan hasil residu eceng gondok setelah proses delignifikasi.



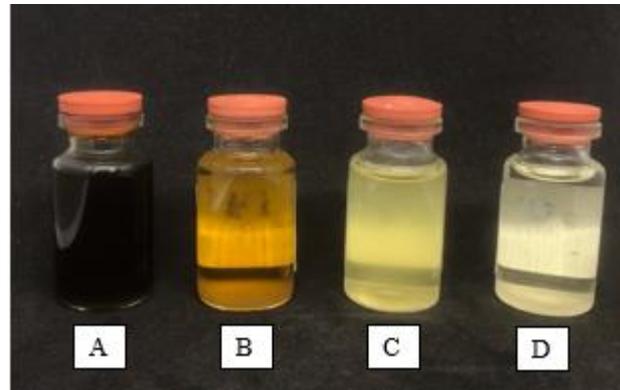
Gambar 4.1 (a) Serbuk eceng gondok kering; (b) Filtrat hasil delignifikasi; (c) Residu selulosa hasil delignifikasi

Proses *bleaching* dapat mendegradasi lignin dari gugus kromofor. Agen *bleaching* yang digunakan adalah NaClO₂ yang berfungsi untuk mendegradasi dan menghilangkan zat penyebab warna coklat yang ditimbulkan oleh lignin tanpa merusak struktur selulosa (Endang, 2019). Pada **Gambar 4.2 (a)** dan **(b)** terlihat residu selulosa dan filtrat hasil *bleaching* terlihat lebih terang jika dibandingkan dengan residu selulosa hasil delignifikasi. Pada **Gambar 4.2 (c)** didapatkan hasil akhir selulosa setelah melewati proses delignifikasi dan *bleaching*.



Gambar 4.2 (a) Residu selulosa hasil *bleaching*; (b) Filtrat hasil *bleaching*; (c) Residu akhir selulosa.

Selulosa dengan kemurnian tinggi didapatkan dengan proses ekstraksi sebanyak dua kali. Warna filtrat semakin jernih seperti yang terlihat pada **Gambar 4.3**. Hal ini disebabkan oleh kandungan lignin berhasil dipisahkan dari selulosanya.



Gambar 4.3 (a) Filtrat delignifikasi NaOH satu kali; (b) Filtrat delignifikasi NaOH dua kali; (c) Filtrat *bleaching* NaClO₂ satu kali; (d) Filtrat *bleaching* NaClO₂ dua kali

Sampel eceng gondok (EG) kering ditimbang dengan berat awal 30 gram dengan tiga sampel seperti pada data di **Tabel 4.1**. Penurunan berat disebabkan oleh reaksi secara oksidasi dan alkalisasi yang menyebabkan senyawa seperti lignin dan hemiselulosa mengalami degradasi dan terpisah dari selulosa, sehingga berat selulosa berkurang (Eduart,2018).

Tabel 4.1 *Yield* selulosa dari eceng gondok.

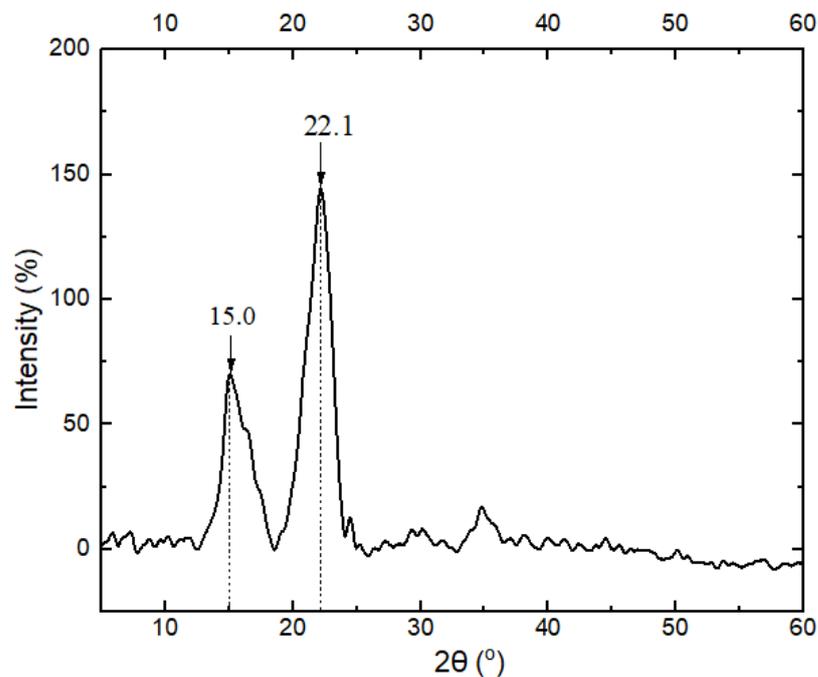
Sampel	Berat Awal (gram)	Berat Akhir (gram)	Penurunan berat (gram)	<i>Yield</i>
EG 1	30	12.52	17.48	58.27 %
EG 2	30	13.9	16.1	53.67 %
EG 3	30	11.31	18.69	62.30 %
Rata - rata		12.57 ± 1.29	17.42 ± 1.29	58.08% ± 0.043

4.2 Karakterisasi Selulosa Eceng Gondok

Selulosa eceng gondok dikarakterisasi dengan XRD untuk mengetahui daerah amorf dan kristal pada selulosa yang terbentuk dan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi selulosa yang terbentuk.

4.2.1 Analisa XRD Selulosa

Analisa XRD dilakukan untuk mengetahui bagian amorf dan kristal pada selulosa yang telah terbentuk. Bagian amorf dari suatu rantai selulosa lebih mudah dihidrolisis dengan asam dari pada dalam bentuk kristal. Prosedur khas yang dilakukan adalah menghidrolisis selulosa murni dengan asam atau basa kuat dalam kondisi temperatur, pengadukan, dan waktu yang terkendali. Proses kimia dimulai dengan penghilangan ikatan antar polisakarida pada permukaan serat selulosa dan diikuti dengan pecah dan rusaknya bagian amorf sehingga melepaskan bagian kristal selulosa (Kunusa,2018).



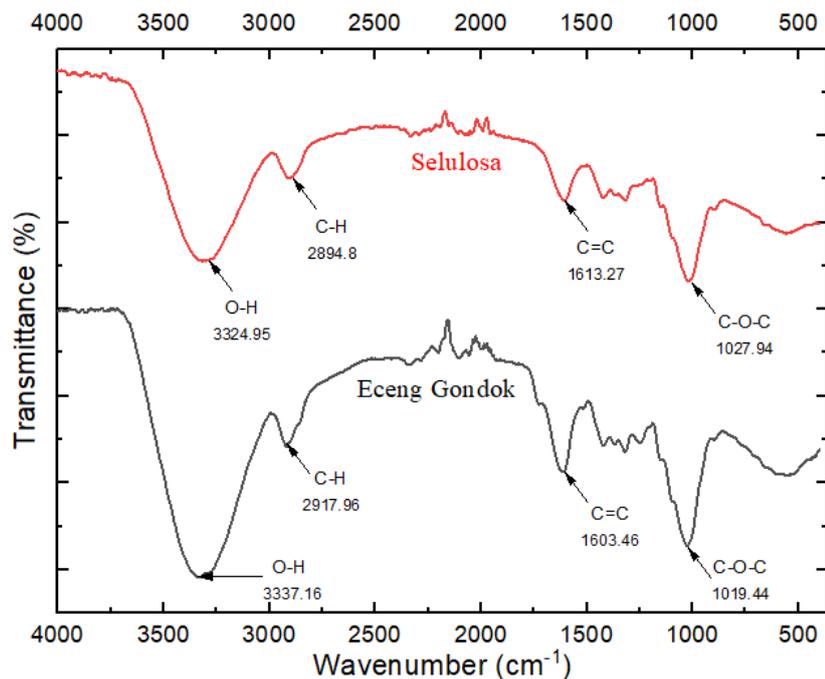
Gambar 4.4 Difraksi sinar-x selulosa eceng gondok

Karakterisasi struktur kristal dengan menggunakan XRD menunjukkan bahwa selulosa eceng gondok memiliki struktur kristal pada dua puncak tertinggi di 15.9° dan 21.9° . Struktur kristalin dari selulosa pada dinding sel dapat memengaruhi properti produk yang dihasilkan, selulosa merupakan parameter yang menentukan kekuatan dari serat (Vainio,2007). Proses delignifikasi dengan NaOH dapat meningkatkan jumlah selulosa karena *treatment* dapat menrestrukturisasi *amorphous cellulose* menjadi *crystalline cellulose* (Zhou *et.al* , 2009). Intensitas puncak pada serat alam ini tergolong rendah, hal ini disebabkan kandungan eceng gondok yang mengandung hemiselulosa, lignin dan kandungan kimia lainnya, serta ukuran serat alam yang tidak seragam dengan kekuatan yang sangat dipengaruhi oleh faktor usia (Schwartz,1984).

4.2.2 Analisa FTIR Selulosa

FTIR dilakukan untuk karakterisasi struktur kimia dengan cara mengidentifikasi gugus fungsi yang muncul pada sampel. Analisa FTIR dilakukan pada sampel eceng gondok dan sampel selulosa yang telah terbentuk. Data analisis perbandingan gugus fungsi menggunakan FTIR dapat dilihat pada **Gambar 4.5** dan pada **Tabel 4.2**.

Perbandingan spektra inframerah eceng gondok dan selulosa pada **Gambar 4.5** didapatkan adanya puncak pada bilangan gelombang $\sim 3337.16 \text{ cm}^{-1}$ dan $\sim 2917.96 \text{ cm}^{-1}$ untuk spektra eceng gondok dan $\sim 3324.95 \text{ cm}^{-1}$ dan $\sim 2894.8 \text{ cm}^{-1}$ pada spektra selulosa yang menunjukkan peregangan ikatan C-H dan O-H. Vibrasi O-H yang muncul pada kedua spektra menunjukkan intensitas yang kuat dan lebar. Puncak-puncak tersebut terjadi karena peregangan ikatan hidrogen dan pembengkokan dari grup hidroksil (OH) pada struktur selulosa. Ikatan hidrogen tersebut terbentuk antara atom hidrogen dari suatu kelompok hidroksil dari suatu monomer glukosa dan atom oksigen dari gugus hidroksil monomer glukosa yang lain dalam rantai polimer paralel selulosa. Paulien (2010) menjelaskan bahwa ikatan hidrogen dapat menyebabkan terjadinya pembentukan serat selulosa (Endang Kusumawati,2021).



Gambar 4.5 Spektrum analisis FTIR eceng gondok dan selulosa

Tabel 4.2 Gugus fungsi eceng gondok dan selulosa

Eceng Gondok		Selulosa		Referensi
Daerah puncak (cm ⁻¹)	Ikatan	Daerah Puncak (cm ⁻¹)	Ikatan	
~3337.16	O-H	~3324.95	O-H	Meng dkk., 2013
~2917.96	C-H	~2894.8	C-H	Mohadi dkk., 2014
~1424.14	CH ₂	~1420.32	CH ₂	Sukadana , 2010
~1316.26	C-O	~1315.41	C-O	Sukadana , 2010
~1613.27	C=C	~1603.46	C=C	Mohadi dkk., 2014
~1027.94	C-O-C	~1019.44	C-O-C	Wulandari dkk., 2016

Vibrasi CH₂ pada spektra eceng gondok dan selulosa muncul di daerah serapan ~1420 cm⁻¹ dengan intensitas sedang. Vibrasi gelombang C-O muncul pada daerah serapan ~1630 cm⁻¹ dengan intensitas sedang. Hal ini menandakan adanya pergeseran bilangan gelombang dan penurunan intensitas dari eceng gondok ke selulosa disebabkan oleh hilangnya hemiselulosa pada proses ekstraksi (Sukadana,2010).

Sebagai contoh serapan gugus O-H pada spektra eceng gondok sebelum isolasi pada bilangan gelombang ~3337.16 cm⁻¹ sangat lebar menyatakan bahwa eceng gondok memiliki ikatan hidrogen yang dapat terjalin baik inter maupun intra selulosa, lignin dan hemiselulosa. Sehingga setelah proses isolasi menjadi selulosa, intensitas puncak vibrasi pada bilangan gelombang tersebut berkurang dan tidak melebar yang mengindikasikan telah terjadinya pemutusan rantai-rantai antara lignin, hemiselulosa dan selulosa (Jeesica,2019).

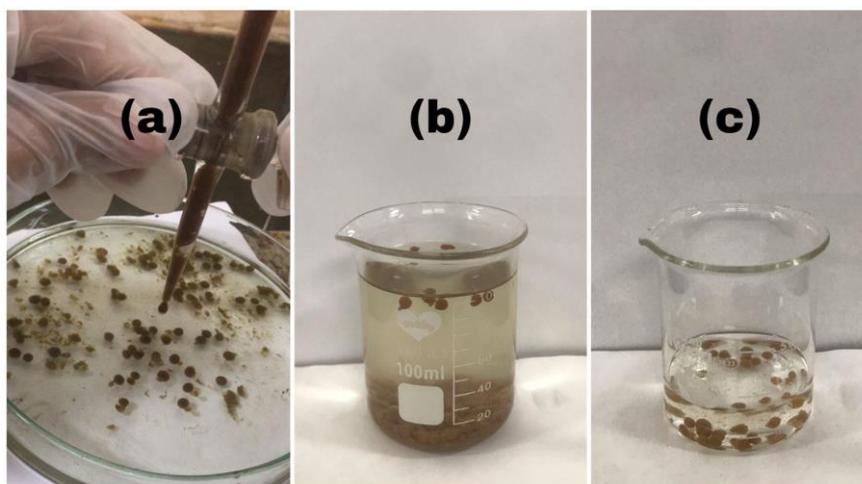
Proses oksidasi lanjut juga dikuatkan dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang ~1603 cm⁻¹ yang merupakan representasi dari gugus C=C. Berdasarkan analisis FTIR ini,

karena semua serapan gugus fungsi yang teramati dalam spektra FTIR dalam **Gambar 4.5** sesuai dengan struktur selulosa yang dilaporkan dalam beberapa referensi sebelumnya (Meng dkk., 2013; Mohadi dkk., 2014; Wulandari dkk., 2016) sebagaimana yang terangkum dalam **Tabel 4.2**, maka metode yang dilakukan dalam penelitian ini membuktikan dapat digunakan untuk mengisolasi selulosa dari tanaman eceng gondok.

4.3 Sintesis Cellulose Beads

Cellulose beads dibuat dengan menggunakan teknik *dropping*. Teknik *dropping* dilakukan dengan meneteskan larutan selulosa menggunakan buret titrasi pada larutan HNO_3 sebagai koagulan seperti pada **Gambar 4.6 (a)**. *Pretreatment* dilakukan pada larutan selulosa menggunakan asam etanol hidroklorat selama dua jam yang dilakukan untuk menyempurnakan kandungan larutan selulosa yang semula didelignifikasi dan *bleaching* dengan basa kuat. *Pretreatment* dilakukan dengan variasi kurun waktu 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit diatas *Hot Plate Magnetic Stirrer* dengan kecepatan pengadukan 200 rpm pada 75C.

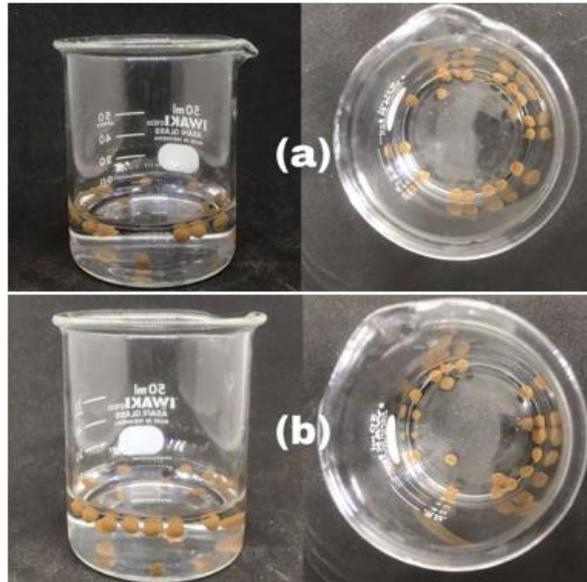
Cellulose Beads yang telah terbentuk kemudian dipilah dan direndam ke dalam larutan koagulan HNO_3 selama 24 jam seperti pada **Gambar 4.6 (b)**. *Beads* yang telah direndam selama 24 jam kemudian dicuci menggunakan aquades hingga pH seimbang dan direndam di dalam aquades semalaman seperti pada **Gambar 4.6 (c)**.



Gambar 4.6 (a) Proses pencetakan *beads*; (b) Perendaman *beads* pada HNO_3 ; (c) Perendaman *beads* pada aquades

4.4 Hasil Pengamatan Visual

Hasil *cellulose beads* dengan variasi waktu *pretreatment* 90 dan 120 menit memiliki bentuk fisik bulat dengan ukuran yang seragam seperti pada **Gambar 4.7**. Pada variasi waktu *pretreatment* 30 dan 180 menit *beads* memiliki bentuk bulat yang tidak sempurna dan permukaannya kasar serta meninggalkan banyak residu karena pada proses koagulasi tidak tuntas dan meninggalkan residu yang tidak membentuk *beads*. Pada variasi waktu *pretreatment* 60 dan 150 menit berbentuk bulat namun jika sudah didiamkan pada HNO_3 semalaman dan dicuci aquades banyak *beads* yang hancur karena karakter *beads* yang terbentuk rapuh atau gampang hancur.

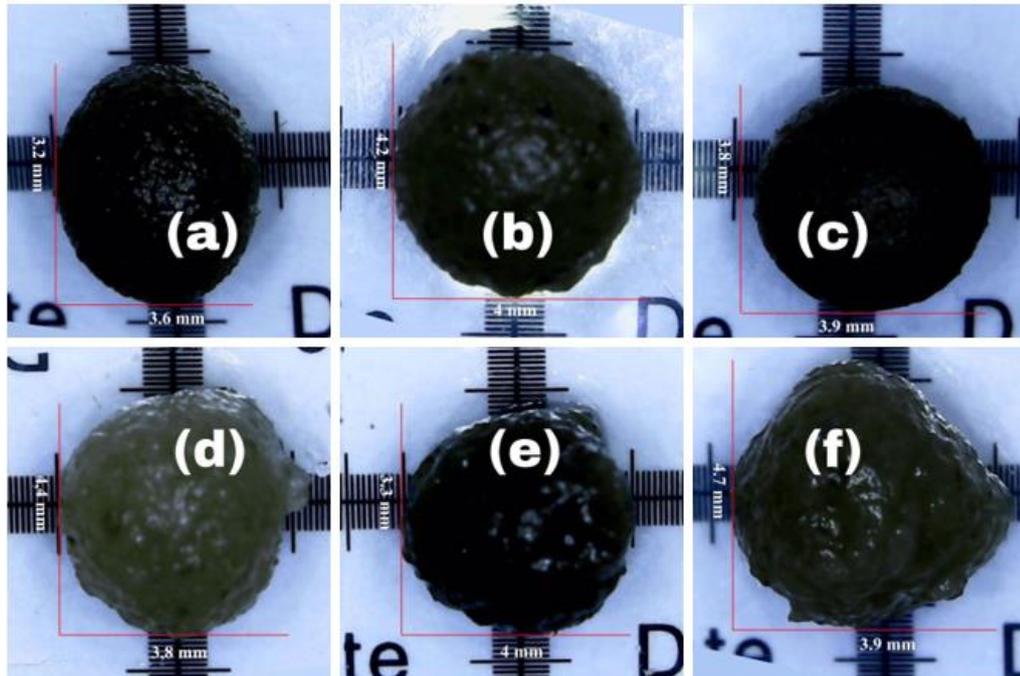


Gambar 4.7 (a)Cellulose beads 90 menit; (b)Cellulose beads 120 menit.

Pada penelitian ini, seluruh *beads* memiliki perbandingan yang sama untuk keadaan mengapung dan tenggelam. Hal ini menunjukkan bahwa bentuk dari *beads* yang dibuat dengan teknik *dropping* dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu kecepatan saat jatuh, ketinggian, dan viskositas dari larutan (Gericke, 2013). Berdasarkan pernyataan tersebut, karena pada penelitian ini dilakukan membandingkan variabel waktu *pretreatment*, maka faktor yang dijelaskan oleh Gericke tidak berpengaruh akan mengapung dan tenggelamnya *beads*. Keadaan mengapung dan tenggelam *beads* dipengaruhi oleh ukuran pori dari *beads* itu sendiri. Ukuran pori dari *beads* berbanding lurus dengan porositas yang akan dihasilkan, sehingga semakin besar ukuran pori semakin tinggi pula porositasnya maka *beads* akan mengapung. Sebaliknya, jika ukuran pori kecil maka porositas yang dihasilkan akan semakin rendah dan *beads* akan tenggelam.

4.5 Hasil Pengamatan Mikroskop Optik

Pengamatan ini mempelajari perilaku waktu *pretreatment* terhadap karakteristik *cellulose beads* (CB). Bentuk *cellulose beads* diamati dengan menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 50x. Hasil pengamatan dengan mikroskop optik menghasilkan data ukuran diameter dengan tambahan standar deviasi seperti pada **Tabel 4.3.** dan **Gambar 4.8** memperlihatkan bentuk *beads* dari seluruh sampel variasi waktu *pretreatment*.



Gambar 4.8 Hasil pengamatan mikroskop optik *cellulose beads* (a) CB t30; (b) CB t60; (c) CB t90; (d) CB t120; (e) CB t150; (f) CB t180.

Tabel 4.3 Hasil pengukuran diameter *beads* menggunakan mikroskop optik

Sampel	Diameter rata-rata (mm)
CB t30	3.62 ± 0.304
CB t60	4.05 ± 0.089
CB t90	3.75 ± 0.202
CB t120	3.88 ± 0.287
CB t150	4.15 ± 0.317
CB t180	4.31 ± 0.143

Berdasarkan hasil pengamatan mikroskop optik, CB t30 memiliki ukuran terkecil jika dibandingkan dengan ukuran *beads* lainnya. Hal ini terjadi karena ketinggian pada saat pembuatan *beads* tidak seragam, pada sampel CB t30, ujung buret titrasi didekatkan 1 cm dengan permukaan koagulan, hal ini dilakukan agar terbentuk *beads* walau ukurannya sedikit lebih kecil. Jika ujung buret disamakan dengan variasi lain, pada sampel CB t30 tidak akan terbentuk *beads* karena terpecah saat jatuh ke larutan koagulan. Pada Cb t150 dan CB t180 memiliki ukuran *beads* yang lebih besar karena pada saat larutan selulosa jatuh kedalam koagulan, *beads* belum sempat terbentuk, sehingga pada saat tenggelam *beads* berbentuk tidak simetris atau tidak bulat.

Beads dengan waktu *pretreatment* 180 menit memiliki ukuran diameter yang lebih besar dan tidak bulat sempurna. Hal ini terjadi pada proses *mixing* larutan menggunakan pemanasan yang menyebabkan terjadinya penguapan dari larutan *pretreatment* dan selulosa. *Pulp* yang terbentuk sedikit lebih kering dan pada saat dilakukan pelarutan dengan NaOH/urea/air akan terpisah antara selulosa dan pelarut. Pada saat dilakukan proses pencetakan menjadi *beads*, larutan tidak terkoagulasi secara sempurna dan menyebabkan bentuk yang dihasilkan tidak bulat.

Dapat dilihat pada **Gambar 4.8 (c)** atau pada sampel CB t90 memiliki hasil visual yang baik jika dibandingkan dengan variasi lainnya. Hal ini dapat diamati dari bentuk *beads* yang

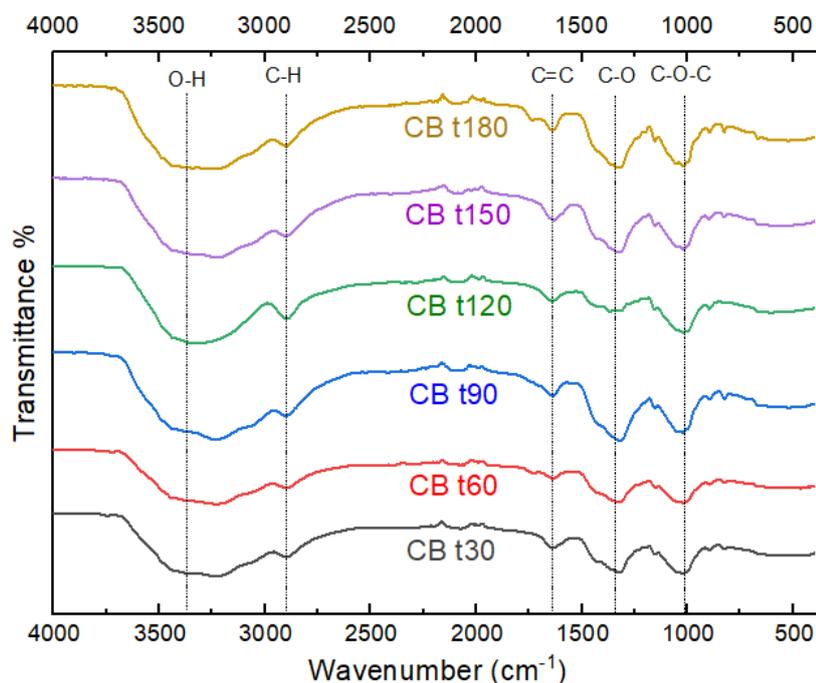
bulat dan permukaan yang halus pada saat dilihat dibawah mikroskop optik. Sampel CB t90 ini juga tidak meninggalkan banyak residu pada saat pergantian larutan koagulan ke perendaman aquades.

4.6 Karakterisasi Cellulose Beads

Cellulose beads dengan variasi waktu *pretreatment* dikarakterisasi dengan FTIR untuk mengetahui perbedaan gugus fungsi yang terbentuk dengan bahan awalnya yaitu eceng gondok dan hasil ekstraksi selulosa. Karakterisasi SEM untuk mengetahui morfologi permukaan partikel *beads*, ukuran pori, dan porositas *beads* dan perhitungan kapasitas *swelling* untuk mengetahui daya serap dari masing-masing variasi *beads* yang telah terbentuk.

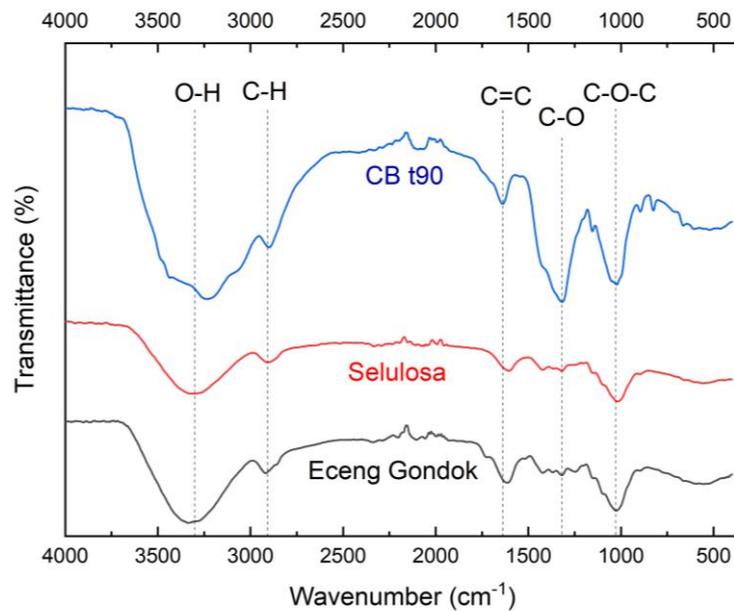
4.6.1 Analisa FTIR Cellulose Beads

Hasil karakterisasi FTIR *cellulose beads* dengan variasi waktu *pretreatment* dapat dilihat pada **Gambar 4.9**.



Gambar 4.9 Spektra perbandingan *cellulose beads* dengan variasi waktu *pretreatment* 30, 60, 90, 120, 150 dan 180 menit.

Berdasarkan **Gambar 4.9** *cellulose beads* memiliki spektra FTIR yang seragam, pada bilangan gelombang $\sim 3420 \text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasi gugus O-H, pada $\sim 2910 \text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasi gugus C-H₂, bilangan gelombang $\sim 1600 \text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasi gugus C=O, bilangan gelombang $\sim 1310 \text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasi gugus C-H dan pada bilangan gelombang $\sim 1050 \text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasi gugus C-O-C. Dari enam sampel *cellulose beads* yang dikarakterisasi menggunakan FTIR, tidak terjadi perubahan gugus fungsi yang signifikan. Hal ini memperlihatkan bahwa penambahan waktu *pretreatment* tidak berpengaruh kepada gugus fungsi *cellulose beads*.



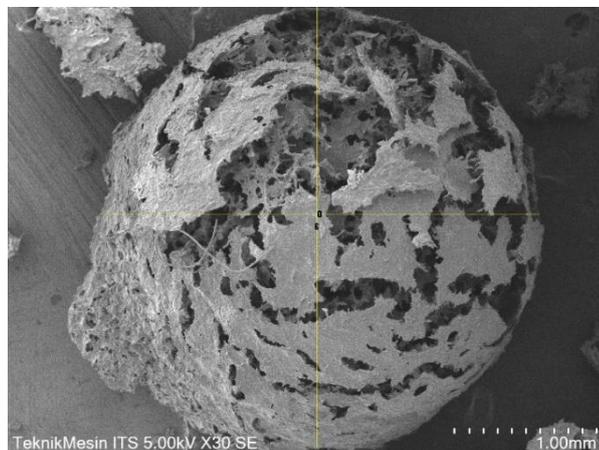
Gambar 4.10 Spektra FTIR eceng gondok, selulosa, dan *cellulose beads* 90 menit.

Pengujian ini mempelajari perilaku waktu *pretreatment* terhadap karakteristik *cellulose beads* (CB). Spektra CB t90 mengalami penurunan serapan pada bilangan gelombang $\sim 3400\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan vibrasi pada gugus O-H. **Gambar 4.10** menunjukkan perbandingan spectra FTIR antara eceng gondok, ekstrak selulosa dan *cellulose beads* dengan variasi waktu *pretreatment* terbaik. Perbedaan signifikan spektra terjadi pada bilangan gelombang $\sim 1310\text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan gugus C-O.

Pada **Gambar 4.10** terlihat pada spektra FTIR eceng gondok menunjukkan puncak pada $\sim 1734\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan keberadaan asetil dan ester yang mengindikasikan keberadaan lignin dan hemiselulosa. Pada bilangan gelombang $\sim 1519\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus fungsi C=C yang mengindikasikan lignin dan pada $\sim 1613\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan hemiselulosa.

4.6.2 Analisa SEM Cellulose Beads

Pengujian SEM dilakukan pada *cellulose beads* yang telah melalui proses pengeringan dengan metode *freeze dry*. Pembahasan morfologi *cellulose beads* menggunakan sampel dengan variasi waktu *pretreatment* 90 menit seperti pada **Gambar 4.11**



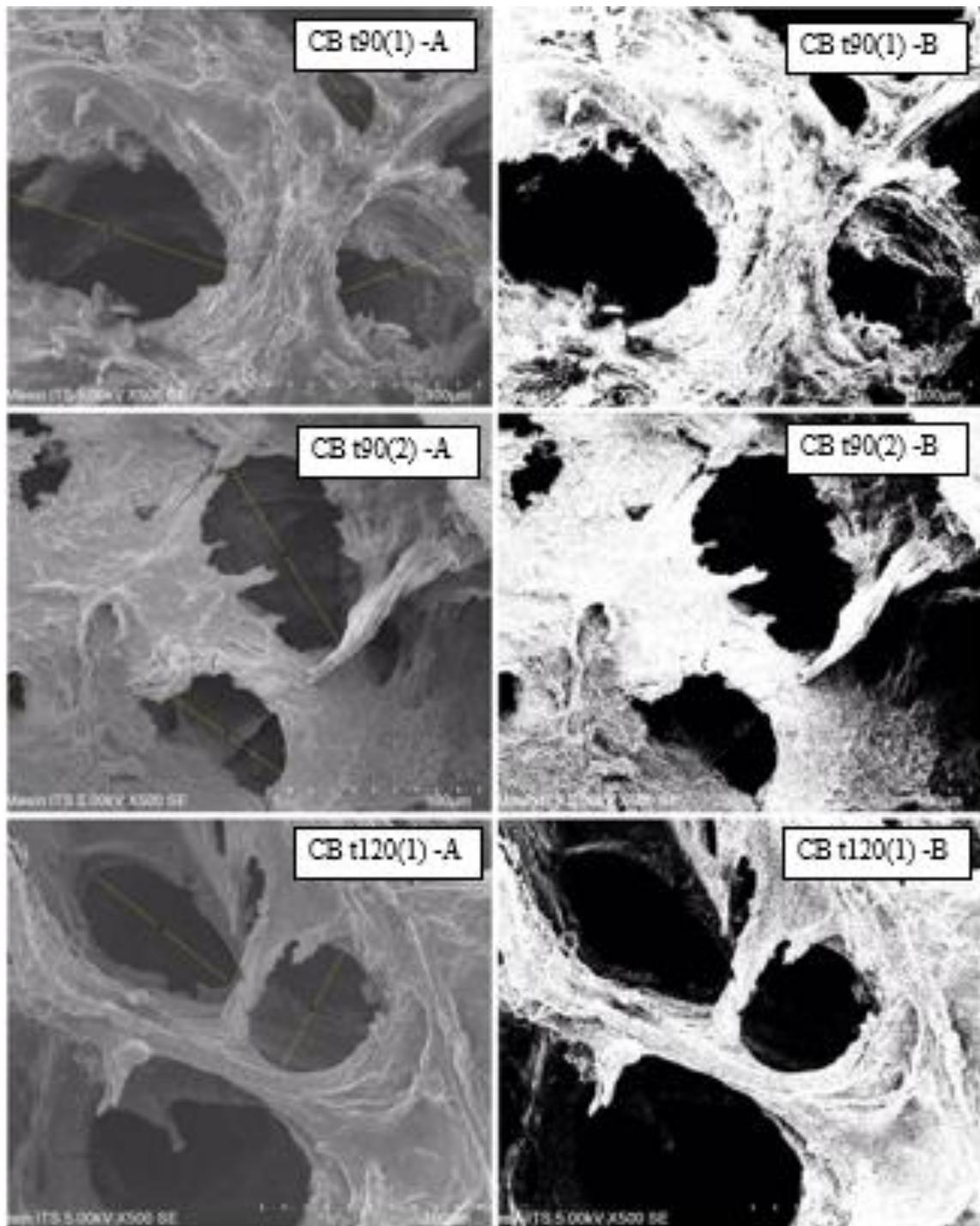
Gambar 4.11 Morfologi *beads* dengan variasi waktu *pretreatment* 90 menit

Gambar 4.11 memperlihatkan morfologi *beads* pada variasi waktu *pretreatment* 90 menit pada *pengujian* SEM. Bentuk *beads* terlihat bulat utuh karena pada proses pengeringan dengan metode *freeze dry* tidak mengalami kehancuran hingga menjadi serpihan atau serbuk. Diameter yang didapatkan pada *software* ImageJ adalah sebesar 3.540 mm untuk sampel CB t90. Hal ini sesuai dengan pengamatan menggunakan mikroskop optik dimana pada **Tabel 4.2** didapatkan diameter *beads* 90 menit sebesar 3.75 ± 0.202 . Jenis pori yang ada pada sampel *beads* 90 menit adalah pori terbuka atau *open pore*. Pori terbuka merupakan pori yang terhubung antara satu permukaan dengan permukaan yang lain (Tutik Setianingsih)

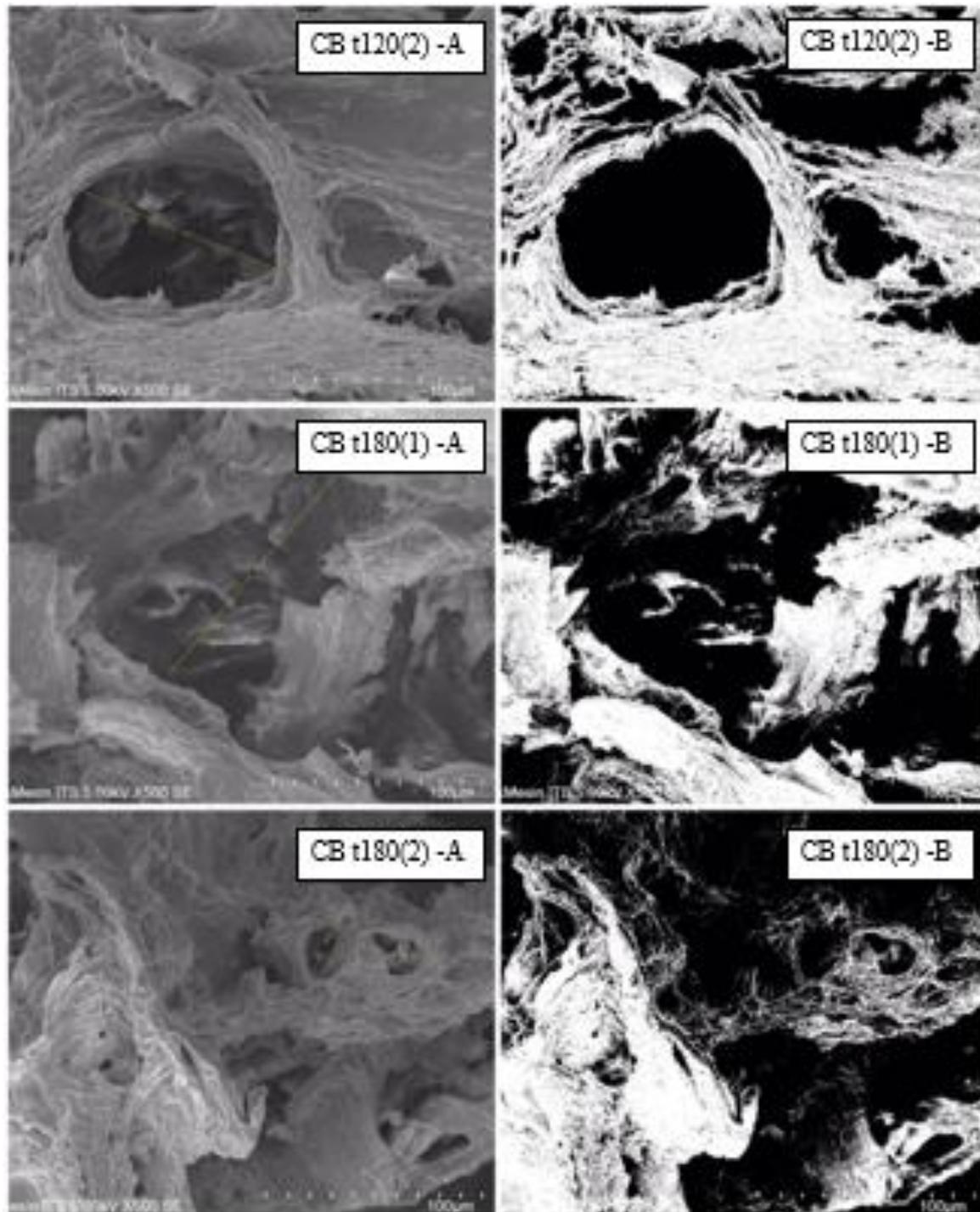
Pengujian ini mempelajari perilaku waktu *pretreatment* terhadap karakteristik *cellulose beads* (CB). Pengujian SEM untuk perhitungan luasan pori dilakukan pada sampel yang tetap utuh dan dapat dibelah setelah proses *freeze dry*, yaitu pada sampel CB t90, CB t120 dan CB t180. Pengujian SEM pada perhitungan luasan pori dilakukan pada perbesaran 500x. Analisis SEM dilakukan pada sampel yang terapung(1) dan tenggelam(2), variasi tersebut dilakukan untuk mengetahui perbedaan luasan pori pada *beads* yang mengapung dan tenggelam. Hasil SEM tersebut kemudian dianalisis menggunakan *software* ImageJ untuk menunjukkan luasan pori pada *beads* seperti pada **Gambar 4.12** dan **Gambar 4.13**, dengan hasil yang ditunjukkan pada **Tabel 4.4**

Tabel 4.4 Presentase luas pori sampel *cellulose beads*

Sampel	Rasio luas area (%)
CB t90 (1)	53.96
CB t90 (2)	48.52
CB 120 (1)	48.22
CB 120 (2)	49.47
CB 180 (1)	51.68
CB 180 (2)	49.23



Gambar 4.12 (1) *Cellulose beads* dalam keadaan mengapung; (2) *Cellulose beads* dalam keadaan tenggelam; (A) Hasil *cellulose beads* pada pengujian SEM dengan perbesaran 500x; (B) Hasil identifikasi luas area pori melalui *software* ImageJ dengan variasi waktu *pretreatment* yang sama.



Gambar 4.13 (1) *Cellulose beads* dalam keadaan mengempung; (2) *Cellulose beads* dalam keadaan tenggelam; (A) Hasil *cellulose beads* pada pengujian SEM dengan perbesaran 500x; (B) Hasil identifikasi luas area pori melalui *software* ImageJ dengan variasi waktu *pretreatment* yang sama.

Pada keenam sampel *cellulose beads* didapatkan luas area seperti pada **Tabel 4.4**. Pada sampel CB t90 (1), CB t120 (1) dan CB t180(1) adalah *beads* yang mengempung dan pada sampel CB t90 (2), CB t120 (2) dan CB t180(2) adalah *beads* yang tenggelam. Sampel CB t90 adalah *cellulose beads* dengan waktu *pretreatment* 90 menit. Sampel CB t120 adalah *cellulose beads*

dengan waktu *pretreatment* 120 menit. Sampel CB t180 adalah *cellulose beads* dengan waktu *pretreatment* 180 menit. Dari hasil yang didapatkan, % luas pori *beads* memiliki nilai lebih besar pada keadaan mengapung. Hal ini dikarenakan gaya berat *beads* lebih kecil dari gaya angkat air, dimana semakin besar ukuran pori atau luas pori maka *beads* akan mengapung, sebaliknya jika ukuran pori atau luas pori kecil maka *beads* akan tenggelam. Dari data pada **Tabel 4.4** hasil seluruh *beads* dari semua variasi waktu *pretreatment* yang mengapung lebih besar jika dibandingkan dengan *beads* yang tenggelam.

4.7 Analisa Kapasitas Swelling

Cellulose beads sebanyak ± 0.15 gram direndam dalam 20 ml HCl 0.1 N selama 2 jam pada temperatur 37°C dengan berat rata-rata per *beads* ialah 0.04-0.05 gram. Pengujian ini menggunakan metode gravimetri untuk mengetahui kapasitas adsorpsi *beads* terhadap difusi substrat yang diserap. Hasil pengujian ini terlihat pada **Tabel 4.5**.

Tabel 4.5 Kapasitas *swelling cellulose beads*

Sampel	Rasio Swelling (%)
CB t30	4.94 \pm 0.042
CB t60	6.54 \pm 0.005
CB t90	18.38 \pm 0.006
CB t120	13.37 \pm 0.008
CB t150	13.09 \pm 0.010
CB t180	4.44 \pm 0.038

Pengujian ini dilakukan dengan menggunakan larutan HCl sebagai adsorbat dan *cellulose beads* sebagai adsorben. Pemilihan larutan HCl digunakan karena ketika *cellulose beads* direndam dalam pelarut HCl, tidak akan terjadi reaksi yang signifikan antara senyawa non-selulosa dan HCl. Berdasarkan data yang ada pada **Tabel 4.5** *cellulose beads* diuji dengan tiga kali pengulangan, kapasitas *swelling* terbesar didapatkan oleh sampel CB t90 didapatkan rata-rata kapasitas *swelling* sebesar 18.38%.

CB t90 memiliki hasil terbaik pada kapasitas *swelling*. Pada **Tabel 4.5** terdapat data bahwa *cellulose beads* dengan variasi waktu 90 menit atau pada sampel CB t90 (1) memiliki % luas area terbesar jika dibandingkan dengan sampel *beads* lainnya. Hal ini terjadi karena semakin luas area pori dari *beads* maka akan semakin besar kemampuan adsorpsi *beads* itu sendiri.

Berdasarkan seluruh pengamatan dan pengujian yang dilakukan, didapatkan karakteristik *cellulose beads* seperti pada **Tabel 4.6** yang dibandingkan dengan karakteristik *cellulose beads* milik Gericke, (2013).

Tabel 4.6 Karakteristik *cellulose beads*.

Karakteristik	Ukuran	Referensi Gericke (2013)
Diameter	3.32 – 4.41 mm	10-1000 um
Rasio luas area	48.22 – 53.96 %	93-95%
Berat basah	0.04 -0.06 gram	0.014-0.022 gram
Volume	19.15 – 44.88 mm ³	8-20 mm ³

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah :

1. Pengaruh waktu *pretreatment* terhadap morfologi *cellulose beads* adalah memperhalus permukaan *beads* pada sampel *cellulose beads* 90 menit, namun pada variasi waktu *pretreatment* 180 menit didapatkan permukaan *beads* yang kurang halus karena bentuknya yang sedikit lebih besar dan tidak bulat sempurna secara pengamatan visual, namun pada pengamatan mikroskop optik didapatkan diameter *beads* yang seragam.
2. Pengaruh waktu *pretreatment* terhadap kapasitas *swelling* didapatkan hasil paling baik pada variasi 90 menit sebesar 18.38%, walaupun keadaan seluruh *beads* mengapung dan tenggelam, variasi 90 menit mengapung mendapatkan hasil paling baik karena rasio luas area yang lebih besar dibandingkan dengan variasi lainnya yaitu 53.96% .
3. Pengaruh waktu *pretreatment* terhadap porositas *beads* pada variasi 90 menit didapatkan rasio luas area paling besar yakni 53.96% dan paling kecil pada waktu *pretreatment* 120 menit yakni 48.22%.

Hasil terbaik yang dimiliki oleh *cellulose beads* adalah dengan variasi waktu *pretreatment* 90 menit yang memiliki bentuk *beads* bulat sempurna dan dibawah pengujian SEM masih berbentuk utuh setelah proses *freeze dry*, dan memiliki kapasitas *swelling* terbaik jika dibandingkan dengan *cellulose beads* lainnya.

5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya adalah :

1. Dapat dilakukan mengenai *cellulose beads* menggunakan bahan eceng gondok dengan mengekstrak selulosa menjadi selulosa mikrokristalin sebelum dilakukan pelarutan selulosa untuk menjadi *cellulose beads*.
2. Dapat dilakukan penelitian mengenai keadaan mengapung dan tenggelam *cellulose beads* sehingga menjadi fokus untuk pembahasan porositas.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

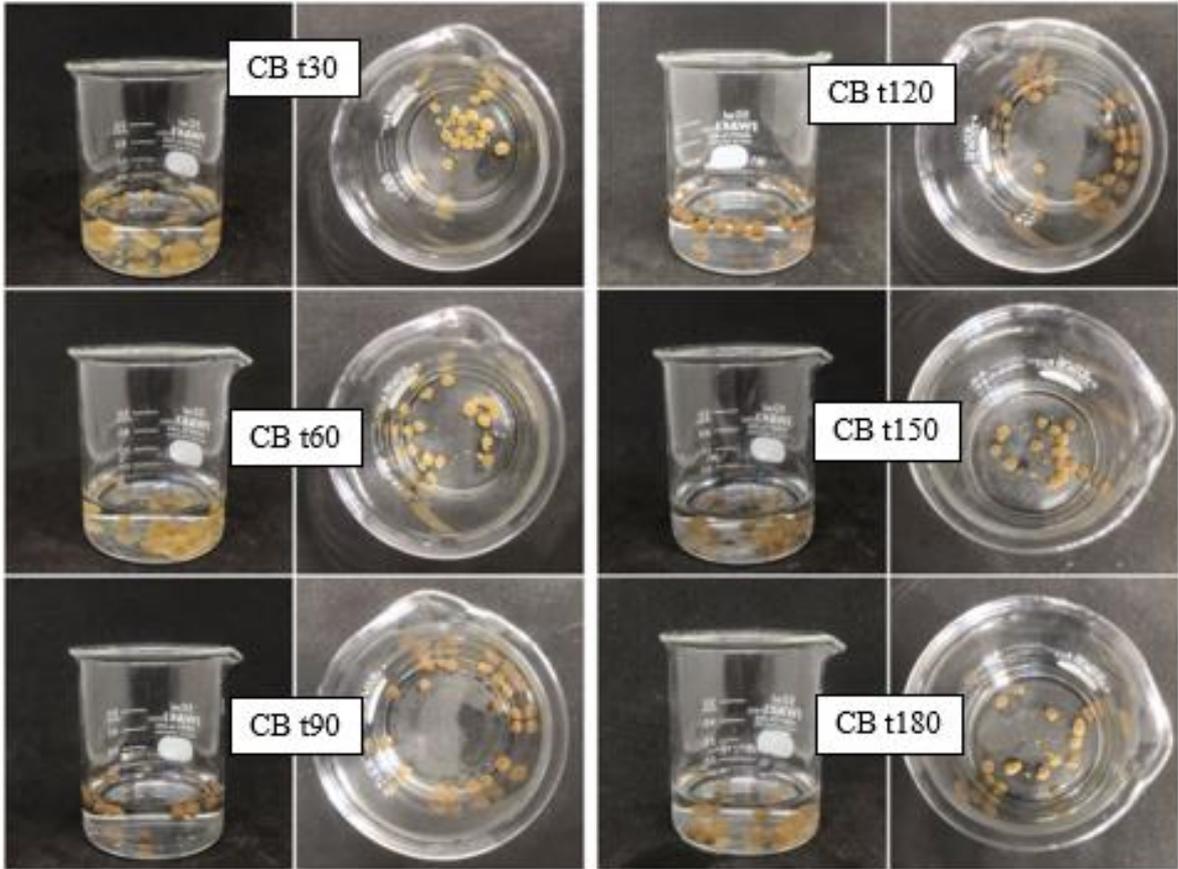
DAFTAR PUSTAKA

- Abdel-fattah, A. F., & Abdel-naby, M. A. (2012). Pretreatment and enzymic saccharification of water hyacinth cellulose. *Carbohydrate Polymers*, 87(3), 2109–2113. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.10.033>
- Armstrong, T. (n.d.). Kind Of Smart (Menemukan dan Meningkatkan Kecerdasan Anda berdasarkan Teori Multiple Intelligence). 2002.
- Badra, A., Anis, N., & Handaya, A. (2015). *PEMBUATAN CMC DARI SELULOSA ECENG GONDOK DENGAN MEDIA REAKSI CAMPURAN LARUTAN ISOPROPANOL-ISOBUTANOL UNTUK MENDAPATKAN VISKOSITAS DAN KEMURNIAN TINGGI*. 5(2), 108–114.
- Bchini, B. (2015). Intellectual Capital and Value Creation in the Tunisian Manufacturing Companies. *Procedia Economics and Finance*, 23(October 2014), 783–791. [https://doi.org/10.1016/S2212-5671\(15\)00443-8](https://doi.org/10.1016/S2212-5671(15)00443-8)
- Beaupre, J., & Saunders. (2005). *Best Practices for Elderly Hip Fracture Patients A Systematic Overview of the Evidence*. 20, 1019–1025.
- Budtova, T., & Navard, P. (2017). *Cellulose in NaOH – water based solvents : a review To cite this version : HAL Id : hal-01247093*. 23(1), 5–55.
- F, L., Y, W., & M, Y. (2013). *Glimepirid attenuates a production via suppressing BACE1 activity in cortical neurons*.
- Fatriasari, W., Masruchin, N., & Hermiati, E. (2019). *Selulosa Karakteristik dan Pemanfaatannya*.
- Fengel, & Wegener. (1983). *Wood : Chemistry, Ultrastructure, Reaction*.
- Gavillon, R., & Budtova, T. (2008). *Aerocellulose : New Highly Porous Cellulose Prepared from Cellulose - NaOH Aqueous Solutions*. 269–277.
- Gericke, M., Trygg, J., & Fardim, P. (2013). *Functional Cellulose Beads : Preparation , Characterization , and Applications Functional Cellulose Beads : Preparation , Characterization , and Applications*. March. <https://doi.org/10.1021/cr300242j>
- Harahap, D. A. S., Suhariyuwanto, D., Sm, B., & Sos, S. (2003). *Kerajinan Tangan Eceng Gondok*.
- Haryadi. (n.d.). Synthesis and characterization of sodium carboxymethylcellulose from cavendish banana pseudo stem (*Musa cavendishii* LAMBERT). 2005.
- Hermayanti, J., Lailatul, R., & Amalia, A. (2019). *Isolasi Mikroselulosa dari Limbah Eceng Gondok (Eichhornia crassipes) dengan Metode Bleaching -Alkalinasi*. 15(2), 239–250. <https://doi.org/10.20961/alchemy.15.2.30862.239-250>
- John, J. O. N., & Roxana. (1951). *METHOD OF PRODUCING CELLULOSE PELLETS*.
- Karbstein, H., & Schubert, H. (1995). *Developments in the continuous mechanical production of oil-in-water macro-emulsions*.
- Kusumawati, E., & Haryadi. (2021). *EKSTRAKSI DAN KARAKTERISASI SERAT SELULOSA DARI TANAMAN ECENG GONDOK (Eichornia crassipes)*. *Jurnal Fluida Volume*, 1–7.
- Lail, N. (2008). *PENGGUNAAN TANAMAN ENCENG GONDOK (Eichornia Crassipes) SEBAGAI PRE TREATMENT PENGOLAHAN AIR MINUM*.
- Liebert, T., Schiller, F., & Jena, D.-. (2010). *Cellulose Solvents – Remarkable History , Bright Future*. 3–54.
- Nugraha, A. (2004). *Metode Pengembangan Sosial Emosional*. Universitas Terbuka.
- O, L., Antosen, & M, K. (2015). *Incidence and Mortality after Acute Respiratory Failure and Acute Respiratory Distress Syndrome*.
- Perez, J., & Dorado, J. . (2002). *Biodegradation and biological treatments of cellulose, hemicellulose and lignin : an overview*.

-
- Prayitno, A., Hadi, S. D., Firyanto, R., Sampharindo, P. T., Jl, P., Aji, T., & No, R. (2020). *PEMBUATAN NaCMC DARI BATANG ECENG GONDOK (Eichhornia crassipes)*. 1, 7–11.
- R, C., & Chum, H. (1998). Biomass, bioenergy and carbon management. *Journal Bioenergy*.
- Radotić, K. (2016). *Methods for Extraction and Purification of Lignin And Cellulose from Plant Tissues*. In *Sample Preparation Techniques for Soil, Plant, and Animal Samples*.
- Resnick, Halliday, & Walker. (2010). *Fisika Dasar Edisi 7 Jilid 1*. Erlangga.
- S, S. (2013). *Efektivitas Campuran Enzim Selulase dari Aspergillus Niger dan Trichoderma Reesei Dalam Menghidrolisis Substrat Sabut Kelapa*.
- Sabel, W., & Warren. (1973). *Theory and practice of oleoresin extraction*. In *Proceedings of the Conference on Spices*.
- Saraswati, R., & Santosa, E. (2006). *Organisme Perombak Bahan Organik*. 211–230.
- Sescousse, R., Gavillon, R., & Budtova, T. (2011). *Wet and dry highly porous cellulose beads from cellulose – NaOH – water solutions : influence of the preparation conditions on beads shape and encapsulation of inorganic particles*. 759–765. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4809-5>
- Sjostrom. (1995). *Kimia Kayu, Dasar-dasar dan Penggunaan Edisi Kedua*.
- Sumada, dkk. (2011). Isolation Study of Efficient A - Cellulose From Waste Plant Stem Manihot Esculenta Crantz. *Jurnal Teknik Kimia*, 5(2), 434–438.
- Susanto, & Ricky. (2008). *Optimasi Koagulasi-Flokulasi dan Analisis Kualitas Air pada Industri Semen*.
- Trygg, J., & Fardim, P. (2011). Enhancement of cellulose dissolution in water-based solvent via ethanol-hydrochloric acid pretreatment. *Cellulose*, 18(4), 987–994. <https://doi.org/10.1007/s10570-011-9550-y>
- Trygg, J., Fardim, P., Gericke, M., Mäkilä, E., & Salonen, J. (2013a). Physicochemical design of the morphology and ultrastructure of cellulose beads. *Carbohydrate Polymers*, 93(1), 291–299. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.03.085>
- Trygg, J., Fardim, P., Gericke, M., Mäkilä, E., & Salonen, J. (2013b). Physicochemical design of the morphology and ultrastructure of cellulose beads. *Carbohydrate Polymers*, 93(1), 291–299. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2012.03.085>
- Villamagna, A. M. (2010). Ecological and socio-economic impacts of invasive water hyacinth (*Eichhornia crassipes*): a review. *Journal Freshwater Biology*, 282–298. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2427.2009.02294.x>
- Winarno. (1994). *Bahan Tambahan Untuk Makanan dan Kontaminan*. Gramedia.
- Zeng, B., Wang, X., & Byrne, N. (2020). Cellulose beads derived from waste textiles for drug delivery. *Polymers*, 12(7). <https://doi.org/10.3390/polym12071621>

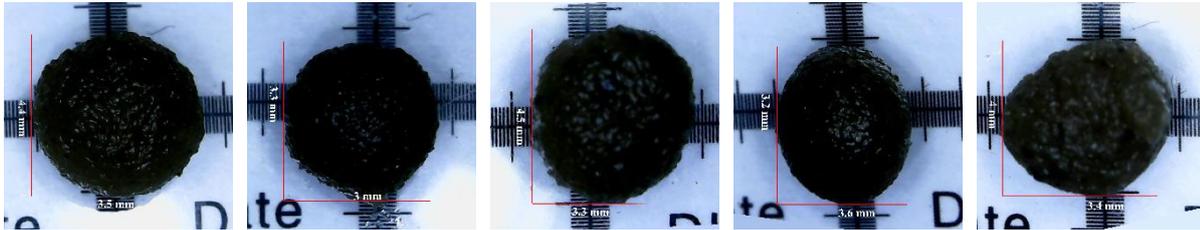
LAMPIRAN

Lampiran 1 : Hasil pengamatan visual

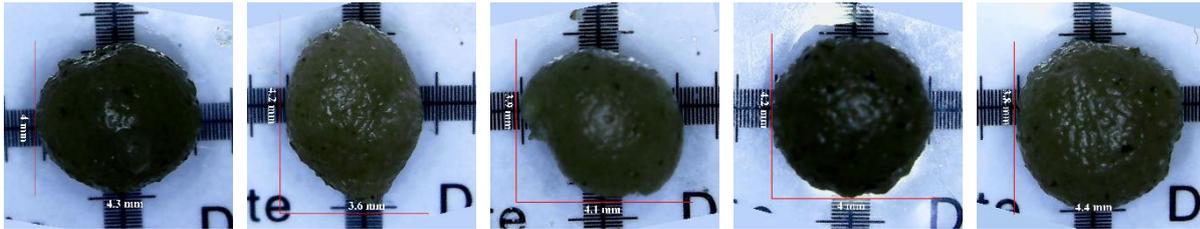


Lampiran 2 : Hasil mikroskop optik

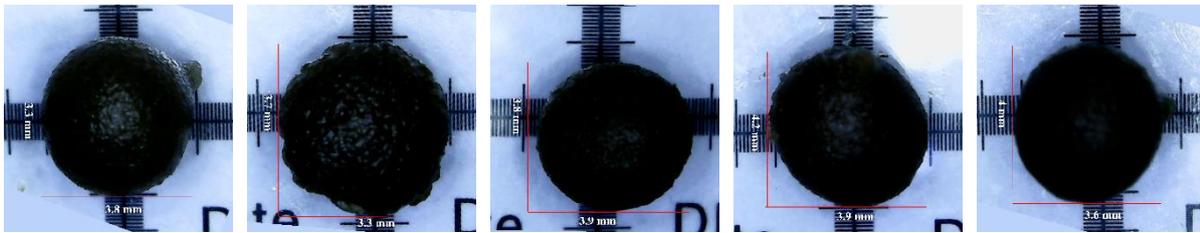
Cellulose beads 30 menit



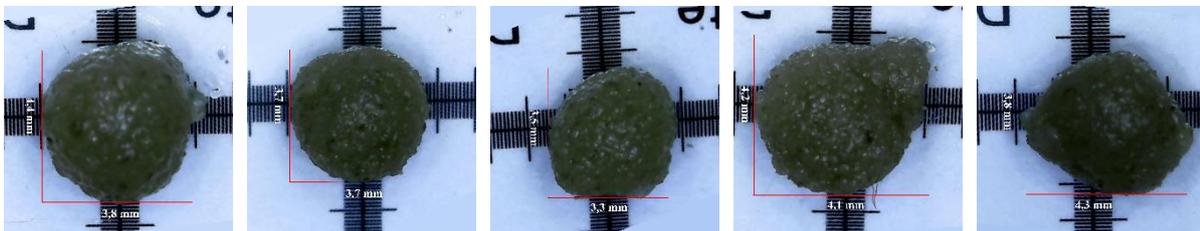
Cellulose beads 60 menit



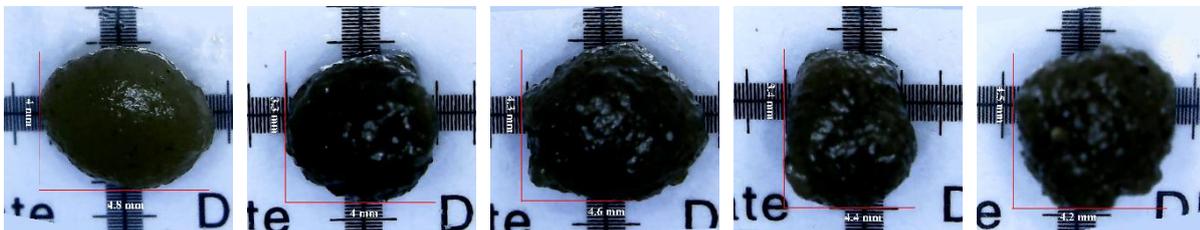
Cellulose beads 90 menit



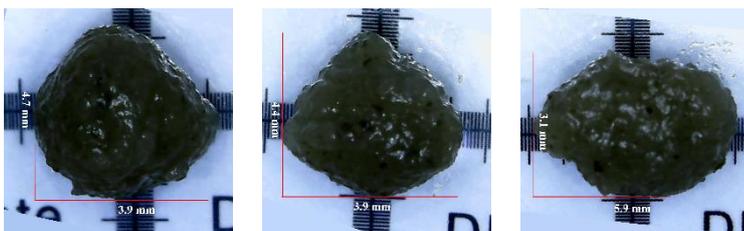
Cellulose beads 120 menit



Cellulose beads 150 menit

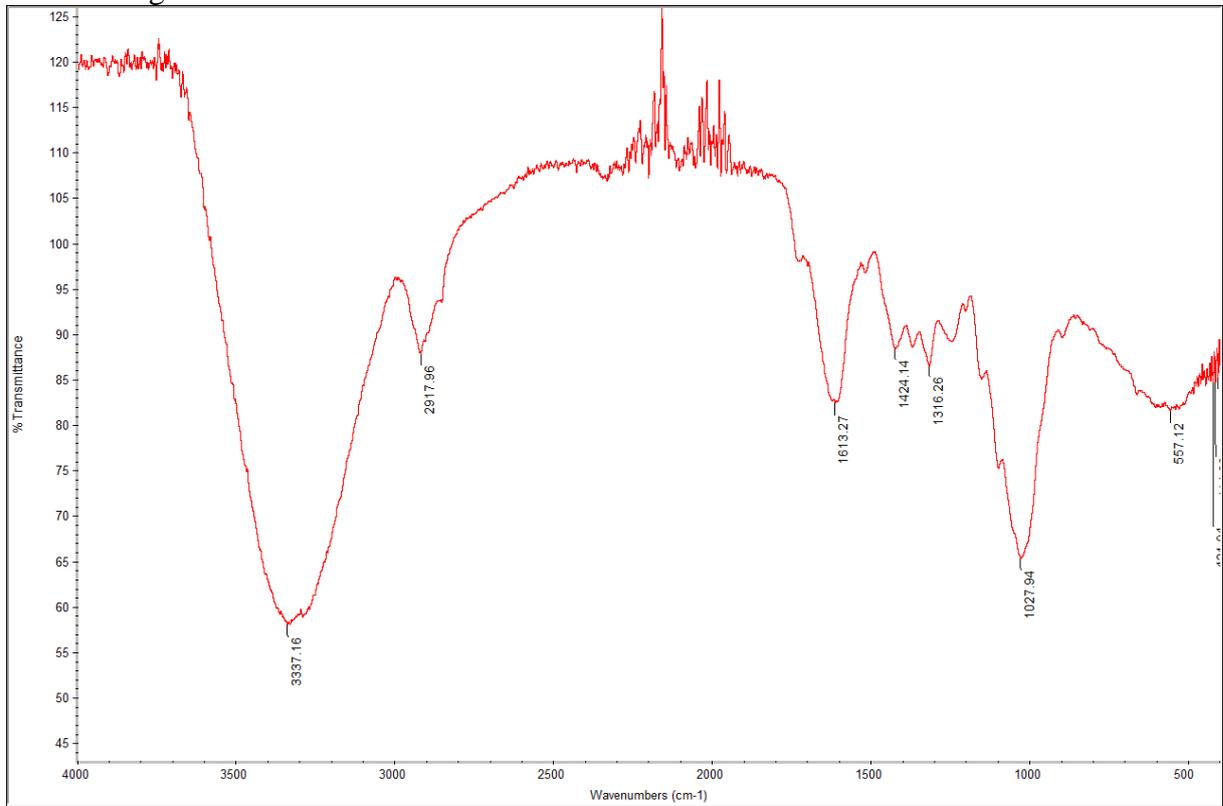


Cellulose beads 180 menit

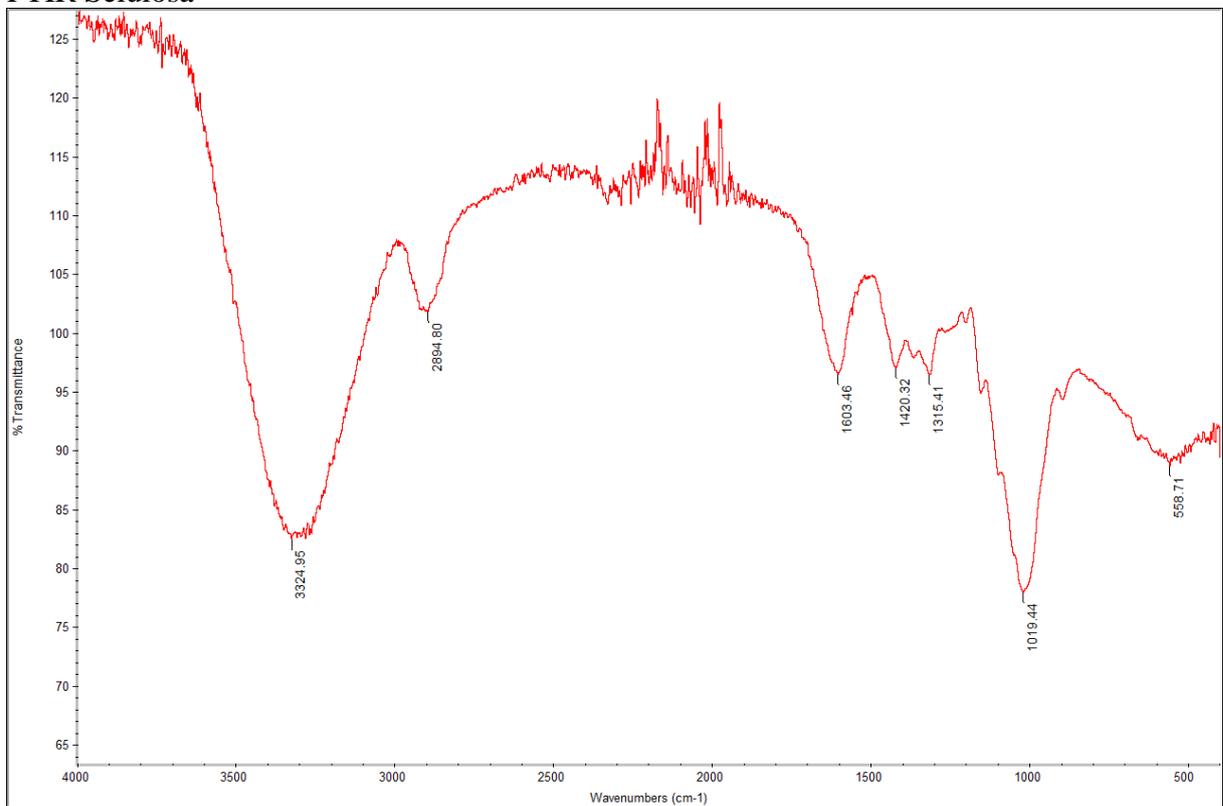


Lampiran 3 : Hasil FTIR

FTIR Eceng Gondok

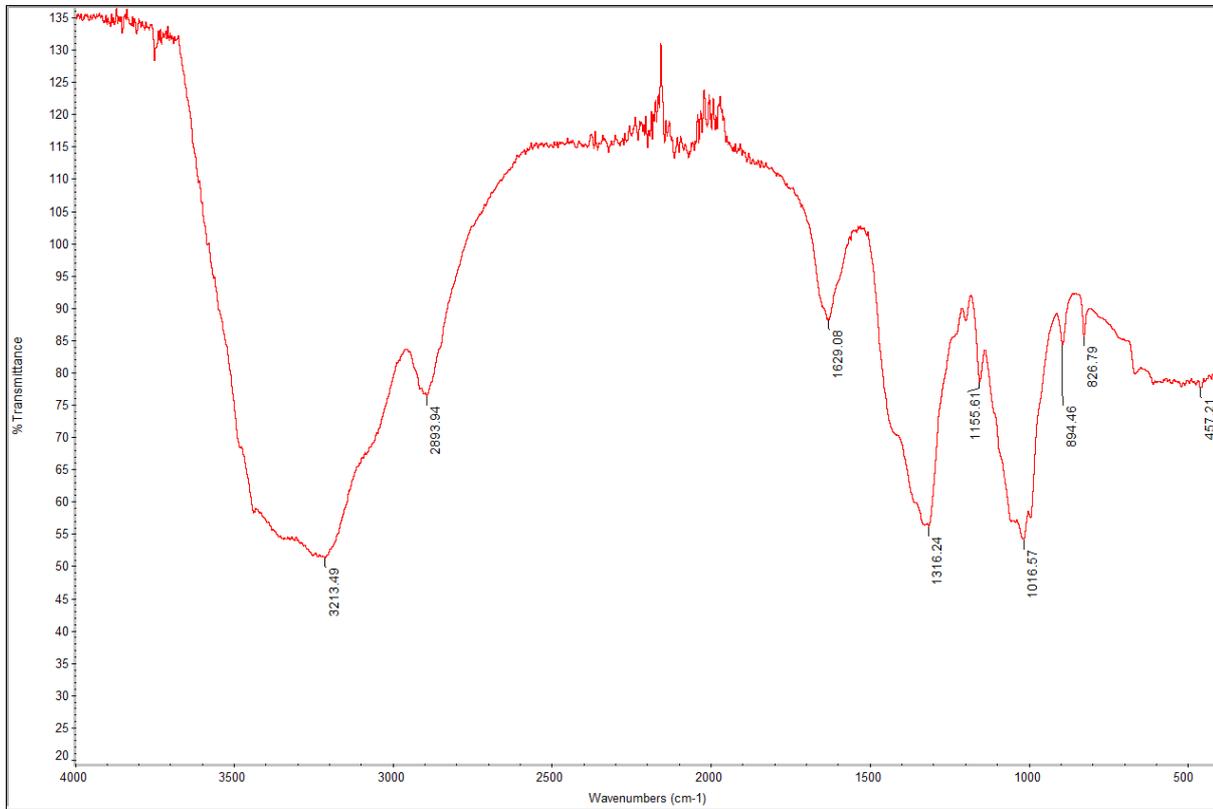


FTIR Selulosa

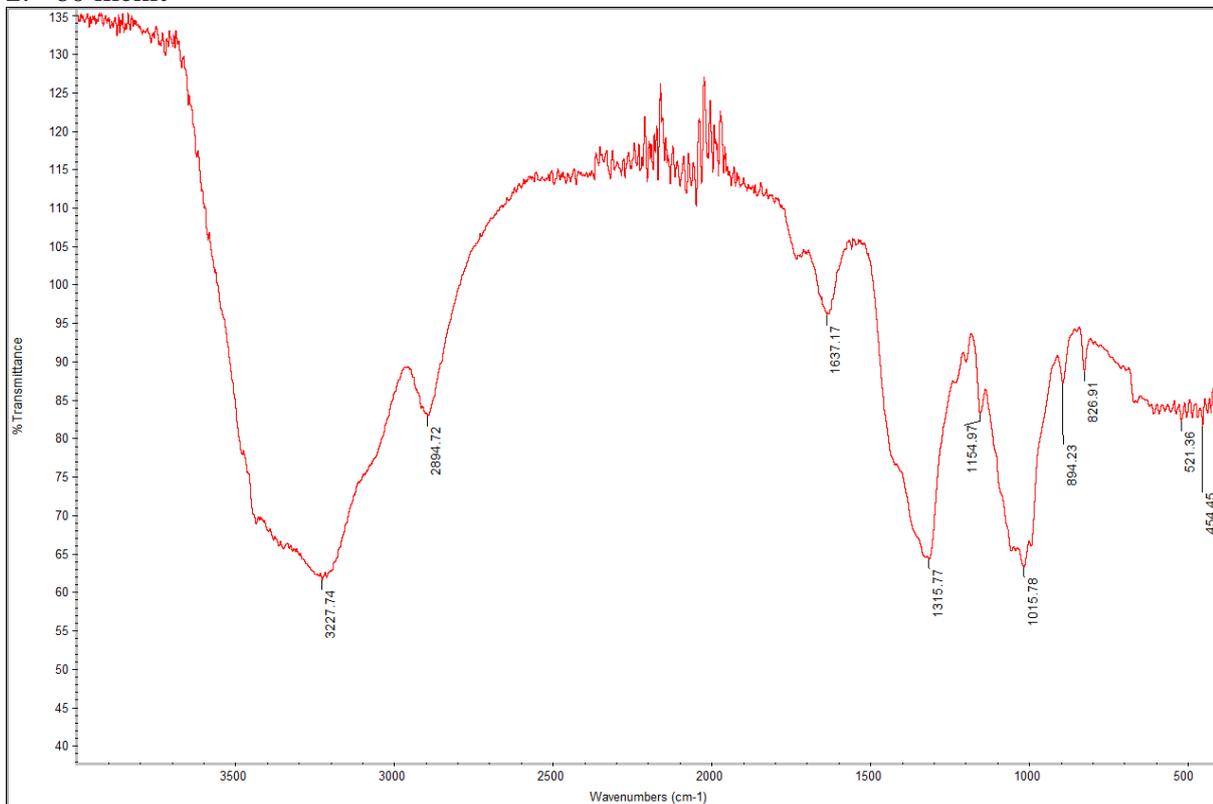


FTIR Cellulose beads

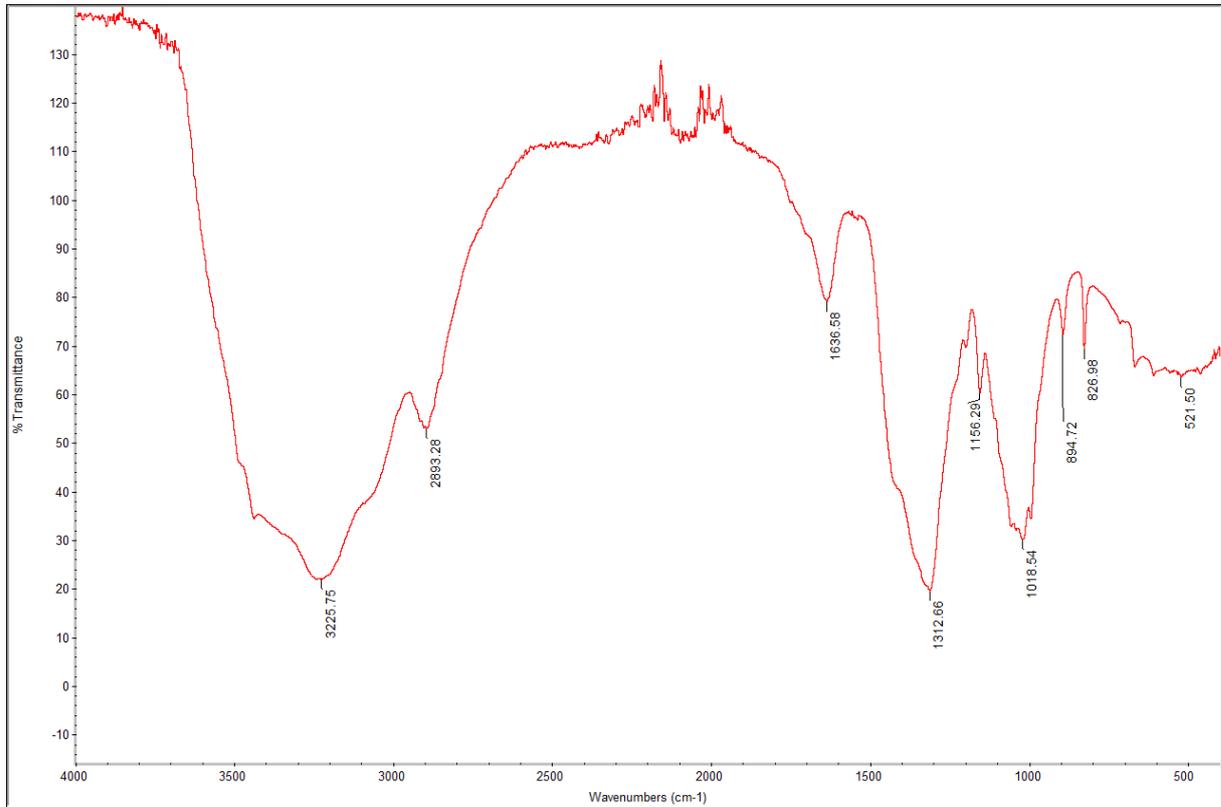
1. 30 menit



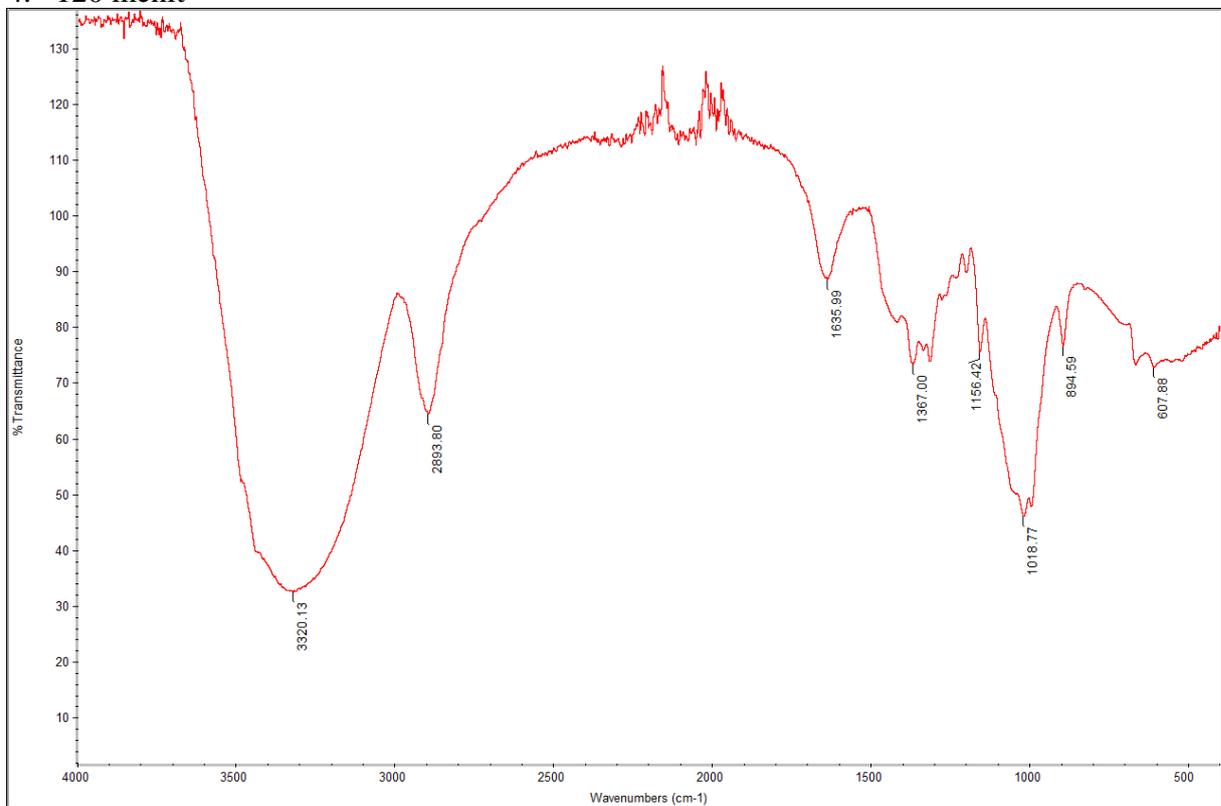
2. 60 menit



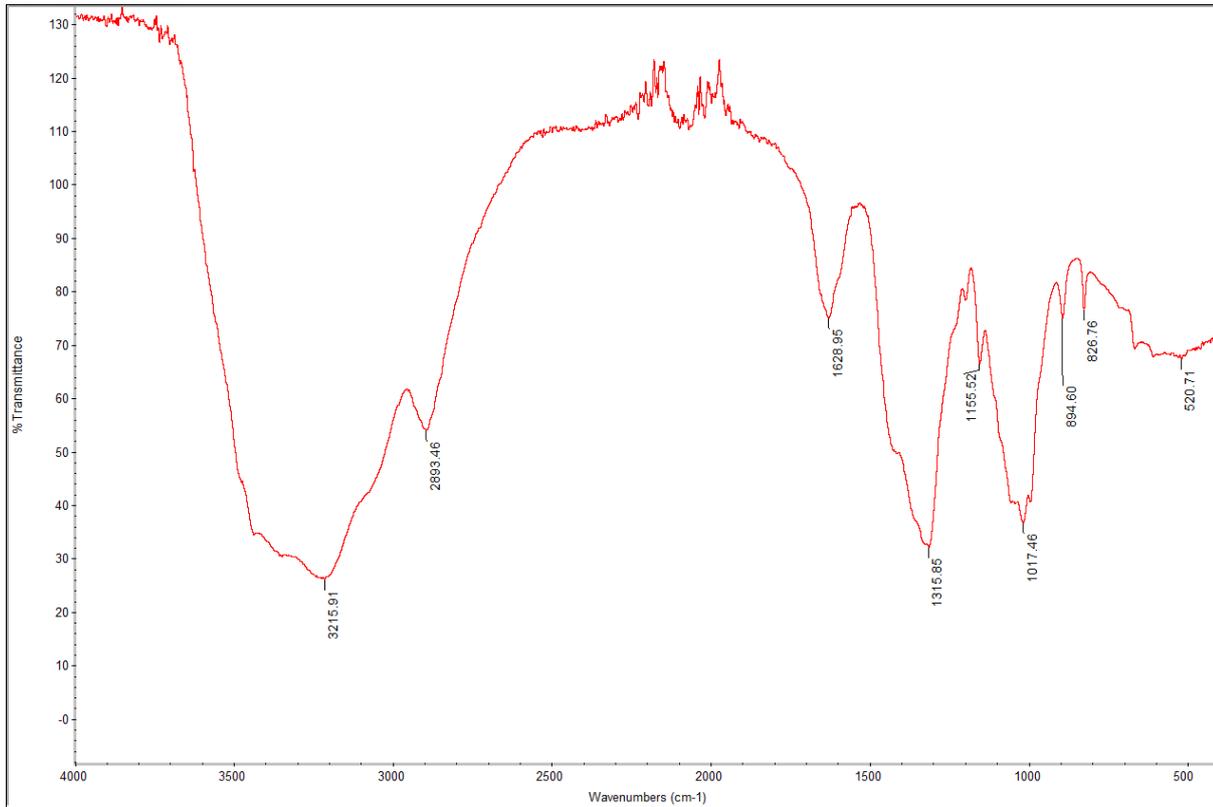
3. 90 menit



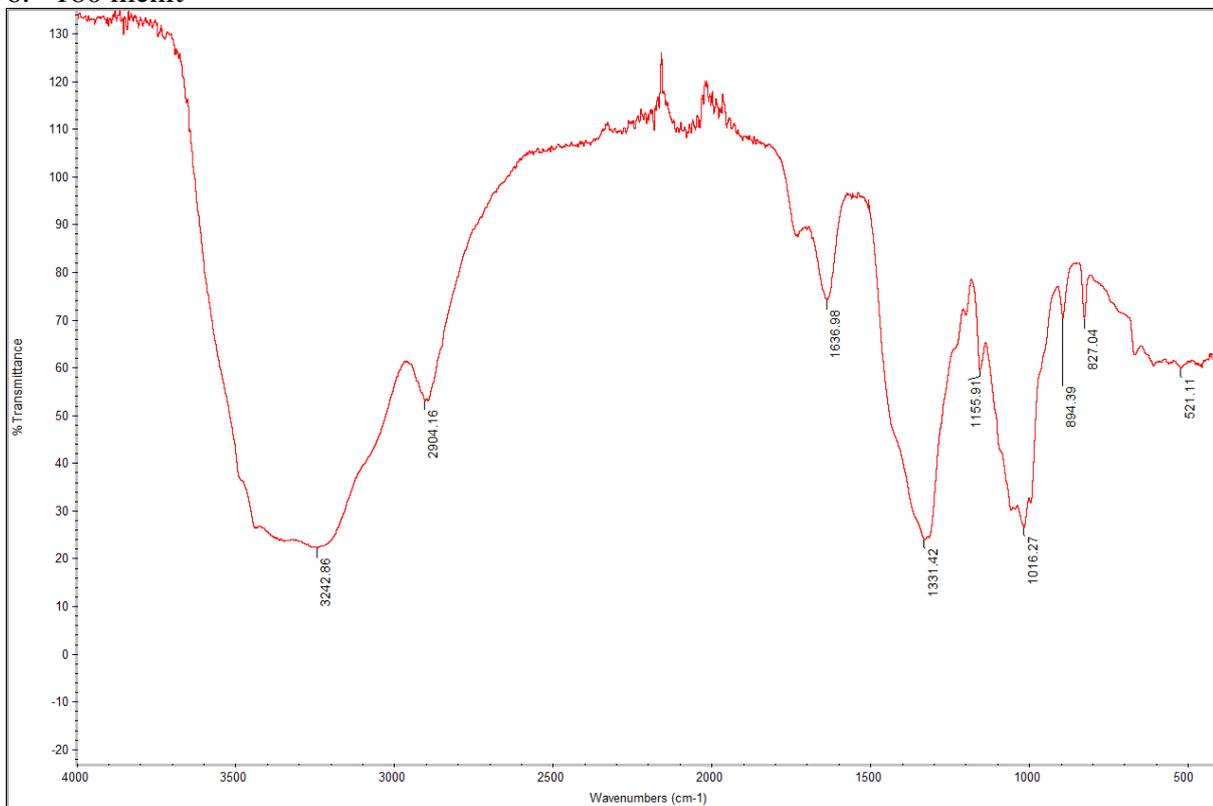
4. 120 menit



5. 150 menit

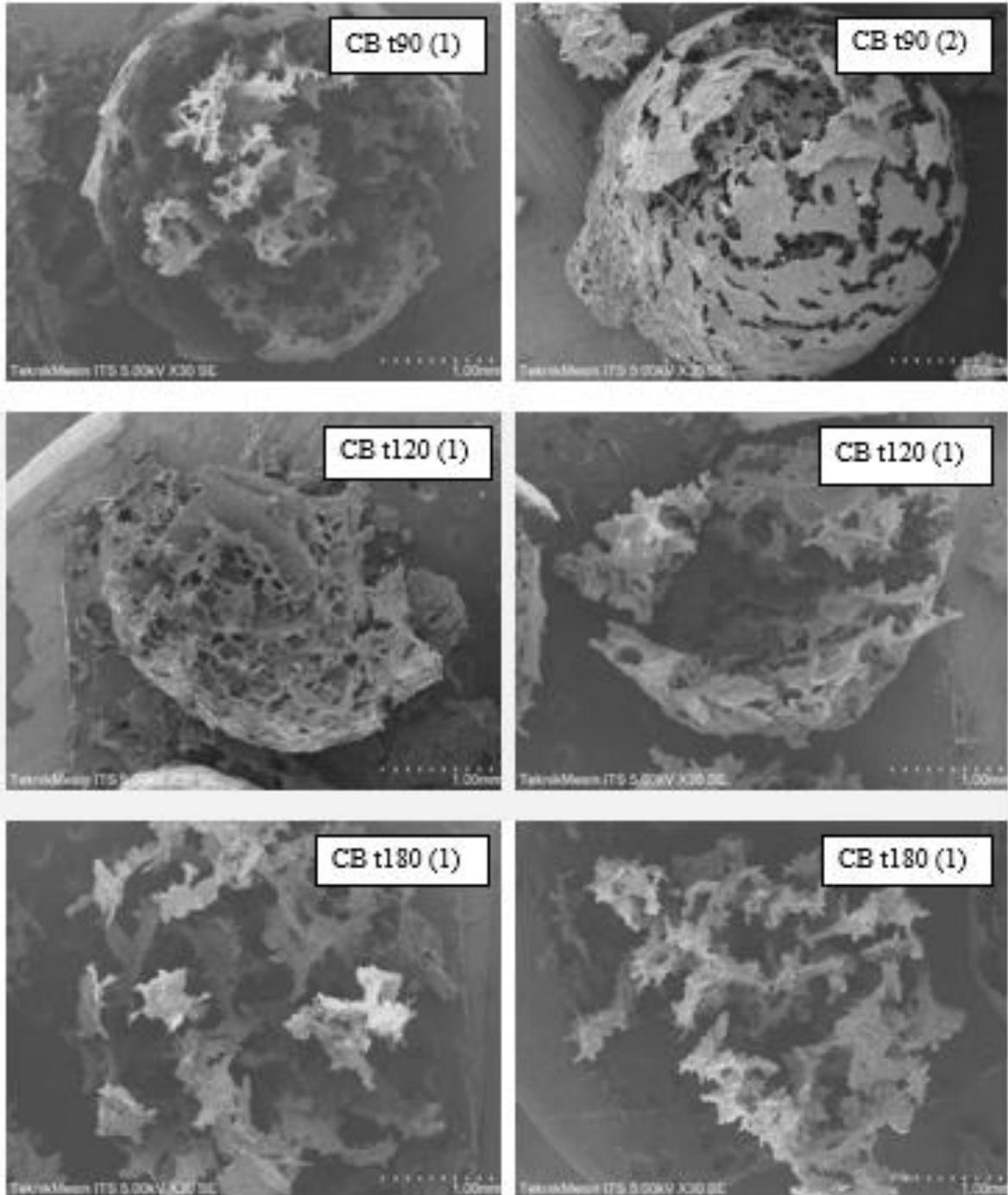


6. 180 menit

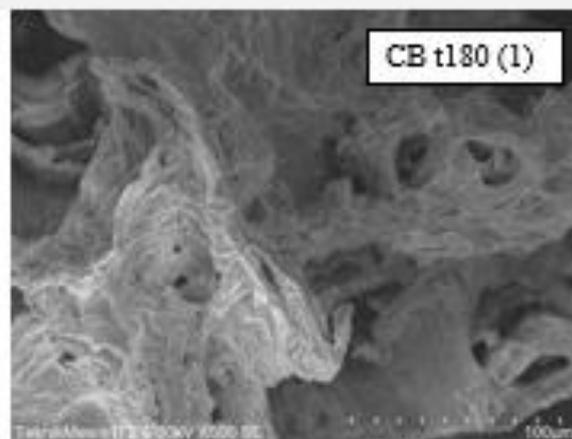
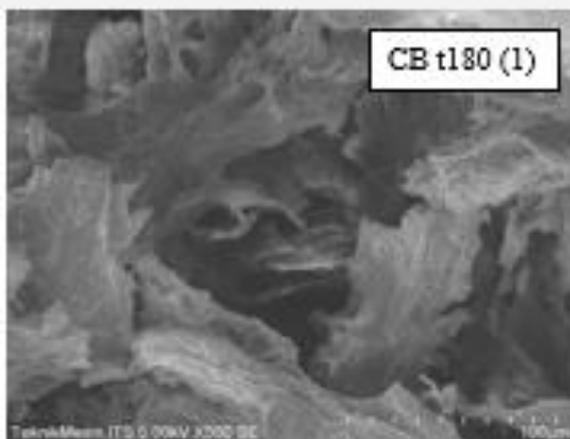
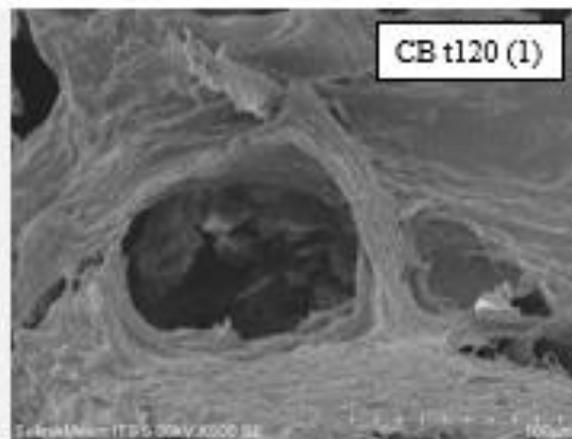
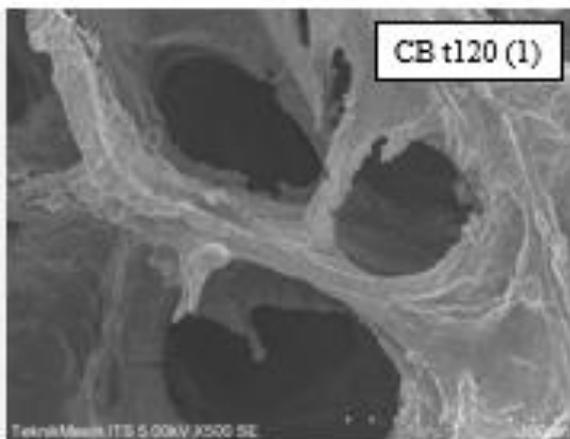
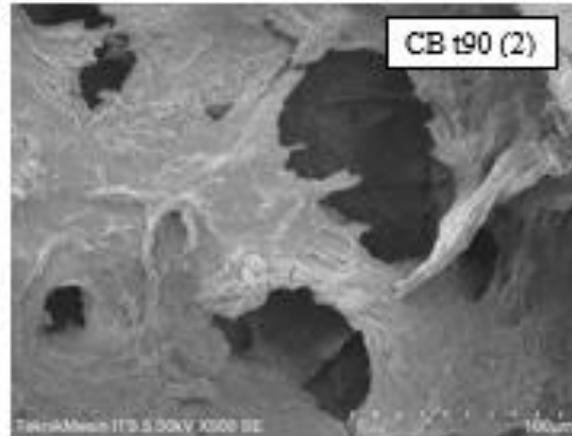
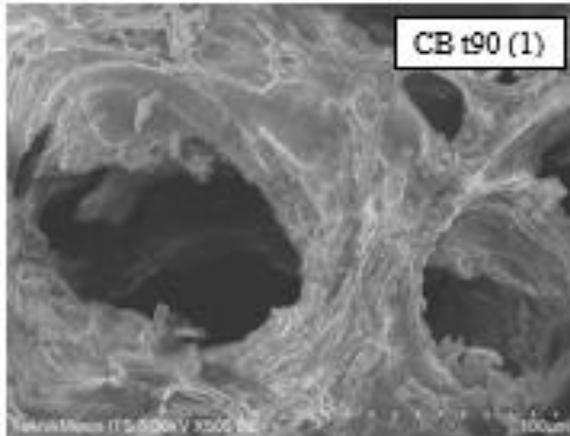


Lampiran 4 : Hasil SEM

Perbesaran 30x



Perbesaran 500x



UCAPAN TERIMA KASIH

Alhamdulillah, segala puji hanya milik Allah SWT. Berkat rahmat dan berkah-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan tugas akhir ini. Penelitian ini dapat terselesaikan dengan baik dan lancar semata-mata tidak hanya usaha penulis sendiri, melainkan bantuan tulus dan ikhlas dari berbagai pihak. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kedua orang tua, mamayun, terima kasih untuk menjaga, menyayangi, mendidik dan membimbing serta selalu mendoakan penulis, papa cimi terima kasih untuk *support* , kerja keras dan pengorbanan serta doa tiada henti. Gelar Sarjana Teknik ini penulis persembahkan untuk kalian.
2. Adik, ibiyah, yang selalu mendoakan dan memberikan motivasi selama pengerjaan Tugas Akhir ini.
3. Seluruh dosen dan karyawan Departemen Teknik Material dan Metalurgi FT-IRS ITS, terutama Ibu Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc., yang telah banyak membantu penulis dalam penelitian Tugas Akhir ini.
4. Salsa Zulfa Aurelia sebagai *partner* , sahabat, dan sisteur yang tidak henti-hentinya memberikan *support* baik kehidupan dan pengerjaan penelitian Tugas Akhir ini.
5. Anggota Laboratorium Inovasi Material, khususnya teman-teman ‘The Scientist’; Salsa, Dindra, Adelina, Makaarim, Cemong, dan Aziz yang selalu menemani pada saat beraktivitas di laboratorium.
6. Teman-teman CMC (Dindra, Erika, Juli, Lehonnita, Sisca) yang selalu ada dan menemani selama penulis menempuh lika-liku kehidupan perkuliahan di ITS, termasuk saat penulis mengerjakan Tugas Akhir ini.
7. Arman Khumaidi, *support system* yang selalu memberikan motivasi agar Tugas Akhir dapat selesai tepat waktu.
8. Delaniera Yasin, sahabat penulis yang selalu mendengarkan cerita penulis tentang Tugas Akhir dan memberikan *support* saat penulis mengalami kesulitan.

Semoga proses dan laporan ini bisa menjadi manfaat bagi penulis, pembaca, dan semua yang membutuhkan

Surabaya, 25 Juli 2022
Penulis

Intan Fikriyah L. A

BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Intan Fikriyah Lathifah Anwar. Lahir di Surabaya pada tanggal 26 Maret 2001. Penulis merupakan anak pertama dari dua bersaudara. Bertempat tinggal dan tumbuh besar di Surabaya, Jawa Timur. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu SD Islam Luqman Al-Hakim tahun 2006-2012, SMP Negeri 19 Surabaya tahun 2012-2015, SMA Muhammadiyah 2 Surabaya tahun 2015-2018. Pada tahun 2018, penulis melanjutkan studi di Departemen Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya. Selama menempuh masa perkuliahan, penulis aktif di berbagai kegiatan non-akademik atau organisasi, seperti menjadi Staf Pengembangan Organisasi BEM ITS 2020/2021, Koordinator Akomodasi dan Transportasi Silver Prade VII, Anggota KPU ITS 2020, dan Kepala Biro Pelatihan *Basic Student Resource Development* Himpunan Mahasiswa Teknik Material dan Metalurgi 2021. Penulis mempunyai pengalaman Kerja Praktik pada bidang manufaktur di PT.Petrokimia Gresik dan mempunyai pengalaman Magang pada bidang manufaktur di PDAM Surya Sembada Kota Surabaya. Untuk menyelesaikan Pendidikan S1, penulis mengambil topik tugas akhir pada bidang Material Inovatif yang terfokus pada Sintesis Selulosa menjadi *Cellulose Beads*. Penulis dapat dihubungi melalui email intanfla26@gmail.com serta pada nomor telepon +6281216032337.