

**TUGAS AKHIR – TL184834**

**STUDI PENGARUH VARIASI JUMLAH SELULOSA DAN  
KONSENTRASI LARUTAN KOAGULAN PADA PROSES  
SINTESIS *CELLULOSE BEADS* DARI ECENG GONDOK**

**SALSA ZULFA AURELIA**  
NRP. 02511840000068

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 JUMLAH SELULOSA DAN  
KONSENTRASI LARUTAN KOAGULAN PADA PROSES  
SINTESIS *CELLULOSE BEADS* DARI ECENG GONDOK**

**SALSA ZULFA AURELIA**  
NRP. 0251184000068

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**

**EFFECT STUDY OF VARIATION CELLULOSE AMOUNT  
AND COAGULANT SOLUTION CONCENTRATION ON THE  
CELLULOSE BEADS SYNTHESIS PROCESS FROM WATER  
HYACINTH**

**SALSA ZULFA AURELIA**  
NRP. 02511840000068

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 JUMLAH SELULOSA DAN KONSENTRASI LARUTAN KOAGULAN 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 : **SALSA ZULFA AURELIA**  
NRP. 0251184000068

*(magnonolib utiqtaq an mamah)*

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir :

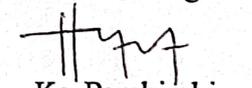
1. Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc.

2. Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc.

3. Sutarsis, S.T., M.Sc.

4. Azzah Dyah Pramata, S.T., M.T., M.Eng., Ph.D.

  
Pembimbing

  
Ko-Pembimbing

  
Penguji

  
Penguji



**SURABAYA**  
Juli, 2022

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## APPROVAL SHEET

### EFFECT STUDY OF VARIATION CELLULOSE AMOUNT AND COAGULANT SOLUTION CONCENTRATION ON THE CELLULOSE BEADS SYNTHESIS PROCESS FROM WATER HYACINTH

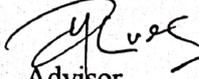
#### FINAL PROJECT

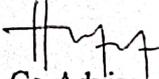
Submitted to fulfill one of the requirements  
for obtaining a degree of bachelor of engineering at  
Undergraduate Study Program of Materials Engineering  
Department of Materials and Metallurgical Engineering  
Faculty of Industrial Technology and Systems Engineering  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

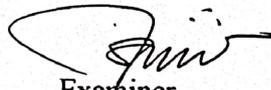
By : **SALSA ZULFA AURELIA**  
NRP. 0251184000068

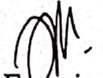
Approved by Final Project Examiner Team :

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

  
Advisor

  
Co-Advisor

  
Examiner

  
Examiner



*(This page is intentionally blank)*

## PERNYATAAN ORISINALITAS

Yang bertanda tangan di bawah ini:

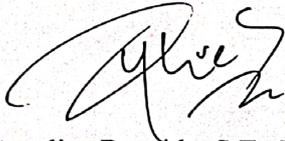
Nama mahasiswa/NRP : Salsa Zulfa Aurelia / 0251184000068  
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS  
Dosen Pembimbing/NIP : Amaliya Rasyida, S.T, M.Sc. / 198707072018032001

Dengan ini menyatakan bahwa Tugas Akhir dengan judul “STUDI PENGARUH VARIASI JUMLAH SELULOSA DAN KONSENTRASI LARUTAN KOAGULAN 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, 14 Juli 2022

Mengetahui  
Dosen Pembimbing



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

Mahasiswa



(Salsa Zulfa Aurelia)  
NRP. 0251184000068

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## STATEMENT OF ORIGINALITY

The undersigned below:

Name of student/NRP : Salsa Zulfa Aurelia / 02511840000068  
Departement : Materials and Metallurgical Engineering  
Advisor/NIP : Amaliya Rasyida, S.T, M.Sc. / 198707072018032001

Hereby declare that the Final Project with the title of "EFFECT STUDY OF VARIATION CELLULOSE AMOUNT AND COAGULANT SOLUTION CONCENTRATION ON THE CELLULOSE BEADS SYNTHESIS PROCESS 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, 14 Juli 2022

Acknowledged  
Advisor

Student



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



(Salsa Zulfa Aurelia)  
NRP. 02511840000068

*(This page is intentionally blank)*

# STUDI PENGARUH VARIASI JUMLAH SELULOSA DAN KONSENTRASI LARUTAN KOAGULAN PADA PROSES SINTESIS *CELLULOSE BEADS* DARI ECENG GONDOK

Nama Mahasiswa / NRP : Salsa Zulfa Aurelia / 0251184000068  
Departemen : Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS  
Dosen Pembimbing : Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc.  
Dosen Pembimbing 2 : Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc

## Abstrak

Tanaman eceng gondok merupakan gulma perairan yang dapat mengganggu ekosistem air. Disisi lain, eceng gondok memiliki kandungan selulosa yang cukup tinggi, yang berpotensi untuk pemanfaatan aplikasi tingkat lanjut yang ramah lingkungan, seperti pembuatan menjadi *cellulose beads*. Dalam penelitian ini, ekstraksi selulosa eceng gondok dilakukan dengan dua tahap yaitu proses delignifikasi dan proses *bleaching*. Hasil ekstraksi selulosa eceng gondok dijadikan sebagai bahan komposisi pembuatan *cellulose beads*. Sintesis *cellulose beads* menggunakan pelarut NaOH-urea-air dan menggunakan metode *dropping* dengan variasi jumlah selulosa sebesar 5 dan 7 wt%. Selain itu, larutan koagulan yang digunakan adalah asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) dengan konsentrasi yang berbeda sebesar 4, 6, dan 8 M. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menganalisa pengaruh variasi jumlah selulosa dan konsentrasi larutan koagulan terhadap morfologi, porositas, dan kapasitas *swelling* pada *cellulose beads*. Pada penelitian ini dilakukan beberapa karakterisasi, antara lain pengujian FTIR dan pengujian XRD untuk menganalisa struktur selulosa eceng gondok, SEM dan mikroskop optik digunakan untuk melihat morfologi *cellulose beads* dan pengujian kapasitas *swelling cellulose beads*. Dari hasil karakterisasi SEM dan mikroskop optik didapatkan bahwa *cellulose beads* memiliki permukaan yang kasar, ukuran dengan diameter 3,7 – 4,28 mm dan berat sebesar 0,03 – 0,052 gram. Penambahan jumlah selulosa menyebabkan bentuk *cellulose beads* seperti tetesan air (*teardrop*). Penambahan konsentrasi koagulan dan jumlah selulosa dapat menurunkan luasan porositas. Variasi jumlah selulosa 5% dengan konsentrasi koagulan 6 M memiliki daya *swelling* terbesar yaitu  $12,53\% \pm 0,0078$  dan sesuai dengan hasil pengujian FTIR karena gugus OH pada *beads* dengan intensitas yang tinggi akan menghasilkan daya *swelling* yang tinggi juga.

**Kata Kunci:** *Asam Nitrat, Cellulose Beads, Eceng Gondok, Koagulan, Selulosa*

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

# EFFECT STUDY OF VARIATION CELLULOSE AMOUNT AND COAGULANT SOLUTION CONCENTRATION ON THE CELLULOSE BEADS SYNTHESIS PROCESS FROM WATER HYACINTH

**Student Name / NRP** : Salsa Zulfa Aurelia / 0251184000068  
**Departement** : Materials and Metallurgical Engineering FTIRS-ITS  
**Advisor** : Amaliya Rasyida, S.T., M.Sc.  
**Co-Advisor** : Dr. Eng. Hosta Ardhyanta, S.T., M.Sc.

## Abstract

Water hyacinth is an aquatic weed that can disrupt the air ecosystem. Due to high cellulose content, water hyacinth can be used for advanced uses that are environmentally friendly, such as making cellulose beads. In this study, water hyacinth cellulose extraction was carried out in two stages, namely the delignification process and the bleaching process. The results of water hyacinth cellulose extraction are used as ingredients for the composition of cellulose beads. The synthesis of cellulose beads used NaOH-urea-water as a solvent and the reduction method with variations in the amount of cellulose by 5 and 7 wt%. In addition, the coagulant solution used was nitric acid (HNO<sub>3</sub>) with different concentrations of 4, 6, and 8 M. The purpose of this study was to analyze the effect of variations in the amount of cellulose and the concentration of coagulant solution on the morphology, porosity, and swelling capacity of cellulose beads. In this study, several characterizations were carried out, including FTIR testing and XRD testing to analyze the structure of water hyacinth cellulose, SEM and an optical microscope were used to see the morphology of cellulose beads and test the swelling capacity of cellulose beads. From the results of SEM characterization and optical microscopy, it was found that the cellulose beads had a rough surface, with a diameter of 3.7 – 4.28 mm and a weight of 0.03 – 0.052 grams. The addition of the amount of cellulose causes cellulose granules to form like teardrop. The addition of coagulant concentration and the amount of cellulose can reduce the porosity area. The variation in the amount of cellulose 5% with a coagulant concentration of 6 M has the largest swelling power of 12.53% ± 0,0078 and is in accordance with the results of the FTIR test because the OH group on the beads with high intensity will also produce high swelling power.

**Keywords:** *Cellulose, Cellulose Beads, Coagulants, Nitric Acid, Water Hyacinth*

*(This page is intentionally blank)*

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	<b>i</b>
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	<b>v</b>
<b>APPROVAL SHEET</b> .....	<b>vii</b>
<b>STATEMENT OF ORIGINALITY</b> .....	<b>xi</b>
<b>Abstrak</b> .....	<b>xiii</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>xv</b>
<b>DAFTAR ISI</b> .....	<b>xvii</b>
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	<b>xix</b>
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	<b>xxi</b>
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Perumusan Masalah .....	2
1.3 Batasan Masalah .....	2
1.4 Tujuan Penelitian .....	2
1.5 Manfaat Penelitian .....	2
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	<b>3</b>
2.1 Eceng Gondok .....	3
2.1.1 Komposisi Kimia Eceng Gondok .....	4
2.2 Sintesis Selulosa .....	9
2.3 <i>Cellulose Beads</i> .....	11
2.3.1 Sintesis <i>Cellulose Beads</i> .....	12
2.4 Penelitian Sebelumnya .....	15
2.4.1 Sintesis Selulosa Eceng Gondok .....	15
2.4.2 Sintesis <i>Cellulose Beads</i> .....	22
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	<b>31</b>
3.1 Diagram Alir .....	31
3.2 Alat Penelitian .....	34
3.3 Metode Penelitian .....	34
3.4 Pengujian .....	37
3.4.1 Metode Sintesis Selulosa Eceng Gondok .....	37
3.4.2 Metode Sintesis <i>Cellulose Beads</i> .....	38
3.5 Pengujian .....	39
3.5.1 Pengujian <i>Functional Groups with Fourier Transform Infrared (FTIR)</i> .....	39
3.5.2 Pengujian <i>X-Ray Diffractometer (XRD)</i> .....	40
3.5.3 Pengujian <i>Scanning Electron Microscope (SEM)</i> .....	40
3.5.4 Pengujian <i>Swelling Capacity</i> .....	41
3.6 Rancangan Penelitian .....	41
<b>BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN</b> .....	<b>43</b>
4.1 Ekstraksi Selulosa Batang Eceng Gondok .....	43
4.2 Pembuatan <i>Beads</i> Selulosa Eceng Gondok .....	44
4.3 Hasil Pengamatan Visual .....	45
4.4 Analisa XRD ( <i>X-Ray Diffractometer</i> ) .....	47
4.5 Analisa FTIR ( <i>Fourier-Transform Infrared Spectroscopy</i> ) .....	48
4.6 Karakterisasi dengan Mikroskop Optik .....	51
4.7 Analisa SEM ( <i>Scanning Electro Microscopy</i> ) .....	52
4.8 Analisa <i>Swelling Capacity</i> .....	56
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN</b> .....	<b>57</b>

5.1 Kesimpulan .....	57
5.2 Saran.....	57
<b>DAFTAR PUSTAKA.....</b>	<b>59</b>
<b>LAMPIRAN.....</b>	<b>63</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>69</b>
<b>BIODATA PENULIS.....</b>	<b>71</b>

## DAFTAR GAMBAR

<b>Gambar 2.1</b>	Tanaman eceng gondok .....	3
<b>Gambar 2.2</b>	Struktur selulosa .....	5
<b>Gambar 2.3</b>	Skema ikatan molekuler dan antarmolekuler hidrogen dalam selulosa.....	5
<b>Gambar 2.4</b>	Struktur molekuler selulosa dengan gugus ujung molekuler yang bersifat pereduksi dengan gugus hemiasetal pada C <sub>1</sub> dan gugus ujung molekuler yang bersifat nonpereduksi dengan hidroksil bebas pada C <sub>4</sub> .....	6
<b>Gambar 2.5</b>	Komponen hemiselulosa .....	8
<b>Gambar 2.6</b>	Struktur lignin.....	9
<b>Gambar 2.7</b>	Mekanisme pemutusan ikatan lignoselulosa menggunakan NaOH .....	10
<b>Gambar 2.8</b>	Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa oleh nukleofil OH .....	10
<b>Gambar 2.9</b>	<i>Cellulose beads</i> .....	11
<b>Gambar 2.10</b>	Sintesis <i>cellulose beads</i> .....	13
<b>Gambar 2.11</b>	Proses pelarutan selulosa dan pembentukan <i>beads</i> .....	14
<b>Gambar 2.12</b>	<i>Milestone</i> penelitian sebelumnya tentang sintesis selulosa eceng gondok.....	15
<b>Gambar 2.13</b>	FTIR eceng gondok .....	16
<b>Gambar 2.14</b>	FTIR selulosa.....	17
<b>Gambar 2.15</b>	Perbandingan uji XRD selulosa dan alkali selulosa .....	17
<b>Gambar 2.16</b>	Spektrum FTIR dari (a) <i>untreated</i> serat eceng gondok, (b) <i>HCl-treated</i> , (c) <i>NaOH-treated</i> , (d) <i>NaClO-treated</i> , dan (e) <i>NaClO-NaOH-NaClO-treated</i> . .....	18
<b>Gambar 2.17</b>	Profil spektra FTIR EG (a) sebelum dan (b) sesudah perlakuan. Representasi puncak-puncak A – G.....	19
<b>Gambar 2.18</b>	Penampang morfologis serat EG sebelum dan sesudah perlakuan hasil pengamatan dengan SEM: (a) material awal serat EG dengan perbesaran 5× dan (b) 500×, (c) selulosa EG perbesaran 5× dan (d) 500×. ....	20
<b>Gambar 2.19</b>	Grafik Perbandingan Hasil FTIR pada Setiap Sampel Uji .....	21
<b>Gambar 2.20</b>	Spektrum analisis FTIR residu dengan NaOH 4% dan NaClO <sub>2</sub> 3% .....	22
<b>Gambar 2.21</b>	Hasil analisis HPLC .....	22
<b>Gambar 2.22</b>	<i>Milestone</i> penelitian sebelumnya tentang sintesis <i>cellulose beads</i> .....	23
<b>Gambar 2.23</b>	<i>Cellulose beads</i> basah dengan bermacam-macam bentuk.....	23
<b>Gambar 2.24</b>	Pengaruh (A) suhu, (B) konsentrasi asam, dan (C) konsentrasi selulosa terhadap volume (Δ, ▲), berat (▼, ▽), sirkulitas (○, ●) and porositas (■, □). .....	25
<b>Gambar 2.25</b>	Distribusi ukuran pori (a) dan (b) rasio pengembangan butiran selulosa dengan rentang diameter yang berbeda. ....	26
<b>Gambar 2.26</b>	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). penampakan <i>cellulose beads</i> . .....	27
<b>Gambar 2.27</b>	Penampang <i>beads</i> selulosa dengan adanya (a) 0, (b) 35, (c) 58, (d) 70 dan (e) 80% CaCl <sub>2</sub> .....	28
<b>Gambar 2.28</b>	Kapasitas adsorpsi metilen biru oleh <i>beads</i> selulosa (a);kemampuan penyerapan air dari <i>beads</i> selulosa (b);foto optik <i>beads</i> selulosa setelah pembengkakan (c).....	29
<b>Gambar 3.1</b>	Diagram alir penelitian .....	31
<b>Gambar 3.2</b>	Diagram alir sintesis selulosa eceng gondok.....	32

<b>Gambar 3.3</b>	Diagram alir <i>cellulose beads</i> .....	33
<b>Gambar 3.4</b>	Tanaman eceng gondok di sekitar kampus ITS. ....	35
<b>Gambar 3.5</b>	Natrium hidroksida. ....	35
<b>Gambar 3.6</b>	Natrium Klorit.....	36
<b>Gambar 3.7</b>	Urea.....	36
<b>Gambar 3.8</b>	Bentuk fisik (a) batang eceng gondok yang telah kering dan dihaluskan (b) lindi hitam hasil delignifikasi (c) ekstrak selulosa hasil delignifikasi .....	37
<b>Gambar 3.9</b>	Hasil (a) filtrat dan (b) residu proses <i>bleaching</i> .....	37
<b>Gambar 3.10</b>	(a) pembuatan <i>beads</i> dengan metode <i>dropping</i> , (b) pendiaman <i>beads</i> di larutan HNO <sub>3</sub> , (c) penyimpanan <i>beads</i> dalam aquades.....	38
<b>Gambar 3.11</b>	Alat FTIR.....	39
<b>Gambar 3.12</b>	Alat XRD .....	40
<b>Gambar 3.13</b>	Alat SEM.....	41
<b>Gambar 4.1</b>	Filtrat ekstraksi dengan larutan NaOH 4% dan NaClO <sub>2</sub> 3% .....	43
<b>Gambar 4.2</b>	Serbuk selulosa eceng gondok .....	44
<b>Gambar 4.3</b>	Pembuatan <i>beads</i> dengan metode <i>dropping</i> .....	45
<b>Gambar 4.4</b>	Hasil visual <i>cellulose beads</i> dengan variasi jumlah selulosa dan konsentrasi larutan koagulan.....	46
<b>Gambar 4.5</b>	Hasil visual <i>cellulose beads</i> dengan variasi jumlah selulosa.....	46
<b>Gambar 4.6</b>	Difraktogram sampel selulosa eceng gondok .....	47
<b>Gambar 4.7</b>	Hasil analisa FTIR eceng gondok, selulosa eceng gondok, dan <i>cellulose beads</i> .....	48
<b>Gambar 4.8</b>	Hasil analisa FTIR CB S5 terhadap variasi konsentrasi larutan koagulan (HNO <sub>3</sub> ).....	50
<b>Gambar 4.9</b>	Hasil analisa FTIR <i>cellulose beads</i> dengan konsentrasi larutan koagulan 6 M terhadap variasi jumlah selulosa.....	50
<b>Gambar 4.10</b>	Hasil mikroskop optik tiap variasi .....	51
<b>Gambar 4.11</b>	Hasil <i>freeze dry cellulose beads</i> .....	53
<b>Gambar 4.12</b>	Hasil pengujian SEM CB S7/HNO <sub>3</sub> 6 pada perbesaran (a) 30x, (b) 500x, (c) 1000x, dan (d) 5000x.....	53
<b>Gambar 4.13</b>	Hasil pengujian SEM CB S7/HNO <sub>3</sub> 6 pada perbesaran 30x.....	54
<b>Gambar 4.14</b>	(1) Hasil pengujian SEM CB S5 pada perbesaran 500x; (2) Hasil identifikasi area pori melalui <i>software</i> ImageJ .....	54
<b>Gambar 4.15</b>	(1) Hasil pengujian SEM CB S7 pada perbesaran 500x; (2) Hasil identifikasi area pori melalui <i>software</i> ImageJ .....	55

## DAFTAR TABEL

<b>Tabel 2.1</b>	Karakteristik serat tanaman eceng gondok.....	3
<b>Tabel 2.2</b>	Kandungan kimia eceng gondok kering .....	4
<b>Tabel 2.3</b>	Komposisi kimia serat eceng gondok dibandingkan dengan beberapa jenis serat (wt%).....	4
<b>Tabel 2.4</b>	Besaran energi ikatan antarmolekul .....	6
<b>Tabel 2.5</b>	Serapan gugus fungsi selulosa dari profil FTIR .....	6
<b>Tabel 2.6</b>	Karakteristik <i>cellulose beads</i> .....	12
<b>Tabel 3.1</b>	Rancangan sampel beserta komposisi dan pengujiannya.....	42
<b>Tabel 4.1</b>	Berat serbuk selulosa eceng gondok.....	44
<b>Tabel 4.2</b>	Berat rata-rata <i>cellulose beads</i> .....	46
<b>Tabel 4.3</b>	Data bilangan gelombang serbuk eceng gondok, hasil selulosa, dan <i>cellulose beads</i> .....	49
<b>Tabel 4.4</b>	Gugus fungsi selulosa eceng gondok.....	49
<b>Tabel 4.5</b>	Pengukuran panjang diameter <i>cellulose beads</i> .....	52
<b>Tabel 4.6</b>	Persentase luas pori <i>cellulose beads</i> dengan variasi jumlah selulosa.....	55
<b>Tabel 4.7</b>	Persentase luas pori <i>cellulose beads</i> dengan variasi konsentrasi larutan koagulan .....	55
<b>Tabel 4.8</b>	<i>Swelling capacity cellulose beads</i> dengan variasi jumlah selulosa .....	56
<b>Tabel 4.9</b>	<i>Swelling capacity cellulose beads</i> dengan variasi konsentrasi larutan koagulan .....	56
<b>Tabel 4.10</b>	Perbandingan karakteristik <i>cellulose beads</i> .....	56

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

# BAB I PENDAHULUAN

## 1.1 Latar Belakang

Indonesia sebagai Negara dengan keanekaragaman hayati yang luas memiliki kekayaan alam yang dapat diolah lebih lanjut. Salah satunya adalah kekayaan akan serat alam yang tersusun dari selulosa (serat selulosa). Karakteristik serat selulosa antara lain muncul karena adanya struktur kristalin dan amorf serta bersifat *hydrophilic* (suka air) dan *biodegradability*. Salah satunya adalah tanaman eceng gondok (*Eichornia crassipes*). Tanaman Eceng Gondok (*Eichornia crassipes*) bukan merupakan tanaman asli Indonesia, namun saat ini sebaran eceng gondok sudah menguasai hampir seluruh danau dan sungai di Indonesia. Akibat pertumbuhannya yang sangat cepat, sehingga tumbuhan ini telah berubah status menjadi gulma utama dan termasuk sebagai gulma air nomor satu di Indonesia. Tanaman eceng gondok dengan mudah menyebar melalui saluran air ke badan air lainnya sehingga banyak menimbulkan masalah di perairan seperti waduk, danau, dan sungai.

Berbagai upaya telah dilakukan untuk memberantas tanaman gulma perairan ini, namun tidak pernah berhasil karena tingkat pertumbuhan tanaman ini lebih cepat dari pembuangannya (Koes, 2010). Namun disisi lain, selain merusak tatanan ekosistem yang ada di perairan, eceng gondok juga kaya akan manfaatnya. Sifat seratnya yang kuat menjadikan eceng gondok memiliki potensial tersendiri. Sedangkan kandungan kimia eceng gondok itu sendiri yakni 60% selulosa, 8% hemiselulosa dan 17% lignin (Ahmed dkk, 2012). Dengan kandungan selulosa yang cukup tinggi, sangat memungkinkan bahwa eceng gondok berpotensi untuk pemanfaatan aplikasi tingkat lanjut yang ramah lingkungan, seperti pembuatan menjadi *cellulose beads*.

Untuk memaksimalkan pengambilan serat selulosa dari tanaman eceng gondok, beberapa tahapan metode pengisolasian dapat diaplikasikan, seperti metode yang telah dilakukan sebelumnya, yakni pengestrakan secara kimiawi dan mekanis (Marimuthu, 2012), juga secara pendekatan dengan enzim (Ahmed dkk, 2012). Pada saat pengestraksian serat selulosa eceng gondok, terdapat beberapa zat penyusun dinding sel selain selulosa yang ikut terekstraksi, seperti lignin dan hemiselulosa. Dibutuhkan perlakuan kimiawi serta mekanik yang berurutan agar dihasilkan serat selulosa murni dari tanaman eceng gondok ini, antara lain proses *dewaxing*, delignifikasi, penghilangan kadar hemiselulosa, serta tahap *bleaching*. Pada penelitian yang telah dilakukan oleh Endang dan Haryadi, (2021) 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 tertentu.

*Cellulose beads* adalah partikel bulat dengan diameter dalam skala mikro hingga milimeter yang digunakan dalam banyak aplikasi tingkat lanjut mulai dari kromatografi melalui sintesis yang didukung padat dan imobilisasi protein hingga pelepasan obat yang terhambat. *Cellulose beads* atau sering disebut mikrosfer, pelet, gel selulosa, selulosa mutiara, atau selulosa *beads*. Untuk menghindari kebingungan yang disebabkan oleh terminologi yang berbeda, *cellulose beads* selanjutnya didefinisikan sebagai partikel bulat dengan diameter  $\geq 10$  m 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). 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 pepadatan larutan partikel menjadi *beads* (Gericke dkk, 2013).

Berbagai prosedur untuk persiapan *cellulose beads* telah dilakukan sebelumnya, termasuk penggunaan pelarut yang berbeda, teknik pembentukan, dan perangkat teknis untuk produksi

batch besar. Bahan fungsional untuk aplikasi tertentu telah disiapkan dengan memperkenalkan berbagai fungsi kimia atau pencampuran selulosa dengan senyawa organik dan anorganik. Selain itu, tersedia produk *cellulose beads* komersial dengan sifat tertentu. *Cellulose beads* dapat diaplikasikan dalam berbagai produk, di antaranya sebagai material pembawa dalam obat-obatan atau *drug delivery* (Gericke dkk, 2013).

Dalam studi ini, sintesis selulosa dari tanaman eceng gondok dibuat untuk mendapatkan selulosa murni yang akan menjadi bahan pembuatan produk *cellulose beads* yang ramah lingkungan. Sehingga untuk mendapatkan produk *cellulose beads*, diperlukan sebuah penelitian untuk menganalisis pengaruh penambahan jumlah selulosa dan konsentrasi larutan koagulan pada proses sintesis *cellulose beads* agar menghasilkan sifat yang optimal dan dapat dibandingkan dengan *cellulose beads* komersial.

## 1.2 Perumusan Masalah

Adapun rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Pengaruh penambahan jumlah selulosa eceng gondok dan konsentrasi larutan koagulan terhadap morfologi *cellulose beads*.
2. Pengaruh penambahan jumlah selulosa eceng gondok dan konsentrasi larutan koagulan terhadap porositas *cellulose beads*.
3. Pengaruh penambahan jumlah selulosa eceng gondok dan konsentrasi larutan koagulan terhadap kapasitas *swelling 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. Tinggi penetesan larutan selulosa dalam pembuatan *cellulose beads* adalah 1-2 cm dari ujung buret titrasi.
5. Kecepatan penetesan larutan selulosa dalam pembuatan *cellulose beads*.

## 1.4 Tujuan Penelitian

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

1. Menganalisis pengaruh penambahan jumlah selulosa eceng gondok dan konsentrasi larutan koagulan terhadap morfologi *cellulose beads*.
2. Menganalisis Bagaimana pengaruh penambahan jumlah selulosa eceng gondok dan konsentrasi larutan koagulan terhadap porositas *cellulose beads*.
3. Menganalisis pengaruh penambahan jumlah selulosa eceng gondok dan konsentrasi larutan koagulan terhadap kapasitas *swelling cellulose beads*.

## 1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat yang bisa diambil dari penelitian ini adalah menjadi referensi proses pembuatan *cellulose beads* dari sintesis selulosa tanaman eceng gondok dengan penambahan jumlah selulosa dan konsentrasi larutan koagulan yang sesuai sehingga mendapatkan hasil *cellulose beads* yang memiliki morfologi, kapasitas *swelling*, dan porositas yang baik sehingga memiliki sifat optimum yang dapat diaplikasikan sebagai material pembawa dalam obat-obatan (*drug delivery*).

## BAB II TINJAUAN PUSTAKA

### 2.1 Eceng Gondok

Eceng gondok (latin : *Eichornia Crassipes*) merupakan tanaman gulma di wilayah perairan yang hidup terapung pada air yang dalam yang memiliki aliran tenang. Karena sifat dasar dari tanaman ini yang mudah sekali tumbuh dan berkembang biak, perkembangbiakannya secara vegetatif dapat melipat ganda dua kali dalam waktu 7-10 hari (Putera, 2012). Eceng gondok masuk dalam famili *Pontederiaceae*, dengan ciri-ciri kelopaknya bisa mencapai tinggi antara 40 - 80 cm dengan akar serabut berwarna coklat kehitaman dan bunga berwarna ungu. Eceng gondok pertama kali didatangkan ke Indonesia pada tahun 1894 dari Brazil untuk koleksi Kebun Raya Bogor. Namun akibat pertumbuhannya yang sangat cepat mengakibatkan menutupi seluruh kolam. **Gambar 2.1** merupakan tanaman eceng gondok yang sudah menutupi sebagian besar wilayah perairan. Daun-daun eceng gondok berwarna hijau terang berbentuk telur yang melebar atau hampir bulat dengan garis tengah sampai 15 sentimeter, dan bunganya yang berwarna ungu.



**Gambar 2.1** Tanaman eceng gondok (Putera, 2012)

Usaha untuk memberantas tanaman gulma air ini dinilai tidak efektif karena tingkat pertumbuhannya lebih cepat dari pembuangannya (Koes, 2010). Sehingga dibutuhkan pengolahan lebih lanjut agar dapat dimanfaatkan secara optimal. Tanaman seperti eceng gondok ini mampu menjadi penyerap polutan yang baik sehingga air yang dihasilkan dari kolam khusus yang ditanami eceng gondok itu tidak mencemari lingkungan. Diketahui bahwa tanaman berakar rimpang ini mampu menyerap nitrogen, fosfat dan zat organik. Bahkan juga bisa menyerap uranium dan merkuri, dua zat yang sangat berbahaya bila mencemari perairan. Akan tetapi, tanaman ini tidak bisa dibiarkan tumbuh bebas begitu saja karena kemampuannya menyerap polutan akan berkurang sehingga harus diremajakan setiap waktu tertentu. **Tabel 2.1** memperlihatkan beberapa karakteristik serat tanaman eceng gondok.

**Tabel 2.1** Karakteristik serat tanaman eceng gondok (Gani & A. K. M. Rahman, 2002)

Massa jenis ( $\text{g/cm}^3$ )	0,25
Sifat putih ( <i>whiteness</i> ) (%)	22,2
Kehalusan ( <i>fineness</i> ) ( $\mu$ )	35
Kekuatan tarik ( <i>tensile strength</i> ) (MPa)	18 - 35

Berdasarkan **Tabel 2.1** karakteristik diatas, terlihat bahwa eceng gondok memiliki massa jenis, sifat kehalusan, dan sifat putih yang cukup baik. Hal ini terbukti pada pemanfaatan eceng gondok sekarang ini sebagai kerajinan tangan baik pada industri rumah tangga maupun mebel. Tetapi belakangan, pemanfaatannya berkembang ke arah serat yang dimanfaatkan sebagai penguat pada komposit, pemanfaatan serat selulosa dan untuk bahan baku pembuatan etanol. Kandungan air dari eceng gondok bernilai 90% dari massa total. Karena itu, harus dilakukan pengolahan yang beragam agar tanaman ini dapat dimanfaatkan (Putera, 2012).

### 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-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 terdiri atas 60% selulosa, 8% hemiselulosa, dan 17% lignin (Ahmed dkk, 2012). Menurut Yuniarti dkk (1988), kandungan dari tangkai eceng gondok kering yang dapat dilihat pada **Tabel 2.2**. Pada **Tabel 2.3** terdapat perbandingan kandungan kimia tanaman eceng gondok dengan beberapa jenis serat.

**Tabel 2.2** Kandungan kimia eceng gondok kering (Yuniarti, 1988)

Senyawa Kimia	Persentase (%)
Selulosa	64,51
Pentosa	15,61
Lignin	7,69
Silika	5,56
Abu	12

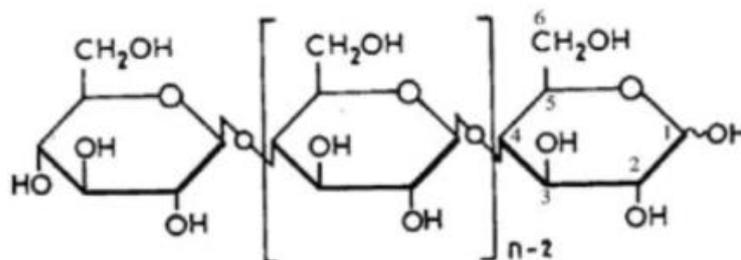
**Tabel 2.3** Komposisi kimia serat eceng gondok dibandingkan dengan beberapa jenis serat (wt%)

Sumber Selulosa	Selulosa	Hemiselulosa	Lignin	Referensi
Eceng gondok	60	8	17	(Ahmed dkk, 2012)
Eceng gondok	76,6	14,9	1,6	(Pakutsah & Aht-Ong, 2020)
Rami	86,7	6,4	1,8	(Syafri dkk, 2019)
Daun Nanas	64,8	1,1	2,8	(Nobuta dkk, 2016)
Kayu	80,2	17,7	1,1	(Chen, 2011)

#### 2.1.1.1 Selulosa

Selulosa merupakan polisakarida yang terdiri atas satuan glukosa yang terikat dengan ikatan  $\beta 1,4$ -glycosidic dengan rumus  $(C_6H_{10}O_5)_n$  dengan n adalah derajat polimerisasinya. Struktur kimia inilah yang membuat selulosa bersifat kristalin dan tak mudah larut, sehingga tidak mudah didegradasi secara kimia/mekanis. Selulosa biasanya ditemukan pada dinding sel tanaman dan umumnya bercampur bersamaan dengan zat lain, seperti lignin serta hemiselulosa dan ini membuatnya cukup sulit untuk dapat menemukan selulosa dalam bentuk murninya. Selulosa paling sering ditemukan di batang, batang, atau semua bagian kayu (Lehninger, 1993) tanaman dan juga ada di dinding sel. Selain itu, telah banyak diterapkan di berbagai bidang termasuk biomedis (Du, 2010), industri pengemasan (Yadav & Chiu, 2019) dan sebagai pembawa obat (Weyell dkk., 2019). Semakin panjang suatu rangkaian selulosa, maka rangkaian selulosa tersebut memiliki serat yang lebih kuat, lebih tahan terhadap pengaruh bahan kimia, cahaya, dan mikroorganisme.

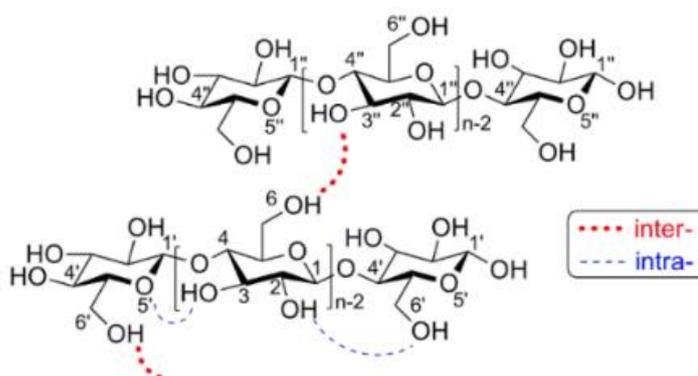
Molekul selulosa seluruhnya berbentuk linear dan memiliki kecenderungan kuat untuk membentuk ikatan hidrogen intramolekuler dan intermolekuler. Ketersediaan selulosa dalam jumlah besar akan membentuk serat yang kuat, tidak larut dalam air, tidak larut dalam pelarut organik, dan berwarna putih. Struktur selulosa ditunjukkan pada **Gambar 2.2**.



**Gambar 2.2** Struktur selulosa (Lankinen, 2004)

Untuk struktur kimia selulosa terdiri dari unsur C, O, H yang membentuk rumus molekul  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , dengan ikatan molekulnya ikatan hidrogen yang sangat erat. Gugus fungsional dari rantai selulosa adalah gugus hidroksil. 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**. Gugus  $OH$  pada selulosa menentukan sifat fisik dan kimia selulosa (Fengel & Wegener, 1983). Karakteristik ikatan hidrogen adalah sebagai berikut:

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



**Gambar 2.3** Skema ikatan molekul dan antarmolekul hidrogen dalam selulosa (Liu dkk, 2015)

Energi ikatan gugus  $OH$  selulosa hampir sama atau sedikit lebih besar daripada ikatan gugus  $OH$  dalam alkohol. Ikatan hidrogen antar gugus  $OH$  dari unit glukosa yang berdekatan pada molekul selulosa yang sama disebut ikatan intramolekul, sedangkan ikatan hidrogen antara gugus-gugus  $OH$  dari unit glukosa yang berdekatan dalam molekul selulosa yang berdampingan disebut ikatan intermolekul. Ikatan intermolekul ini menyebabkan pembentukan

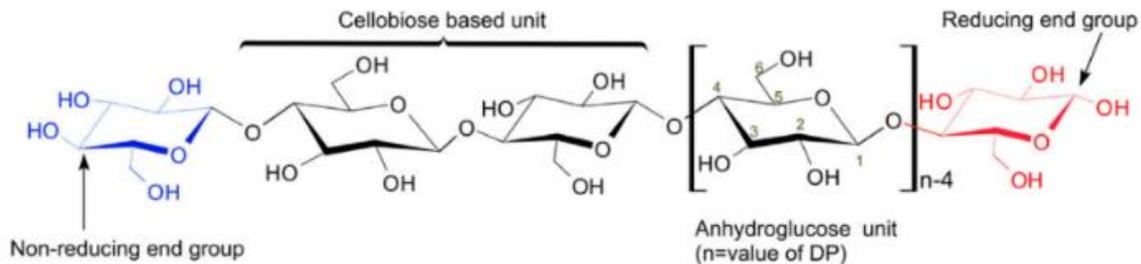
struktur supramolekul selulosa. Besaran energi ikatan antarmolekul dalam struktur selulosa dapat diperkirakan seperti yang disajikan pada **Tabel 2.4**.

**Tabel 2.4** Besaran energi ikatan antarmolekul (Fatriasari dkk, 2019)

Bentuk Ikatan	Energi Ikatan (kJ.mol <sup>-1</sup> )
H-OH (ikatan kovalen)	499
H-H (ikatan kovalen)	436
Ion-ion	250
Ikatan hidrogen (medium)	21 - 62
Ikatan hidrogen (lemah)	4,2 x 10 <sup>-1</sup> - 4,2
London dispersion force	2
Dipole-dipole	0,6 - 2

Chang dan Zhang (2011) menyebutkan bahwa ikatan hidrogen dalam struktur selulosa dinding sel berkisar 10-100 kJ.mol<sup>-1</sup>. Dengan mengetahui energi ikatan ini maka dapat ditentukan energi minimal yang dibutuhkan untuk dapat mengubah selulosa dari struktur makro ke struktur nano (Kondo, T., Kose, R., Naito, H., & Kasai, 2014). Hal ini dimungkinkan karena sebagian besar isolasi selulosa murni memerlukan tahap perlakuan mekanis yang memerlukan energi total yang lebih besar.

Selulosa merupakan polimer linear dengan unit-unit dan ikatan seragam. Unit ulangan dasar dari polimer selulosa terdiri atas dua unit glukosa anhidrida yang disebut unit selobiosa. Dua unit glukosa yang berdekatan bersatu dengan mengeliminasi satu molekul air di antara gugus hidroksil pada C<sub>1</sub> dan C<sub>4</sub>. Gugus-gugus OH pada C<sub>1</sub> dan C<sub>4</sub> memiliki perilaku yang berbeda, gugus C<sub>1</sub>-OH merupakan gugus hidrat aldehida memiliki sifat pereduksi, sedangkan gugus C<sub>4</sub>-OH merupakan gugus hidroksil alkohol yang bersifat bukan pereduksi. Struktur ini disajikan pada **Gambar 2.4**. **Tabel 2.5** menunjukkan serapan gugus fungsi yang teramati dalam spektra FTIR.



**Gambar 2.4** Struktur molekul selulosa dengan gugus ujung molekul yang bersifat pereduksi dengan gugus hemiasetal pada C<sub>1</sub> dan gugus ujung molekul yang bersifat nonpereduksi dengan hidroksil bebas pada C<sub>4</sub> (Trache dkk, 2016)

**Tabel 2.5** Serapan gugus fungsi selulosa dari profil FTIR (Pratama dkk, 2019)

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

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. Rasio antara bagian kristalin dan bagian amorf disebut derajat kristalinitas selulosa. Bagian kristalin ini dapat mencakup 2/3 dari total selulosa (Chum dkk, 1985). Bagian kristalin dibentuk dari ikatan hidrogen antara selulosa dan gaya van der Waals antara molekul glukosa. Derajat kristalinitas selulosa umumnya berkisar 40-60% yang mencakup berbagai macam sumber dan tergantung dari asal dan praperlakuan dari contoh untuk pengukuran kristalinitas (Fink & Walenta, 1994). Penentuan derajat kristalinitas atau yang disebut indeks kristalinitas total (TCI) diperoleh dari rasio antara tinggi pita pada  $1.372 \text{ cm}^{-1}$  dan  $2.900 \text{ cm}^{-1}$  (Nelson & O'Connor, 1964). Pita  $1.430 \text{ cm}^{-1}$  diasosiasikan sebagai jumlah struktur kristalin selulosa, sedangkan pita  $898 \text{ cm}^{-1}$  merupakan daerah amorf dalam selulosa (Carrilo, 2004). Derajat kristalinitas selulosa I ditentukan dengan membandingkan intensitas minimum di atas *baseline* pada  $2\theta = 18^\circ$  ( $I_{am}$ ) dan intensitas maksimum pada  $2\theta = 22,5^\circ$  ( $I_{200}$ ) serta perhitungan bagian amorf dan kristalin (difraksi utama bidang 200) (Bansal, 2010). Untuk menentukan indeks kristalinitas selulosa adalah dengan metode empiris Segal (Wada & Okano, 2001) yang menggunakan **Persamaan 2.1**. Struktur kristalin selulosa memengaruhi sifat fisik dan mekanik serat selulosa. Derajat kristalinitas selulosa merupakan salah satu karakteristik selulosa yang terpenting (Fatriasari dkk, 2019).

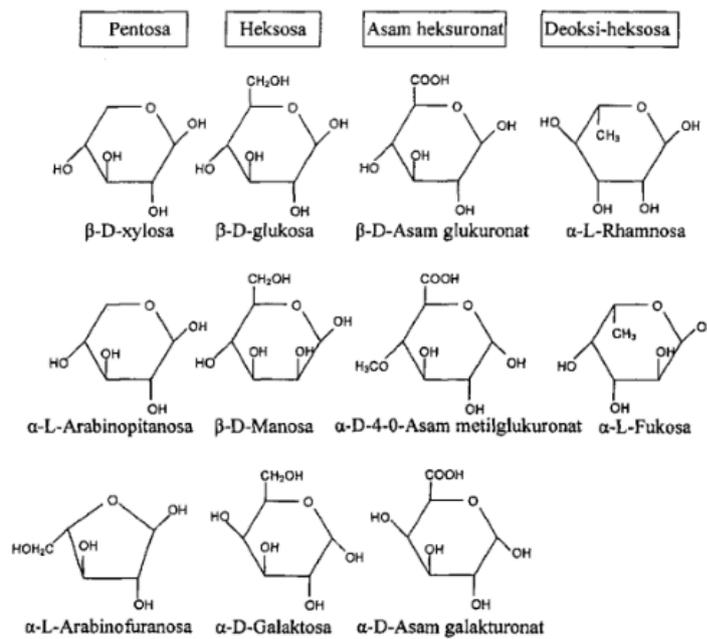
$$CI = \frac{I_{200} - I_{am}}{I_{200}} \times 100\% \quad 2.1$$

Dalam tanaman, selulosa memiliki peran penting karena mampu memberikan kekuatan pada tanaman itu sendiri. Tanaman dalam bentuk keringnya memiliki kandungan selulosa dalam rentang 40 – 55%, lignin 15 – 35%, dan hemiselulosa 25 – 40% (Putera, 2012).

### 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. Berbeda dengan selulosa, rantai hemiselulosa lebih pendek dibandingkan rantai selulosa, karena derajat polimerisasinya yang lebih rendah. Polimer hemiselulosa berbentuk tidak lurus tetapi merupakan polimer-polimer bercabang dan strukturnya tidak terbentuk kristal. Hal ini yang menjadikan hemiselulosa lebih mudah dimasuki pelarut dan bereaksi dengan larutan dibanding selulosa selama pembuatan pulp. Hemiselulosa bersifat hidrofibril (mudah menyerap air) yang mengakibatkan strukturnya yang kurang teratur (Putera, 2012).

Secara struktural, hemiselulosa mirip dengan selulosa yang merupakan polimer gula. Namun berbeda dengan selulosa yang hanya tersusun atas glukosa, hemiselulosa tersusun dari bermacam-macam jenis gula. Pada **Gambar 2.5** merupakan struktur monomer gula penyusun hemiselulosa seperti monomer gula berkarbon lima (pentosa/ C-5), gula berkarbon enam (heksosa/ C-6), *hexuronic acid* dan *deoxy hexose*. Hemiselulosa akan mengalami reaksi oksidasi dan degradasi terlebih dahulu daripada selulosa, karena rantai molekulnya yang lebih pendek dan bercabang (Fengel & Wegener, 1983).



**Gambar 2.5** Komponen hemiselulosa (Fengel & Wegener, 1983)

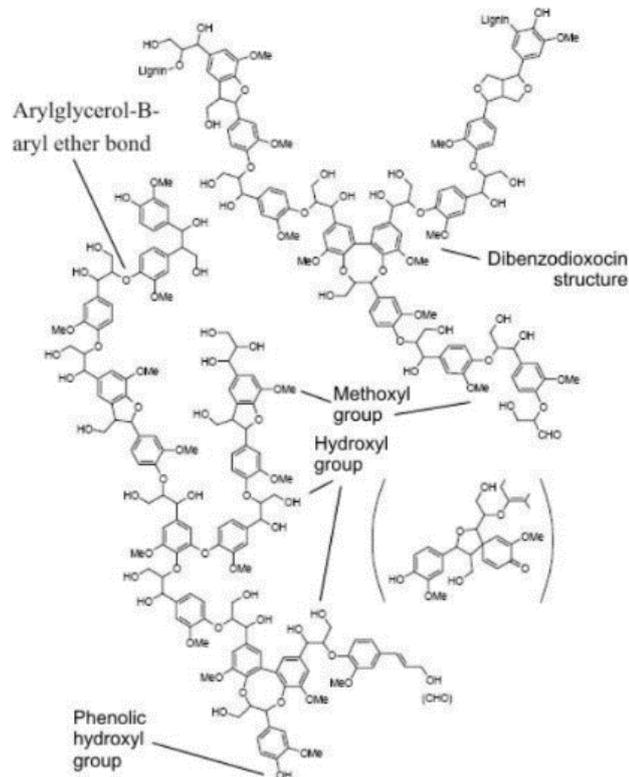
Hemiselulosa tidak larut dalam air tapi larut dalam larutan alkali encer dan lebih mudah dihidrolisis oleh asam daripada selulosa. Sifat hemiselulosa yang hidrofilik banyak mempengaruhi sifat dari pulp itu sendiri. Hemiselulosa berfungsi sebagai perekat dan mempercepat pembentukan serat. Hilangnya hemiselulosa akan mengakibatkan adanya lubang antar fibril dan berkurangnya ikatan antar serat (Putera, 2012).

### 2.1.1.3 Lignin

Lignin merupakan senyawa yang sangat kompleks dengan berat molekul tinggi. Lignin terdapat diantara sel-sel dan di dalam dinding sel. Dimana fungsi lignin yang terletak diantara sel adalah sebagai perekat untuk mengikat/perekat antar sel, sehingga tidak dikehendaki. Sementara dalam dinding sel lignin sangat erat hubungannya dengan selulosa dan berfungsi untuk memberi ketegaran pada sel (Putera, 2012).

Lignin terdapat pada jaringan tanaman yang terikat pada selulosa dan komponen tanaman lainnya tepatnya di dalam jaringan vaskuler yang khusus untuk pengangkutan cairan dan kekuatan mekanik. Lignin dapat diisolasi dari tanaman sebagai sisa yang tak larut setelah penghilangan polisakarida dengan hidrolisis. Secara alternatif, lignin dapat dihidrolisis dan diekstraksi ataupun diubah menjadi turunan yang larut. Adanya lignin menyebabkan warna menjadi kecoklatan sehingga perlu adanya pemisahan melalui pemutihan. Banyaknya lignin juga berpengaruh terhadap konsumsi bahan kimia dalam pemasakan dan pemutihan (Wibisono, 2002).

Struktur kimia lignin mengalami perubahan di bawah kondisi suhu yang tinggi dan asam. Pada reaksi dengan temperatur tinggi mengakibatkan lignin terpecah menjadi partikel yang lebih kecil dan terlepas dari selulosa (Taherzadeh, 2007). Pada suasana asam, lignin cenderung melakukan kondensasi, yakni fraksi lignin yang sudah terlepas dari selulosa dan larut pada larutan pemasak. Dimana peristiwa ini cenderung menyebabkan bobot molekul lignin bertambah, dan lignin yang terkondensasi akan mengendap (Achmadi, 1990). Adapun struktur dasar lignin ditunjukkan pada **Gambar 2.6**.

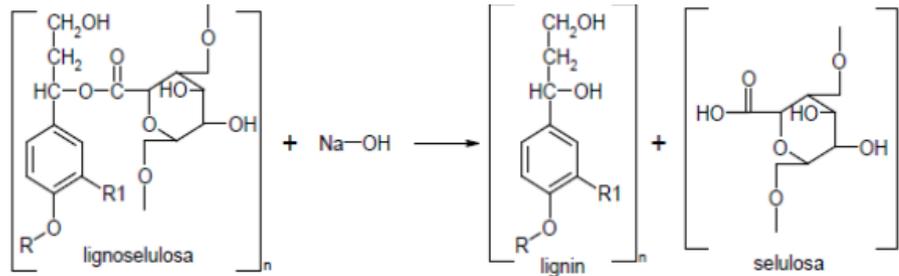


**Gambar 2.6** Struktur lignin (Lankinen, 2004)

## 2.2 Sintesis Selulosa

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. Pada tumbuhan terdapat kandungan lignoseulosa (hemiselulosa, selulosa, dan lignin), sehingga untuk mendapatkan selulosa murni perlu dilakukan proses ekstraksi selulosa. Kandungan selulosa yang cukup tinggi pada eceng gondok dapat dimanfaatkan untuk berbagai keperluan. Namun, dengan adanya kandungan lain di dalam eceng gondok seperti hemiselulosa dan lignin, maka diperlukan pemurnian serat terhadap bahan baku eceng gondok agar didapatkan serat murni yang bebas dari hemiselulosa dan ligninnya. Selanjutnya, serat selulosa dapat diperoleh dengan cara mengekstrak selulosa dari batang tanaman eceng gondok menggunakan pelarut kimia agar selulosa keluar dari dinding sel (Kusumawati & Haryadi, 2021).

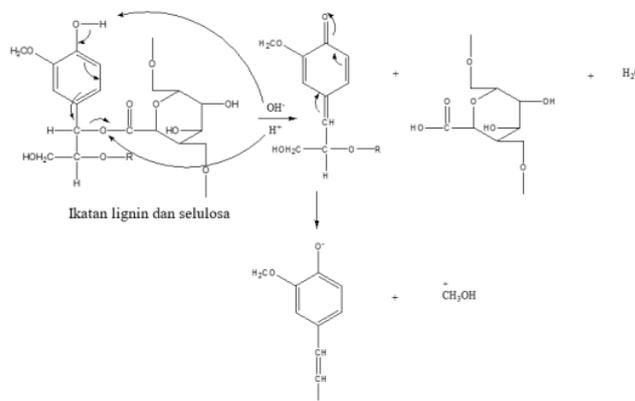
Proses isolasi dilakukan untuk mendapatkan selulosa dengan kemurnian tinggi. Ada berbagai metode yang digunakan untuk mengisolasi selulosa seperti hidrolisis enzim, perlakuan basa dan kombinasi perlakuan pencairan, alkali dan klorit (J. Xie dkk, 2016). Proses pemisahan selulosa dari senyawa lainnya dapat menggunakan pelarut seperti, NH<sub>4</sub>OH, KOH, dan NaOH (Julfana, 2012). Menurut Sun dkk (2004), digunakannya pelarut alkali NaOH dapat melarutkan lignin sekaligus hemiselulosa. Larutan alkali NaOH pada polimer tersebut akan mendegradasi lignin akibat transfer ion hidrogen dari gugus hidroksil pada lignin ke ion hidroksil NaOH. Pada **Gambar 2.7** merupakan reaksi degradasi lignoselulosa dengan pelarut NaOH.



**Gambar 2.7** Mekanisme pemutusan ikatan lignoselulosa menggunakan NaOH (Safari, S., N. Idiawati, 2013)

Metode isolasi dengan perlakuan menggunakan asam dengan pemanasan memiliki kesamaan tujuan dengan metode alkalinasi yaitu untuk menghilangkan lignin dan hemiselulosa (Pingali dkk, 2010). Menurut penelitian Indri dkk 2019, bahwa *treatment* menggunakan larutan NaOH dapat mempengaruhi penurunan kandungan hemiselulosa pada bahan. Adapun penurunan kandungan tersebut mengindikasikan bahwa perlakuan delignifikasi yang diterapkan pada penelitian ini, tidak hanya menyebabkan degradasi lignin, tetapi depolimerisasi hemiselulosa juga (Saha dkk, 2005). Hal ini disebabkan hemiselulosa merupakan senyawa karbohidrat penyusun sel bahan berlignoselulosa tetapi dengan derajat polimerisasi yang lebih rendah daripada selulosa. Akibatnya hemiselulosa sangat rentan terhadap suhu tinggi, asam dan basa dibandingkan selulosa (Agustini, 2012). Penurunan kadar hemiselulosa ini disebabkan juga karena strukturnya yang sebagian besar bersifat lunak (*amorf*), sehingga sensitif dan mudah dipecah oleh asam (Wilda dkk, 2015).

Menurut Permatasari dkk (2014), peningkatan konsentrasi NaOH semakin menurunkan kadar lignin dan meningkatkan kadar lignin terurai. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh penambahan basa alkali berupa NaOH yang mempermudah pemutusan ikatan senyawa lignin. Gunam dkk (2011) menyatakan bahwa kehilangan lignin oleh pra perlakuan alkali terutamadisebabkan oleh kurang stabilnya ikatan ester antara selulosa dan kompleksnya lignin. Ligninyangterlepas kemudian berikatan dengan alkali sehingga membentuk kompleks lignin-alkali yang larut dalam air. Selain itu, larutan NaOH dan tekanan yang diberikan berperan dalam memecah polimer lignin menjadi monomer-monomernya yang dapat larut dalam air. Menurut Coniwanti dkk (2015), rusaknya senyawa lignin oleh NaOH menyebabkan peningkatan kadar selulosa dan dapat dilihat melalui pengamatan visual terhadap perubahan warna dan struktur yang lebih lunak. Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa menggunakan NaOH disajikan pada **Gambar 2.8**.



**Gambar 2.8** Mekanisme pemutusan ikatan antara lignin dan selulosa oleh nukleofil OH (Melinda dkk, 2018)

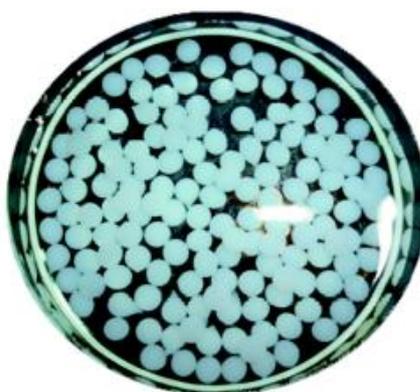
Namun begitu penggunaan asam yang terlalu kuat dan suhu yang terlalu tinggi serta waktu reaksi yang terlalu lama dapat mengakibatkan kerusakan struktur selulosa sehingga selulosa gagal untuk diisolasi (Radotić, K. and Mičić, 2016).

Metode alkalinasi diawali dengan memperlakukan serat dalam sodium hidroksida (NaOH) dan pelarut organik seperti etanol, metanol atau toluena, untuk menghilangkan hemiselulosa dan lignin. Hasil yang diperoleh biasanya masih berwarna kecoklatan, sehingga metode ini kemudian diikuti dengan *bleaching* dan pencucian dengan campuran sodium klorit (NaClO<sub>2</sub>), asam asetat, NaOH dan air untuk menghilangkan residu lignin dan hemiselulosa yang masih tersisa (Bhattacharya, 2008). Metode alkalinasi ini dapat dilakukan bersamaan dengan perlakuan mekanik dengan ultrasonikasi untuk mendapatkan serat dalam ukuran nano (Sun dkk, 2004). Perlakuan berulang kali dengan NaOH dan pelarut organik dalam beberapa tahapan pada metode alkalin ini dirasa tidak efektif karena dapat merusak struktur selulosa sehingga isolasi selulosa tidak dapat berjalan secara optimal.

Sundari dkk (2012) telah melakukan *chemical treatment* batang eceng gondok menggunakan sodium klorit dan sodium hidroksida pada proses *pulping* dan tahap *mechanical treatment* serat yang sudah diolah dengan cara kimia kemudian dihaluskan ukurannya menjadi submicron. Sampai saat ini belum ada penelitian yang menitikberatkan pada karakterisasi struktur dan morfologi dari serat eceng gondok yang dihasilkan. Penelitian ini memfokuskan pada pengolahan dan karakterisasi eceng gondok untuk menghasilkan serat dengan *yield* terbesar dengan cara *chemical pulping* ditinjau dari variasi konsentrasi NaOH dan waktu reaksi.

### 2.3 Cellulose Beads

Beberapa tahun terakhir *cellulose beads* dan turunan banyak digunakan dalam berbagai aplikasi. 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. *Cellulose beads* dan turunannya banyak digunakan dalam berbagai aplikasi, karena dilihat dari ketersediaan produk dan harga terjangkau, berbentuk *spherical*, serta kekuatan mekanik, porositas tinggi, hidrofilisitas (toleransi struktur biologis, kinetika cepat), dan reaktivitas kimia (Gericke dkk, 2013). Seperti pada **Gambar 2.9** merupakan *cellulose beads* yang berbentuk bulat.



**Gambar 2.9** *Cellulose beads* (Gericke dkk, 2013)

Untuk keperluan sebagai adsorban, selulosa umumnya berbentuk *beads*. *Cellulose beads* berbentuk bulat dan berpori serta memiliki permukaan spesifik yang lebih tinggi sebagai selulosa berserat. Memiliki diameter partikel antara 1-1000  $\mu\text{m}$ , memiliki sifat *swelling* yang baik. *Cellulose beads* memberikan berbagai potensi yang baik untuk penggunaannya sebagai adsorben (Gericke dkk, 2013). Untuk karakteristik *cellulose beads* ditampilkan dalam **Tabel 2.6**.

**Tabel 2.6** Karakteristik *cellulose beads* (Gericke dkk, 2013)

Diameter partikel	10 – 1000 $\mu\text{m}$
Volume	8 – 20 $\text{mm}^3$
Berat	14 – 22 mg
<i>Cross section</i>	0,3 – 0,5 $\mu\text{m}$
<i>Surface area</i>	200 – 500 $\text{m}^2/\text{g}$
Ukuran pori	2 – 50 nm
Porositas	93 – 95%

*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. Untuk meningkatkan beberapa spesifisitas sifat penyerapan selulosa dapat dengan beberapa polisakarida lainnya, seperti kitin atau kitosan. Pencampuran selulosa dengan ester selulosa dalam pelarut umum dapat mempengaruhi aspek rasio *beads* (Gericke dkk, 2013).

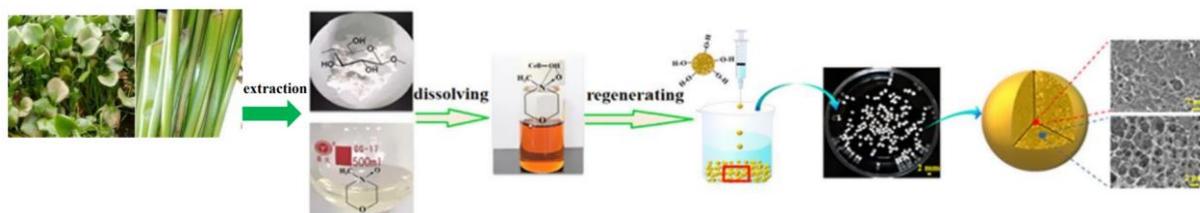
Persiapan *cellulose beads* ditemukan pertama kali pada tahun 1951. *Cellulose beads* dipersiapkan dengan meneteskan larutan *viscous* kedalam *bath* koagulasi. Sejak penemuan tersebut, berbagai prosedur untuk mendapatkan *cellulose beads* dengan diameter mulai dari sekitar 10  $\mu\text{m}$  sampai 1-3 mm telah dikembangkan menggunakan pelarut dan teknik yang berbeda. Prinsip umum pembuatan *cellulose beads* adalah dengan melarutkan selulosa (*viscose*, ester selulosa, atau eter), kemudian pembentukan larutan polisakarida menjadi berbentuk *spherical*, dan kemudian regenerasi selulosa dalam bak koagulasi dengan komposisi kimia yang disesuaikan untuk melakukan dederivatisasi (hidrolisis, deasetilasi, dll) (Gericke dkk, 2013).

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*. Selain itu, beberapa pasca dan pra-perlakuan dapat diterapkan untuk menyempurnakan properti/sifat tertentu (Gericke dkk, 2013).

Berbagai prosedur untuk persiapan *cellulose beads* telah dilakukan sebelumnya, termasuk penggunaan pelarut yang berbeda, teknik pembentukan, dan perangkat teknis untuk produksi batch besar. Bahan fungsional untuk aplikasi tertentu telah disiapkan dengan memperkenalkan berbagai fungsi kimia atau pencampuran selulosa dengan senyawa organik dan anorganik. Selain itu, tersedia produk *cellulose beads* komersial dengan sifat tertentu. *Cellulose beads* dapat diaplikasikan dalam berbagai produk, seperti sebagai material pembawa dalam obat-obatan (*drug delivery*). Untuk sistem pengiriman oral, obat biasanya dicampur dengan bubuk selulosa dan beberapa pengisi dan butiran lainnya, juga disebut sebagai pelet, dibuat dengan ekstrusi dan spheronisasi (Gericke dkk, 2013).

### 2.3.1 Sintesis *Cellulose Beads*

Untuk produksi *cellulose beads* tahap pertama yang dilakukan yaitu larutan selulosa atau turunannya dibuat dengan prosedur yang dikenal misalnya dalam produksi serat selulosa, lembaran, dan film. Bahan awal dapat berupa turunan cair, misalnya selulosa asetat. Setelah itu melakukan persiapan selulosa kering menjadi pulp (Trygg dkk, 2013). **Gambar 2.10** berikut memperlihatkan proses sintesis *cellulose beads* dari awal isolasi selulosa dari tanaman hijau hingga terbentuknya *cellulose beads*.

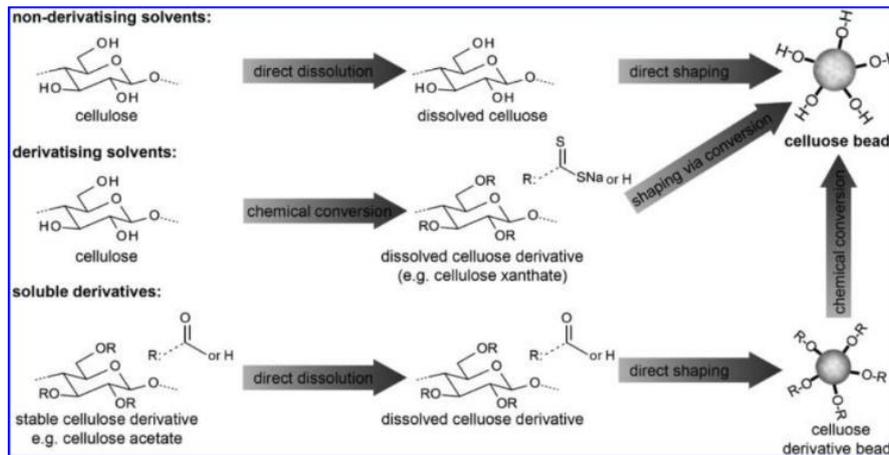


**Gambar 2.10** Sintesis *cellulose beads*

Kemudian tahap kedua yaitu pelarutan selulosa yang dimana proses ini dilakukan dengan mencampurkan pulp dengan pelarut yang dapat membantu pembentukan selulosa. Terdapat tiga jenis pelarut yang umum digunakan yaitu, pelarut non derivatisasi, pelarut derivatisasi dan pelarut turunan selulosa stabil. Pelarut non derivatisasi melarutkan selulosa melalui interaksi fisik tanpa konversi kimia dari gugus hidroksilnya. Berbeda dengan itu, pelarut derivatisasi sementara mengubah selulosa menjadi turunan yang dalam banyak kasus hanya menjadi metastabil di bawah kondisi disolusi. Dengan demikian, selulosa dapat diregenerasi dan dibentuk menjadi objek, seperti serat atau *beads* dengan pembelahan turunan yang dapat diinduksi dengan menambahkan air atau perubahan pH atau temperatur. Pilihan lain untuk menyiapkan pembentukan *cellulose beads* adalah pemanfaatan turunan selulosa stabil yang larut dalam pelarut organik umum (Gericke dkk, 2013).

Kemudian tahap ketiga adalah proses koagulasi. Koagulasi merupakan penggumpalan partikel koloid karena adanya penambahan bahan kimia (koagulan) sehingga partikel-partikel tersebut bersifat netral dan membentuk endapan karena adanya gaya grafitasi. Dengan kata lain, adanya proses koagulasi ini maka zat terdispersi tidak lagi berbentuk partikel-partikel koloid tetapi bergabung menjadi partikel yang lebih besar sehingga terjadi penggumpalan atau pengendapan. Tujuan koagulasi adalah untuk mengubah larutan yang tidak bisa mengendap sehingga larutanyang diteteskan ke dalam bak koagulasi akan menggumpal (Susanto, 2008).

Menurut Ishimura (1998), *cellulose beads* dapat diperoleh dengan pembentukan tetesan bulat dari larutan polisakarida dan pemadatan tetesan ini dalam bak koagulasi non pelarut. Tetesan terbentuk ketika gabungan gaya gravitasi dan tekanan yang digunakan untuk ejeksi melebihi nilai tertentu yang ditentukan oleh tegangan permukaan larutan dan gaya kapiler dari saluran keluar. 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 jatuhnya *beads* ditentukan oleh regangan mekanis yang dihadapi tetesan saat mengenai permukaan bak koagulasi. Ketika stabilitas tetesan rendah dibandingkan dengan gaya yang diterapkan, perataan manik-manik dapat terjadi sehingga menghasilkan bentuk seperti piringan datar (*flat*). Selain itu, tetesan memerlukan waktu tertentu untuk berubah dari bentuk seperti tetesan air, langsung setelah dikeluarkan dari larutan, menjadi bentuk bulat (Ishimura D, Morimoto Y, 1998). Proses pelarutan selulosa dan pembentukan *beads* dapat dilihat pada **Gambar 2.11**.



**Gambar 2.11** Proses pelarutan selulosa dan pembentukan *beads* (Gericke dkk, 2013)

Pemadatan larutan partikel menjadi *beads* ini dilakukan dengan proses koagulasi, yang mana membutuhkan larutan koagulan. Koagulan adalah bahan kimia yang dibutuhkan pada air baku untuk membantu proses pengendapan partikel-partikel kecil yang tidak dapat mengendap secara gravimetri. Koagulan merupakan suatu zat berkation yang dapat mengikat partikel-partikel kecil dalam suatu sampel air melalui proses koagulasi yang kemudian menghasilkan endapan (Hendrawati dkk, 2016). Koagulan dapat berupa garam-garam logam (anorganik) atau polimer (organik). Koagulan polimer ada yang kationik (bermuatan positif), anionik (bermuatan negatif), atau non-ionik (bermuatan netral). Sedangkan koagulan anorganik mencakup bahan-bahan kimia umum berbasis aluminium atau besi. Ketika ditambahkan ke dalam contoh air, koagulan anorganik akan mengurangi alkalinitasnya sehingga pH air akan turun. Koagulan organik pada umumnya tidak mempengaruhi alkalinitas dan pH air. Koagulan anorganik akan meningkatkan konsentrasi padatan terlarut pada air yang diolah (Gebbie, 2005).

Beberapa contoh dari koagulan alami adalah biji asam jawa (*Tamarindus indica*), biji kelor (*Moringa oleifera L.*), biji labu kuning (*Cucurbita moschata*) dan lain-lain. Sedangkan contoh koagulan kimia adalah aluminium sulfat, natrium aluminat, PAC (*poly aluminium chloride*), akrilamida dan lain-lain (Nurul, 2020). Dalam proses koagulasi-flokulasi, dosis koagulan berperan penting dalam menentukan efektivitas dan efisiensi koagulasi-flokulasi. Dosis yang kurang optimum akan memberikan kinerja yang kurang maksimal dalam proses koagulasi-flokulasi. Dengan demikian, sangat penting untuk menentukan dosis optimum untuk meminimalkan biaya dan memaksimalkan kinerja dalam proses koagulasi. Dosis koagulan yang semakin optimum memungkinkan terjadinya destabilisasi partikel koloid dalam limbah semakin besar. Namun, dosis koagulan yang berlebihan akan menyebabkan partikel yang telah teragregasi dapat berhamburan kembali sehingga akan mengganggu proses pengendapan partikel koloid (Ngadi dan Aida, 2013).

Larutan koagulan digunakan karena larutan selulosa sangat basa, volume tinggi dari media koagulasi asam digunakan untuk meminimalkan netralisasi. Konsentrasi koagulan juga berpengaruh terhadap pembentukan *cellulose beads* ini. Salah satu contoh koagulan asam adalah larutan asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ).  $\text{HNO}_3$  adalah asam kuat yang sangat korosif dan termasuk koagulan anorganik.

Setelah terbentuknya produk *cellulose beads*, pasca perlakuan dapat diterapkan untuk menyempurnakan properti/sifat tertentu, atau dapat melakukan karakterisasi atau pengujian untuk membandingkan apakah produk *cellulose beads* sudah dapat dikatakan berhasil.

## 2.4 Penelitian Sebelumnya

Ada beberapa penelitian sebelumnya yang mendasari dari penelitian ini mengenai sintesis selulosa eceng gondok dan mengenai sintesis *cellulose beads* yang dapat dibuat menggunakan beberapa metode lainnya.

### 2.4.1 Sintesis Selulosa Eceng Gondok

Penelitian sebelumnya yang mendasari dari penelitian ini dapat dirangkum dalam grafik *milestone* pada **Gambar 2.12** berikut ini:



**Gambar 2.12** *Milestone* penelitian sebelumnya tentang sintesis selulosa eceng gondok

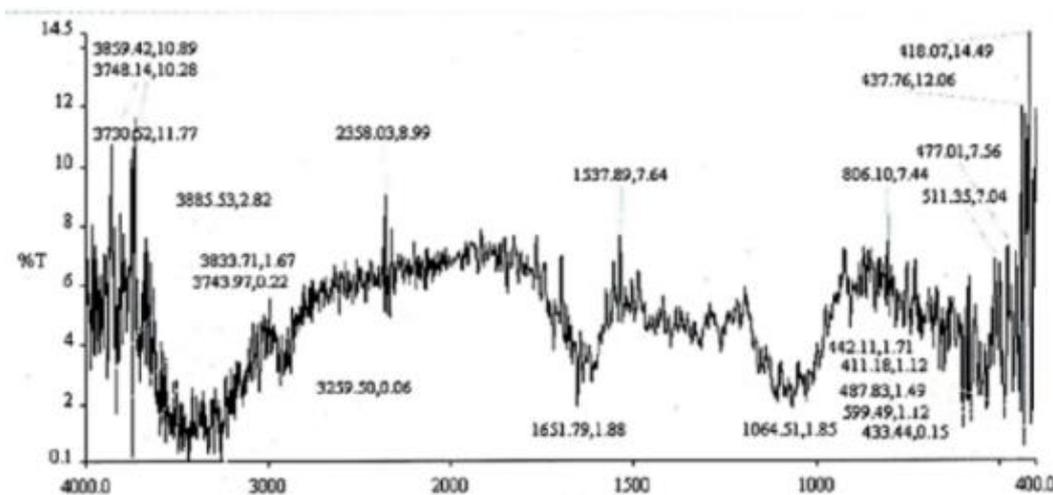
Pada penelitian yang dilakukan oleh Iryanti dkk (2013) tentang pembuatan kertas menggunakan serat selulosa eceng gondok dengan metode pembuatannya menggunakan *chemical pulping* dengan menggunakan NaOH dalam proses pembuburannya. Larutan NaOH bertujuan untuk melepaskan lignin yang terikat pada selulosa. Lignin mengandung senyawa *kromofor* yang dapat mengotori pulp. Pulp dapat dipisahkan dari lignin dan sisa NaOH dengan cara pencucian. Setelah itu, dilakukan *bleaching* pulp menggunakan larutan NaClO, NaClO dipilih berdasarkan sifat bahan yang tidak berbahaya dan murah. Proses *bleaching* pulp bertujuan untuk menghilangkan hemiselulosa yang terkandung dalam *pulp*. Pada proses *chemical pulping*, *Yield* yang paling kecil diperoleh pada NaOH 1% yaitu 25,18%, hal ini dikarenakan kecilnya konsentrasi NaOH untuk memecah lignin dari selulosa sehingga diperoleh kadar selulosa yang sedikit. Penambahan konsentrasi NaOH akan mereduksi jumlah komponen selain selulosa seperti hemiselulosa, pektin, dan komponen *soluble* lainnya yang mengikat selulosa (Fahmi, 2009), sehingga diperlukan konsentrasi yang tepat pada proses delignifikasi.

Pulp yang dihasilkan dari variasi konsentrasi kemudian dicetak menjadi kertas yang sebelumnya mengalami proses pemutihan/*bleaching*. Pada penelitian yang diamati terdapat perbedaan struktur permukaan kertas yang dihasilkan dengan variasi konsentrasi NaOH. Pada NaOH 2,5%, 4% dan 5% (w/v) struktur seratnya halus, sedangkan konsentrasi NaOH 1% (w/v) masih terlihat adanya batang eceng gondok dan permukaannya kasar, karena proses delignifikasi tidak maksimal. Hal ini menyebabkan sebagian batang eceng gondok (ditunjukkan dengan tanda panah) masih berikatan dengan lignin karena konsentrasi NaOH yang rendah.

Alia dkk (2015) melakukan penelitian tentang pembuatan CMC dari selulosa eceng gondok dengan media reaksi campuran larutan isopropanol-isobutanol. Untuk proses isolasi selulosa eceng gondok tiga tahap, yaitu proses ekstraksi menggunakan campuran toluena-etanol dengan perbandingan 2:1 untuk menghilangkan kandungan lilin yang ada pada batang eceng gondok. Kemudian dilanjutkan dengan proses *bleaching* untuk menghilangkan kandungan

ligninnya dengan menggunakan larutan  $\text{NaClO}_2$  1%. Kemudian untuk tahap terakhir proses dehemiselulosa yaitu proses penghilangan hemiselulosa dengan menggunakan larutan  $\text{NaOH}$  17,5%. Kemudian dilakukan pencucian dengan akuades dan etanol 96%. Setelah tahap isolasi selulosa eceng gondok selesai, dilanjutkan untuk proses pembuatan CMC. Selulosa dimasukkan ke dalam media reaksi campuran isopropanol-isobutanol, kemudian tahap alkalisasi menggunakan larutan  $\text{NaOH}$ , dan selanjutnya dilakukan proses karboksimetilasi dengan menambahkan  $\text{NaMCA}$ . Setelah proses karboksimetilasi selesai, sampel kemudian dinetralkan dengan asam asetat glasial dan dibilas dengan etanol 96%. CMC yang diperoleh kemudian dikeringkan.

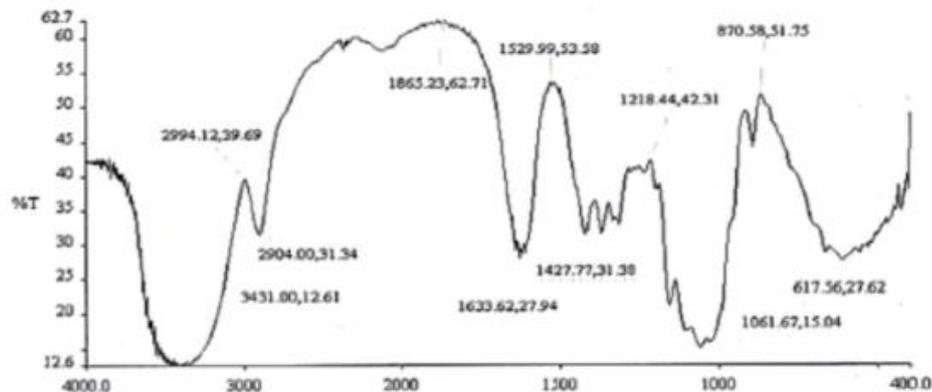
Pada **Gambar 2.13** dapat dilihat spektra FTIR dari eceng gondok sebelum dilakukan proses isolasi selulosa dimana terdapat banyak puncak terbentuk dari berbagai kandungan eceng gondok seperti lignin, pektin, hemiselulosa, dan selulosa itu sendiri. Selain itu banyaknya puncak terbentuk karena masih terdapatnya kandungan air yang cukup banyak pada serbuk eceng gondok sebelum isolasi. Pada **Gambar 2.14**, diperoleh adanya puncak pada  $2348,03 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus H-C-H, beberapa gugus -OH yaitu pada puncak  $3700 - 3800 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan terbentuknya kelompok ikatan hidrogen antara atom hidrogen dalam satu kelompok gugus hidroksil dalam suatu monomer glukosa dan atom oksigen dari gugus hidroksil lain monomer glukosa pada rantai polimer selulosa (Saputra *dkk.*, 2014). Selain itu, terbaca pula puncak pada  $1651,79 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus penyerapan air fiber-OH pada tanaman eceng gondok dan puncak  $1064,51$  yang menunjukkan regangan C-O dan struktur dari komponen selulosa. Pada daerah  $806,10 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan puncak serapan karena adanya getaran C-H dari rantai  $\beta$ -glikosidik yang merupakan penghubung antar unit glukosa pada selulosa (Alemdar & Sain, 2008). Dari Gambar tersebut pula nampak puncak getaran pada daerah sekitar  $1700 \text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya gugus karboksil dan keton serta adanya cincin aromatik benzen yang mengindikasikan keberadaan hemiselulosa dan lignin pada eceng gondok.



**Gambar 2.13** FTIR eceng gondok

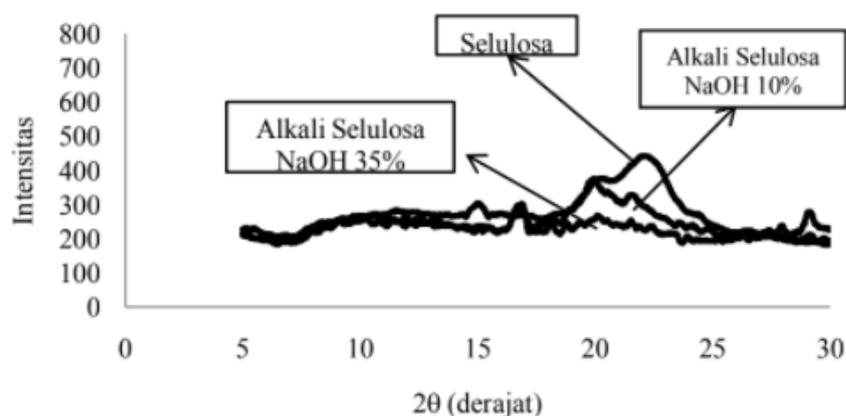
Pada **Gambar 2.14** dapat dilihat spektra FTIR dari selulosa yang diperoleh dari proses isolasi eceng gondok. Pada gambar ini terlihat bahwa beberapa spektra menghilang karena adanya proses isolasi kimiawi selulosa yang menghilangkan lilin, pektin, lignin, hemiselulosa, dan zat-zat lainnya. Adanya puncak pada  $3431,00 \text{ cm}^{-1}$  mengindikasikan gugus O-H pada selulosa, puncak  $2994,12 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan keberadaan gugus O-H yang mengindikasikan kandungan lignin dan hemiselulosa yang masih terbawa setelah proses isolasi selulosa, dan

puncak  $1633,62\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan gugus fiber O-H untuk penyerapan air selulosa. Keberadaan selulosa ditunjukkan oleh munculnya gugus  $\text{-CH}_2$  pada puncak  $1427,72\text{ cm}^{-1}$ , gugus C-O pada puncak  $1061,67\text{ cm}^{-1}$ , dan gugus C-H pada puncak  $870,58\text{ cm}^{-1}$ .



Gambar 2.14 FTIR selulosa

Pada Gambar 2.15 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.



Gambar 2.15 Perbandingan uji XRD selulosa dan alkali selulosa

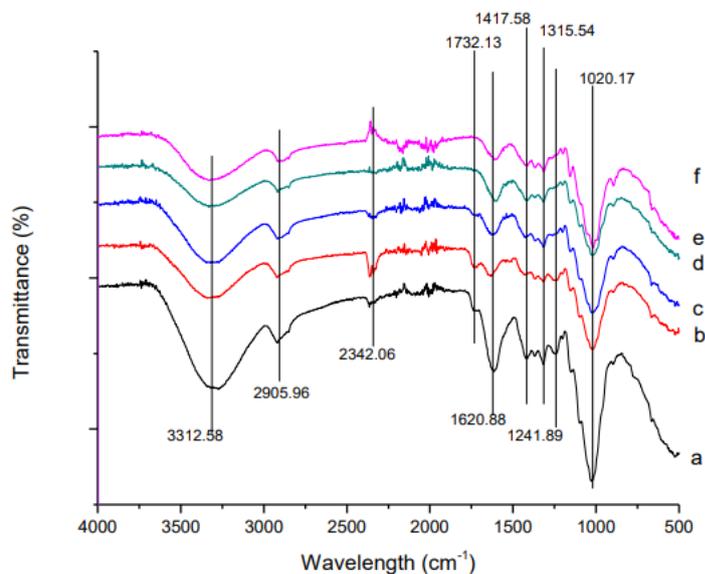
Menurut penelitian Adis Mahendra & Mitarlis (2017), tentang sintesis dan karakterisasi CMC dari selulosa eceng gondok, ada 4 tahap yang akan dilakukan pada penelitian ini. Sintesis CMC dilakukan dengan proses alkalisasi, karboksimetilasi, netralisasi, dan pengeringan. Proses alkalisasi merupakan proses saat terjadi reaksi substitusi antara gugus hidroksil dengan NaOH menghasilkan natrium selulosa. Sedangkan karboksimetilasi merupakan proses dimana terjadi reaksi substitusi terjadi antara gugus Na pada natrium selulosa dengan gugus natrium kloroasetat menghasilkan CMC. CMC tersebut kemudian dinetralkan dengan ditambahkan asam asetat dikarenakan pada saat proses sintesis suasana CMC dalam keadaan alkali. Dan tahap terakhir yaitu identifikasi CMC. CMC dikarakterisasi meliputi uji tekstur, uji warna, uji

DS, uji pH, uji kadar NaCl, kemurnian CMC, persen hasil CMC, rendemen CMC, dan penentuan gugus fungsi dengan FTIR.

Rendemen selulosa setiap variasi jenis pelarut berbeda dimana selulosa dengan pelarut  $H_2O_2$  memiliki rendemen paling kecil dibandingkan dengan selulosa dengan pelarut NaClO dan NaOH. Hal ini dikarenakan selulosa dengan pelarut  $H_2O_2$  memiliki perlakuan paling efektif terhadap proses isolasi selulosa yang dikontrol pada pH 10. Dikarenakan pada pH 10 peroksida akan terdekomposisi menjadi ion perhidroksil ( $HOO^-$ ). Keefektifan pelarut  $H_2O_2$  pada proses isolasi selulosa menghasilkan hasil yang sebanding antara rendemen dan warna dimana semakin kecil rendemen maka semakin banyak pula lignin dan hemiselulosa yang terdegradasi sehingga menghasilkan warna yang lebih cerah dan selulosa dengan pelarut NaClO dan NaOH yang memiliki rendemen lebih besar dan memiliki warna yang kurang cerah mengindikasikan bahwa lignin pada selulosa tersebut belum terdegradasi secara sempurna sehingga proses isolasi selulosa dengan pelarut NaClO dan NaOH kurang efektif dilakukan pada pH 10.

Eduart dkk (2018) melakukan penelitian tentang pengaruh reaksi alkalisasi-oksidasi terhadap porositas dan kandungan selulosa serat eceng gondok. Dalam penelitian ini, peneliti berasumsi bahwa penggunaan larutan alkali dan asam belum mampu menghilangkan lignin dan hemiselulosa secara efisien. Oleh sebab itu, peneliti menggunakan paduan alkalisasi – oksidasi sebagai paduan dengan metode tertentu untuk memperoleh hasil yang maksimal berupa peningkatan kandungan selulosa. Larutan yang digunakan adalah larutan NaOH, HCl, NaClO, dan larutan NaClO-NaOH-NaClO.

Ketika serat eceng gondok direndam dalam pelarut HCl, tidak terjadi reaksi yang signifikan antara senyawa non-selulosa dan HCl. Hal ini disebabkan selain waktu perendaman yang hanya 2 jam, juga tidak diberikan pemanasan. Selain itu, HCl hanya mampu bereaksi dengan *xylose* pada senyawa hemiselulosa. Larutan HCl tidak mampu memecah ikatan benzena pada lignin. Hal ini terbukti dari hasil spektrum FTIR yang dapat dilihat pada **Gambar 2.16** khususnya HCl yang mirip dengan hasil spektrum serat eceng gondok tanpa perlakuan. Adapun proses alkalisasi dan oksidasi mampu memecah ikatan ester C=O pada senyawa non-selulosa, bahkan larutan oksidasi yang dalam hal ini adalah NaClO mampu memutuskan ikatan benzena pada lignin.

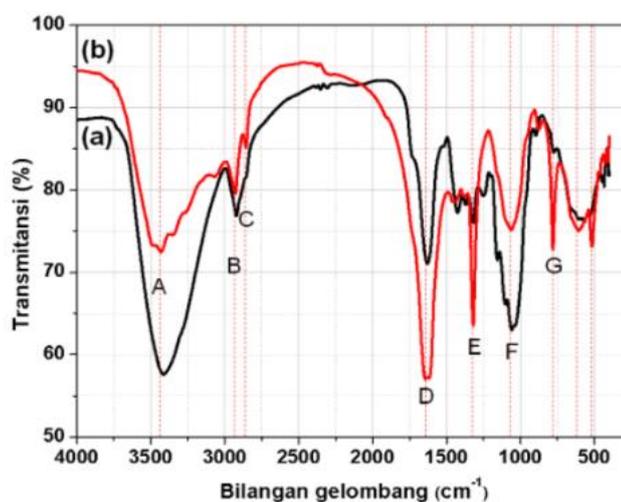


**Gambar 2.16** Spektrum FTIR dari (a) *untreated* serat eceng gondok, (b) HCl-treated, (c) NaOH-treated, (d) NaClO-treated, dan (e) NaClO-NaOH-NaClO-treated.

Sehingga dari hasil penelitian yang dilakukan oleh Eduart *dkk* (2018) ini diperoleh bahwa penggunaan larutan alkali-oksida seperti NaClO-NaOH-NaClO mampu meningkatkan sifat fisika serat berupa penurunan porositas sebesar 0,39% dan peningkatan kandungan selulosa serat sebesar 90,24%. Terjadi perubahan serapan panjang gelombang pada grafik FTIR yang menandakan terjadinya perubahan struktur pascaserat eceng gondok. Terjadi penurunan bahkan hilangnya peak  $1732.13\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan C=O *stretching vibration*, menandakan hilangnya lignin dan hemiselulosa. Perbedaan pelarut yang digunakan juga menyebabkan terjadinya perbedaan % massa loss. Massa loss paling tinggi terdapat pada serat eceng gondok dalam pelarut NaClO-NaOH-NaClO. tingginya persentase massa loss disebabkan karena lignin, hemiselulosa dan pectin dalam serat telah terdegradasi dan hilang bersama dengan filtrat.

Jeesica *dkk* (2019) melakukan penelitian tentang isolasi mikroselulosa menggunakan metode *bleaching*-alkalinasi. Isolasi diawali dengan proses pemutihan atau *bleaching* yang bertujuan untuk menghilangkan kandungan lignin dan zat pengotor lain yang terdapat pada serat eceng gondok. Pemutihan dilakukan menggunakan larutan natrium hipoklorit (NaOCl). NaOCl di dalam air akan menghasilkan ion hidroksil dan asam *hypochlorous* (HOCl) yang merupakan oksidator kuat dan dapat memutuskan ikatan lignoselulosa (*delignifikasi*) dan ikatan eter dalam struktur lignin, sehingga derajat keputihan serat eceng gondok akan meningkat (Rachmawaty *dkk*, 2013). Untuk mendapatkan ukuran serat dalam ukuran mikrometer, proses pemutihan dalam penelitian ini dilakukan bersamaan dengan pengadukan dan pemanasan dengan suhu yang tidak terlalu tinggi dalam waktu kurang dari 5 jam untuk mencegah kerusakan struktur selulosa.

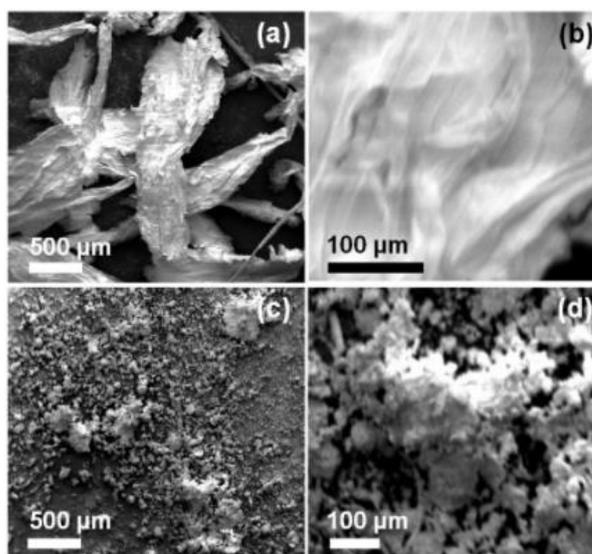
Indikator keberhasilan isolasi selulosa eceng gondok dipelajari dari analisa gugus fungsi isolat selulosa dengan spektrofotometer FTIR. Profil spektra FTIR yang membandingkan spektrum FTIR sebelum dan sesudah perlakuan *bleaching* dan alkalinasi berturut-turut ditunjukkan dalam **Gambar 2.17**.



**Gambar 2.17** Profil spektra FTIR EG (a) sebelum dan (b) sesudah perlakuan. Representasi puncak-puncak A – G

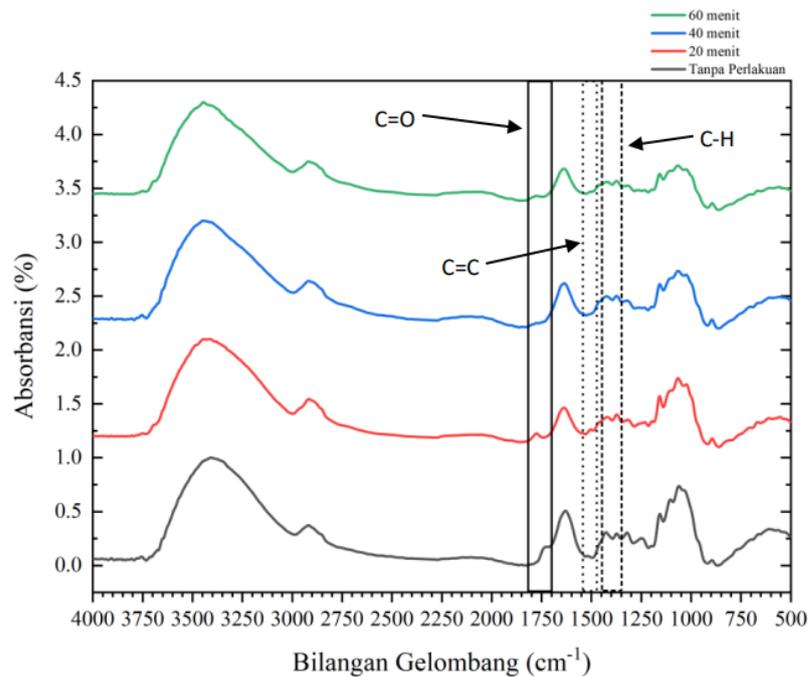
Jika dibandingkan dengan sesudah perlakuan, serat EG mempunyai profil FTIR yang berbeda secara signifikan dengan hasil isolat selulosa. Sebagai contoh serapan gugus OH serat EG sebelum isolasi pada bilangan gelombang  $\sim 3420\text{ cm}^{-1}$  (puncak A) sangat lebar menyatakan bahwa serat EG memiliki 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 antarlignin, hemiselulosa dan selulosa.

Berdasarkan hasil uji SEM yang ditunjukkan pada **Gambar 2.18**, terlihat bahwa struktur morfologis material awal serat EG, terlihat dalam Gambar 2.18 (a) dan (b), berupa serat-serat halus dan tipis, sedangkan selulosa EG, terlihat dalam Gambar 2.18 (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 lignin, hemiselulosa dan selulosa. Berdasarkan gambar SEM pada Gambar 2.18 (e), butiran kristal selulosa hasil isolasi didapati berukuran mikrometer.



**Gambar 2.18** Penampang morfologis serat EG sebelum dan sesudah perlakuan hasil pengamatan dengan SEM: (a) material awal serat EG dengan perbesaran 5 $\times$  dan (b) 500 $\times$ , (c) selulosa EG perbesaran 5 $\times$  dan (d) 500 $\times$ .

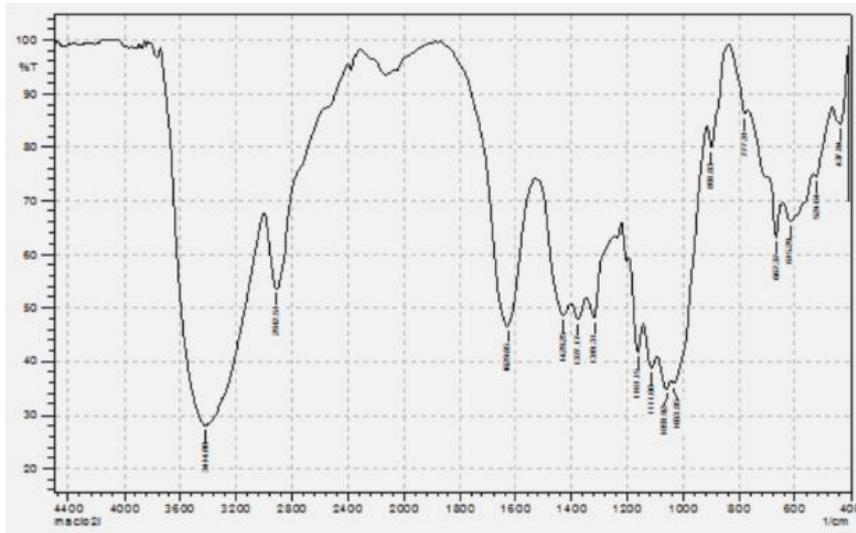
Pada tahun 2020, Ainun Zulfikar dkk melakukan penelitian tentang pengaruh waktu alkalisasi pada ekstraksi selulosa menggunakan larutan NaOH 17,5%. Proses alkalisasi dilakukan dalam empat variabel waktu alkalisasi, yaitu tanpa perlakuan, 20 menit, 40 menit, dan 60 menit. Proses ini dilakukan dengan merendam serat eceng gondok di dalam larutan NaOH 17,5% (w/v) di dalam labu leher 3 dengan diberi pemanasan di rentang temperatur 80°C-90°C. Alkalisasi merupakan metode yang paling banyak digunakan yang memiliki tujuan untuk menghilangkan kandungan lignin dan minyak yang menutupi permukaan luar serat (Pratama dkk, 2017). Proses alkalisasi menggunakan NaOH menunjukkan peningkatan kristalinitas yang tinggi. Hal ini dikarenakan proses tersebut dapat meluruhkan lignin pada permukaan, sehingga diperoleh serat mikrofibril selulosa dengan kristalinitas yang tinggi (Mustafa dkk, 2015). Hasil dari penelitian ini adalah hasil kandungan selulosa yang diperoleh mengalami perubahan seiring dengan waktu alkalisasi. Waktu alkalisasi mempengaruhi kandungan lignoselulosa yang terdapat dalam serat. Pada serat perlakuan alkalisasi 40 menit kandungan selulosa meningkat sedikit daripada variabel 20 menit, yaitu dari 53,3% menjadi 53,5%. Sedangkan pada perlakuan alkalisasi 60 menit, selulosa mengalami penurunan yang signifikan dari 53,5 menjadi 40,5%. Penurunan kadar selulosa disebabkan adanya struktur selulosa yang terbuka dan molekul selulosa terdispersi secara bebas di dalam larutan. Pada **Gambar 2.19** karakterisasi dengan FTIR didapati adanya pergeseran gugus fungsi C-H (daerah frekuensi 675-995  $\text{cm}^{-1}$ ) pada daerah milik selulosa serta C=O dan C-H (1610-1680  $\text{cm}^{-1}$  hingga 2850-2970  $\text{cm}^{-1}$ ) milik hemiselulosa yang intensitasnya menurun dan selulosa yang intensitasnya meningkat dibandingkan variabel yang lain.



**Gambar 2.19** Grafik Perbandingan Hasil FTIR pada Setiap Sampel Uji

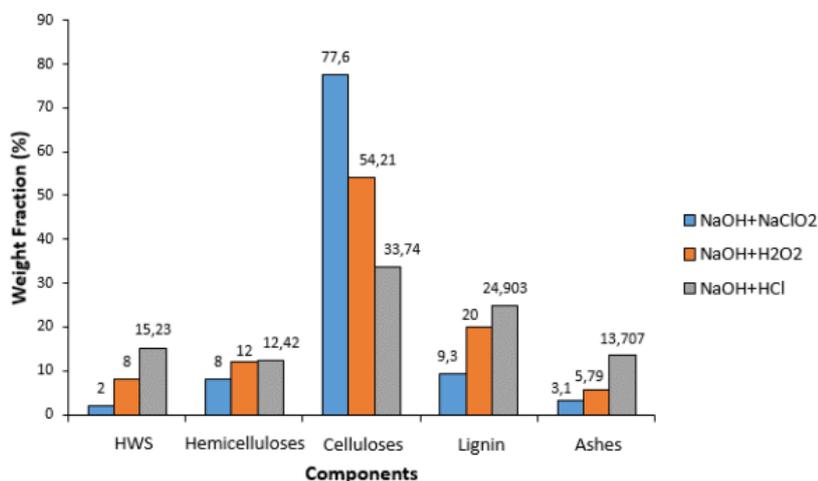
Endang dkk (2021) melakukan penelitian tentang ekstraksi dan karakterisasi selulosa eceng gondok menggunakan variasi jenis pelarut sehingga didapat konversi serat yang optimum. Agar eceng gondok bisa dijadikan bahan baku C-Dots, harus dilakukan pemisahan hemiselulosa dan ligninnya karena akan berpengaruh pada proses karbonisasi. Oleh karena itu, perlu dilakukan pretreatment untuk mendapatkan serat selulosa murni salah satunya yaitu ekstraksi. Proses ini dilakukan melalui dua tahap yaitu proses delignifikasi menggunakan NaOH 4% dan proses bleaching dengan memvariasikan jenis pelarut yaitu NaClO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> dan HCl pada konsentrasi 3%. Selulosa yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR dan HPLC (*High Pressure Liquid Chromatography*).

Ekstraksi selulosa menggunakan larutan NaOH 4% dan NaClO<sub>2</sub> 3% menghasilkan lignin yang mengendap pada dasar larutan dan residu berupa selulosa yang lunak dan berwarna putih. NaClO<sub>2</sub> merupakan zat pemutih oksidator yang berfungsi untuk mendegradasi dan menghilangkan zat penyebab warna coklat yang ditimbulkan oleh lignin (Rizky. D. H, 2012). Residu dikeringkan di dalam oven dan menghasilkan selulosa berwarna putih yang menunjukkan bahwa diperolehnya selulosa dari proses ekstraksi. Selulosa yang dihasilkan dari proses ekstraksi sebesar 23,05% dari batang eceng gondok kering. Nilai persentase yang masih rendah disebabkan sebagian besar selulosa ada yang terlarut di dalam larutan ekstraksi. Hasil spektrum analisis FTIR yang dihasilkan diperlihatkan pada **Gambar 2.20**. Didapatkan adanya puncak pada 2912,51 cm<sup>-1</sup> dan 3414 cm<sup>-1</sup> 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 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.



**Gambar 2.20** Spektrum analisis FTIR residu dengan NaOH 4% dan NaClO<sub>2</sub> 3%

Persen berat selulosa dan lignin yang dihasilkan berdasarkan kepada hasil analisis HPLC diperlihatkan pada **Gambar 2.21**. berat selulosa tertinggi dan berat lignin hemiselulosa terendah terjadi pada residu dengan variasi NaOH 4% dan NaClO<sub>2</sub> 3%. Terlihat pada **Gambar 2.21** bahwa berat selulosa tertinggi sebesar 77,60%. Sedangkan berat hemiselulosa dan lignin berturut turut sebesar 8% dan 9,3%. Hal ini memperlihatkan bahwa selulosa berhasil diekstrak dan dipisahkan dari hemiselulosa dan lignin dengan baik. Dengan demikian NaOH 4% dan NaClO<sub>2</sub> 3% merupakan pelarut yang efektif digunakan untuk memurnikan selulosa dengan melepaskan zat-zat pada batang eceng gondok dari selulosanya.

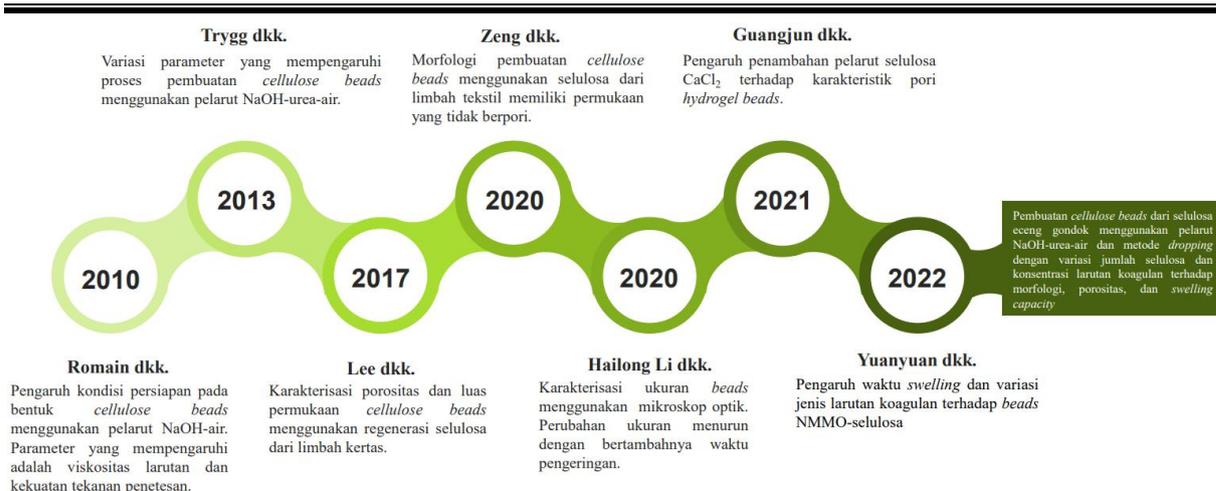


**Gambar 2.21** Hasil analisis HPLC

Sehingga dilakukan penelitian untuk mensintesis selulosa eceng gondok dengan menggunakan referensi penelitian Endang dkk (2021).

#### 2.4.2 Sintesis Cellulose Beads

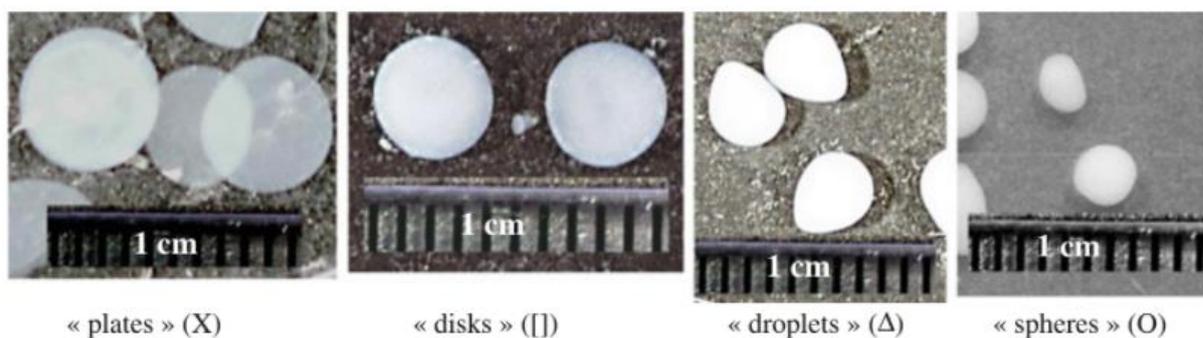
Penelitian sebelumnya yang mendasari dari penelitian ini dapat dirangkum dalam grafik *milestone* pada **Gambar 2.22**.



**Gambar 2.22** Milestone penelitian sebelumnya tentang sintesis *cellulose beads*

Romain dkk (2010) melakukan penelitian tentang pengaruh kondisi persiapan pada bentuk *cellulose beads* yang berpori basah dan kering menggunakan pelarut NaOH-air. *Cellulose beads* basah dan kering yang sangat berpori dibuat dari larutan selulosa-8% NaOH-air dengan membuat tetesan dan selulosa dikoagulasi pada bak air. Tiga parameter divariasikan: (i) jarak  $h$  antara ujung pipet dan permukaan bak, (ii) *bath temperature*  $T$ , dan (iii) waktu tunda  $t$  sehingga larutan disimpan pada suhu 20°C di dalam reservoir.

*Beads* dari berbagai bentuk diperoleh, dari yang sangat tipis, hampir seperti piringan transparan, hingga bulat. Secara keseluruhan, sekitar beberapa ribu *beads* disiapkan dan dianalisis secara visual. Untuk mengkorelasikan kondisi pemrosesan dan bentuk *beads*, pada **Gambar 2.23** sekitar 30 *beads* dari setiap kategori diukur: (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 2.23** *Cellulose beads* basah dengan bermacam-macam bentuk.

Parameter utama yang mempengaruhi bentuk *beads* adalah viskositas larutan dan kekuatan *shock droplet* pada permukaan bak koagulasi. Berbagai bubuk anorganik digunakan untuk menunjukkan kemungkinan enkapsulasi partikel menjadi selulosa dan *beads* aeroselulosa.

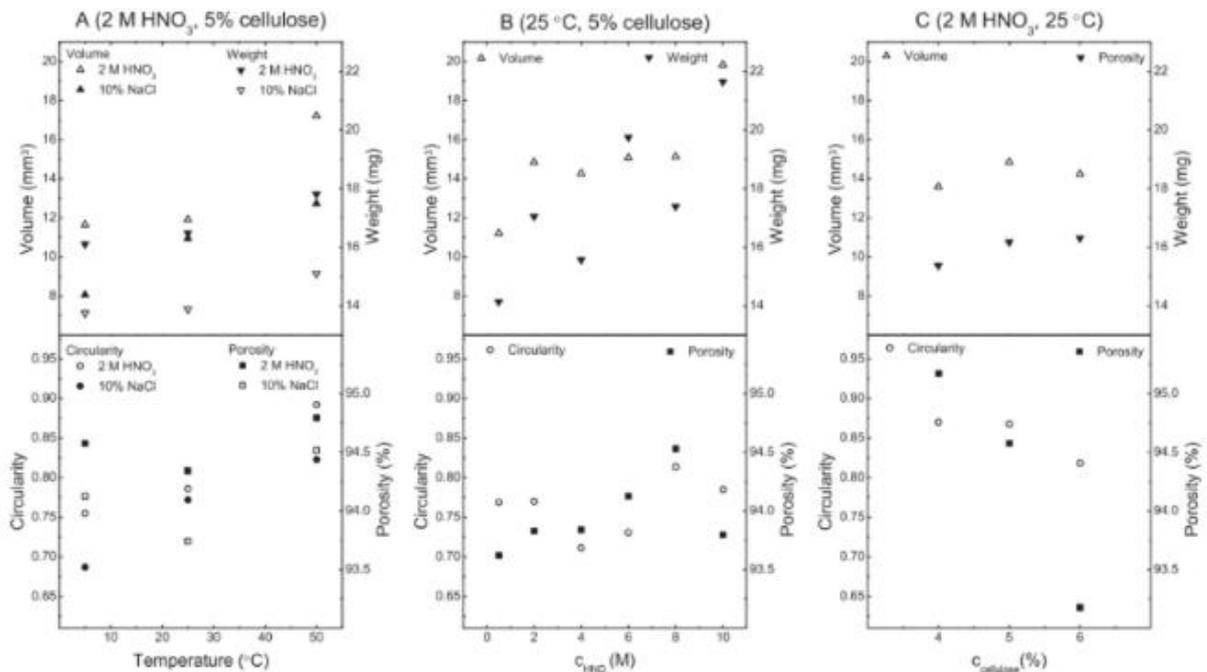
Trygg dkk (2013) melakukan penelitian tentang desain fisikokimia morfologi dan ultrastruktur *cellulose beads* menggunakan pelarut NaOH-urea-air. Tahap pertama yang dilakukan yaitu melakukan praperlakuan selulosa menjadi pulp. Kemudian tahap selanjutnya yaitu pelarutan selulosa menggunakan larutan NaOH 7%, urea 12%, dan air. Setelah pelarutan

selulosa, tahap selanjutnya yaitu proses koagulasi menggunakan asam nitrat sebagai koagulan dengan variasi konsentrasinya.

Volume dan berat diamati meningkat dengan meningkatnya suhu (**Gambar 2.24 (A atas)**) untuk asam nitrat dan air asin. Pada suhu yang lebih tinggi, koagulasi terjadi lebih cepat daripada pada suhu yang lebih rendah. Hal ini menyebabkan lapisan kulit menjadi lebih kencang dan dimensi droplet tetap terjaga. Masuk akal bahwa pada suhu yang lebih rendah koagulasi yang lebih lambat mengemas molekul selulosa lebih padat dan proses koagulasi di dalam lapisan kulit menarik lapisan luar lebih dekat dan menyebabkan sedikit penyusutan *beads*. Ketika suhu meningkat, nilai puncak meningkat dan distribusi menyempit. Karena *beads beads* yang lebih besar dapat menampung lebih banyak air di dalamnya, beratnya meningkat seiring dengan volume. Karena volume dan berat meningkat secara bersamaan, nilai porositas berubah relatif sedikit (**Gambar 2.24 (A bawah)**). Namun, penurunan porositas pada 5-25°C dapat dilihat, diikuti oleh peningkatan pada 50°C. Ini menunjukkan proporsi mesopori mikro dan kecil yang lebih tinggi pada 25°C dan pori makro pada 50°C.

Ketika konsentrasi asam nitrat ditingkatkan dari 2 M menjadi 8 M, volume tidak berubah (**Gambar 2.24 (B atas)**). Namun, asam 0,5 M menghasilkan *beads* yang lebih kecil dan asam 10 M lebih besar. Nilai berat mengikuti tren yang sama, dengan pengecualian berat *beads* yang digumpalkan menjadi asam 4 dan 6 M. Hal ini dapat dijelaskan dengan nilai distribusi ukuran lebar dan karenanya fluktuasi nilai volume dan berat. Sirkularitas tidak banyak berubah dengan meningkatnya konsentrasi asam. *Beads* mengambil bentuk mereka segera setelah kontak dengan asam dan pembentukan ekor minimal selama jatuhnya tetesan. Nilai porositas meningkat ketika konsentrasi asam ditingkatkan dari 0,5 menjadi 8 M. *Beads* yang dikoagulasi menjadi asam 10 M jelas memiliki porositas yang lebih rendah. Ini mungkin karena mekanisme koagulasi yang berubah. Peningkatan porositas menunjukkan bahwa lebih banyak makropori.

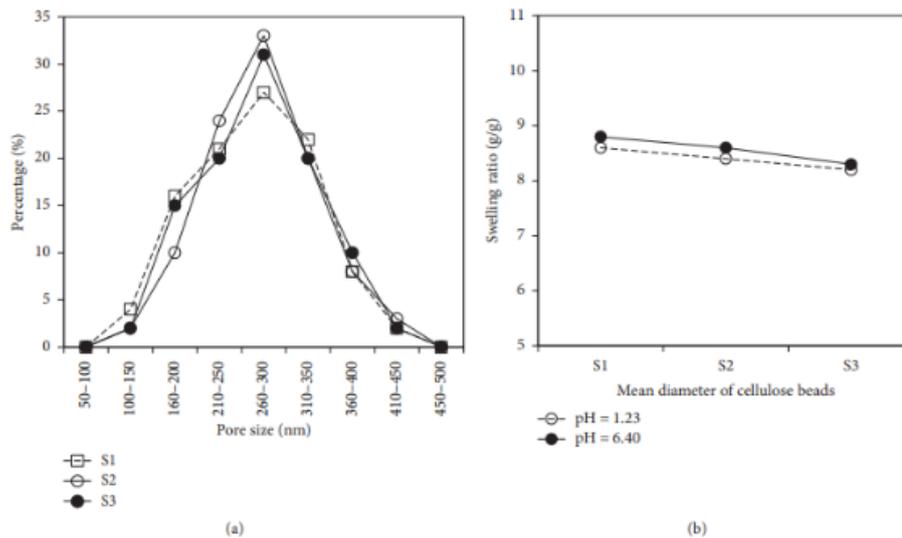
Konsentrasi selulosa dalam NaOH–urea–air memiliki pengaruh yang kecil terhadap volume dan berat (**Gambar 2.24 (C atas)**). *Beads* dikoagulasi menjadi asam 2 M pada suhu 25°C, yang menyebabkan pembentukan lapisan kulit yang cepat. Karena dimensi tidak banyak berubah, perubahan parameter distribusi berat dan ukuran juga kecil. Nilai puncak tidak berubah dan lebar distribusi sempit untuk semua konsentrasi selulosa, 6% menjadi sedikit lebih lebar dari yang lain. Konsentrasi selulosa memiliki efek yang sangat kecil pada sirkularitas (**Gambar 2.24 (C, bawah)**). Penurunan kecil terlihat pada sirkularitas saat konsentrasi 6%. Hal ini disebabkan viskositas yang lebih tinggi dan pembentukan ekor ketika tetesan meninggalkan ujung. Namun, porositas menurun dengan meningkatnya konsentrasi selulosa (**Gambar 2.24 (C, bawah)**). Karena volume konstan diisi dengan lebih banyak selulosa, kepadatan nyata selulosa ditemukan lebih tinggi. Dengan konsentrasi selulosa rendah, volume yang sama diisi dengan lebih banyak rongga. Ketika konsentrasi selulosa diturunkan lebih lanjut menjadi 3%, *beads* tidak dapat disatukan lagi. Di sisi lain, larutan selulosa dengan konsentrasi di atas 6% terlalu kental untuk dikeluarkan melalui ujung pipet tanpa membentuk aliran kontinu.



**Gambar 2.24** Pengaruh (A) suhu, (B) konsentrasi asam, dan (C) konsentrasi selulosa terhadap volume ( $\Delta$ ,  $\blacktriangle$ ), berat ( $\blacktriangledown$ ,  $\triangledown$ ), sirkulitas ( $\circ$ ,  $\bullet$ ) and porositas ( $\blacksquare$ ,  $\square$ ).

Pada tahun 2017, Lee dkk melakukan penelitian tentang *cellulose beads* berpori yang dibuat dari regenerasi selulosa (kertas bekas). Tahap pertama yaitu membuat serat selulosa dari kertas bekas menggunakan larutan NaOH 12% selama 24 jam untuk menghilangkan partikel sisa tinta dan hemiselulosa. Kemudian serat selulosa yang telah diberi perlakuan dicelup ke dalam larutan HCl untuk menghilangkan kandungan lignin. Serat selulosa yang telah dimurnikan diperoleh dengan cara dicuci bersih dengan air deionisasi kemudian dikeringkan sampai berat konstan dalam oven. Kemurnian serat selulosa dikonfirmasi dengan membandingkan spektrum FTIR dengan alfa-selulosa komersial.

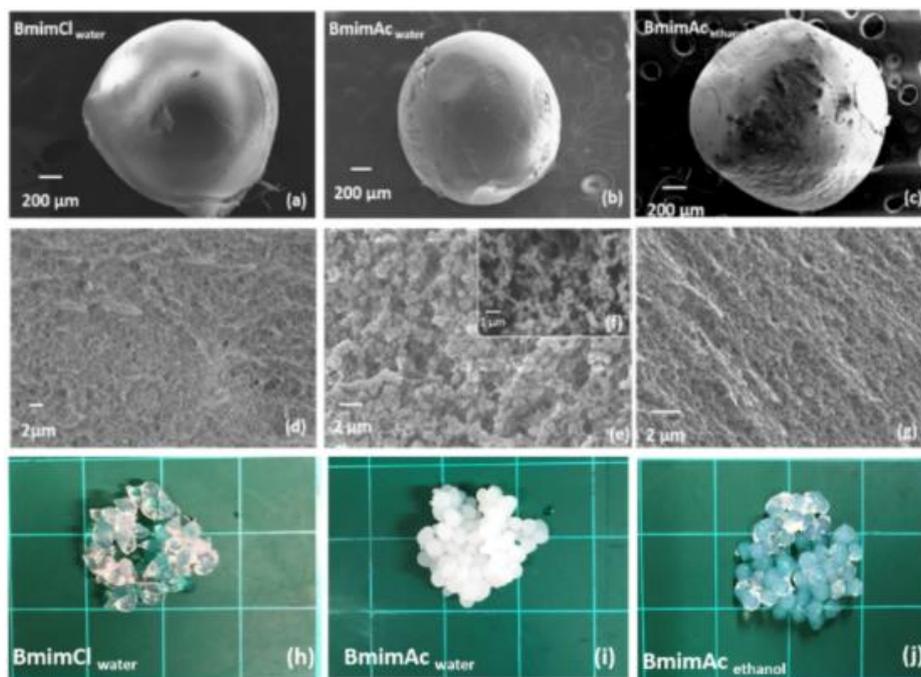
Semua CB yang dibuat diamati memiliki luas permukaan spesifik yang bervariasi dalam kisaran 101-478  $\text{m}^2/\text{g}$  tergantung pada diameter rata-ratanya. CB dengan diameter rata-rata yang lebih kecil diamati memiliki luas permukaan spesifik yang jauh lebih tinggi daripada CB dengan diameter rata-rata yang lebih besar. Distribusi ukuran pori dari semua *cellulose beads* diamati cukup mirip dalam kisaran 100-500 nm dan dengan diameter pori rata-rata sekitar 270 nm yang dapat dilihat pada **Gambar 2.25** (a). Selain itu, butiran selulosa dengan diameter rata-rata yang lebih kecil diamati menunjukkan rasio pengembangan yang sedikit lebih tinggi daripada butiran selulosa dengan diameter rata-rata yang lebih besar yang dapat dikaitkan dengan porositas butiran selulosa yang sedikit lebih tinggi dengan diameter rata-rata yang lebih kecil. Namun, rasio pengembangan semua *beads* tidak terpengaruh oleh pH media pengembangan yang dapat dilihat pada **Gambar 2.25** (b).



**Gambar 2.25** Distribusi ukuran pori (a) dan (b) rasio pengembangan butiran selulosa dengan rentang diameter yang berbeda.

*Beads* selulosa yang sangat berpori dengan ukuran rata-rata yang berbeda dibuat dari selulosa yang diregenerasi dari limbah kertas melalui proses yang mudah dan ramah lingkungan. *Beads* selulosa ini kemudian diisi dengan obat model, kurkumin, di bawah kondisi eksperimental tertentu. Kapasitas pemuatan dan efisiensi pemuatan kurkumin untuk CB sangat dipengaruhi oleh karakteristik morfologinya, terutama porositas, luas permukaan spesifik, dan diameter rata-rata. Kapasitas pemuatan dan efisiensi kurkumin untuk CB dapat dimodulasi dan ditingkatkan melalui optimalisasi konsentrasi larutan kurkumin dan karakteristik morfologi CB, sedangkan profil kinetik pelepasan kurkumin dapat dimodulasi dengan memvariasikan diameter rata-rata CB.

Zeng dkk (2020) melakukan penelitian pembuatan *cellulose beads* dari limbah tekstil (denim 100% *cotton*). Limbah denim dilakukan praperlakuan menggunakan larutan NaOH 10% untuk mengurangi berat molekul denim dan menghilangkan kotorannya. **Gambar 2.26** menunjukkan permukaan dan penampang dari ketiga jenis *beads* yang dibuat dari limbah denim. Diamati bahwa semua *beads* 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 pelarut.



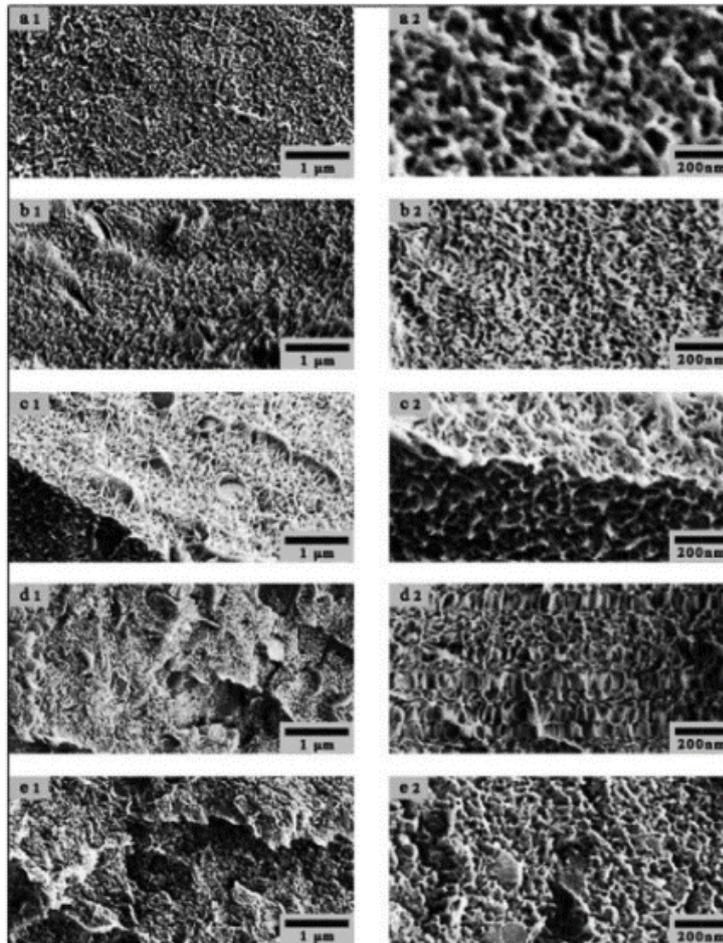
**Gambar 2.26** SEM gambar permukaan (a-c) dan penampang melintang (d-g) dari *cellulose beads* yang dibuat dari limbah denim; (a) dan (d) BmimClwater; (b), (e) dan (f) BmimAcwater; (c) dan (g) BmimAcethanol. (h-j). penampilan *cellulose beads*.

Pada tahun yang sama, Hailong Li dkk melakukan penelitian tentang evolusi makro dan mikrostruktur selama pengeringan *cellulose beads*. Susunan molekul selulosa terlarut selama proses regenerasi masih belum sepenuhnya terbentuk dan tidak dijelaskan bagaimana molekul selulosa terlarut dipengaruhi oleh perubahan, misalnya, suhu, tekanan, dan/atau penyerapan/pelepasan molekul selama regenerasi. Pemahaman menyeluruh tentang mekanisme ini akan menjadi penting untuk persiapan bahan berbasis selulosa, seperti serat, membran dan perekat. Peneliti berhasil menyiapkan *beads* gel selulosa makroskopik dengan mengendapkan larutan selulosa/LiCl/ DMAc menjadi non *solvent* (etanol atau air) dengan ukuran terkontrol. *Beads* tersebut kemudian dibagi menjadi dua fraksi: satu fraksi ditukar dengan pelarut air (air *beads* bengkak) dan yang lain pelarut ditukar dengan etanol (*beads* etanol bengkak). Perubahan makroskopik dari kedua jenis *beads* selulosa ini selama penguapan pelarut dievaluasi dengan mikroskop optik saat pengeringan pada neraca analitik. Pada penelitian ini diamati ukuran *beads* dan didapatkan ukuran menurun dengan bertambahnya waktu penguapan, sementara *beads* mempertahankan bentuk bolanya. Dapat ditentukan bahwa *beads* yang membengkak baik air maupun etanol menyusut secara homogen dan mempertahankan bentuk bulatnya. Jika kita berasumsi bahwa tidak ada rongga atau pori-pori kosong di dalam *beads* selama seluruh proses pengeringan.

Guangjun dkk pada tahun 2021 melakukan penelitian tentang pengaruh penambahan pelarut selulosa  $\text{CaCl}_2$  terhadap karakteristik pori *hydrogel beads*. Di sini *beads* hidrogel selulosa telah dibuat dengan melarutkan selulosa dalam larutan  $\text{ZnCl}_2$  68% dan kemudian mengikat silang rantai polimer melalui ion kalsium. Pencucian *beads* dengan air dan etanol sangat mempengaruhi arsitektur *beads*. Banyak metode kimia termasuk modifikasi selulosa, intrusi pengikat silang, dan penggunaan sistem pelarut yang rumit telah dieksplorasi sebagai strategi yang berguna untuk mengatasi kesulitan ini. Namun, kekurangan yang terkait dengan toksisitas, ancaman lingkungan, konsumsi daya yang lebih tinggi, dan prosedur pemulihan pelarut yang rumit jauh dari protokol hijau telah membatasi utilitasnya hingga minimum. Di

sisi lain, penemuan tentang pelarutan dalam  $ZnCl_2$  solusi menonjol sebagai alat yang menjanjikan, hijau dan berkelanjutan untuk melarutkan selulosa.

Berdasarkan hasil SEM, *beads* tanpa ion kalsium memiliki pori-pori yang lebih halus dan terdistribusi secara merata (**Gambar 2.27** (a)). Namun, ketika konsentrasi kalsium meningkat, pori-pori reguler ( $\sim 50$  nm) terbentuk, yang mengarah ke struktur jaringan yang diatur dalam *beads* (**Gambar 2.27** (b–d)). Lapisan struktur nanopori mulai muncul pada sekitar 70% konsentrasi  $CaCl_2$ , tetapi pada 80%,  $CaCl_2$  mulai mengendap pada *beads* (**Gambar 2.27** (e)). Jadi, 70% konsentrasi  $CaCl_2$  tampaknya optimal untuk mempersiapkan *beads* selulosa (**Gambar 2.27** (d)).



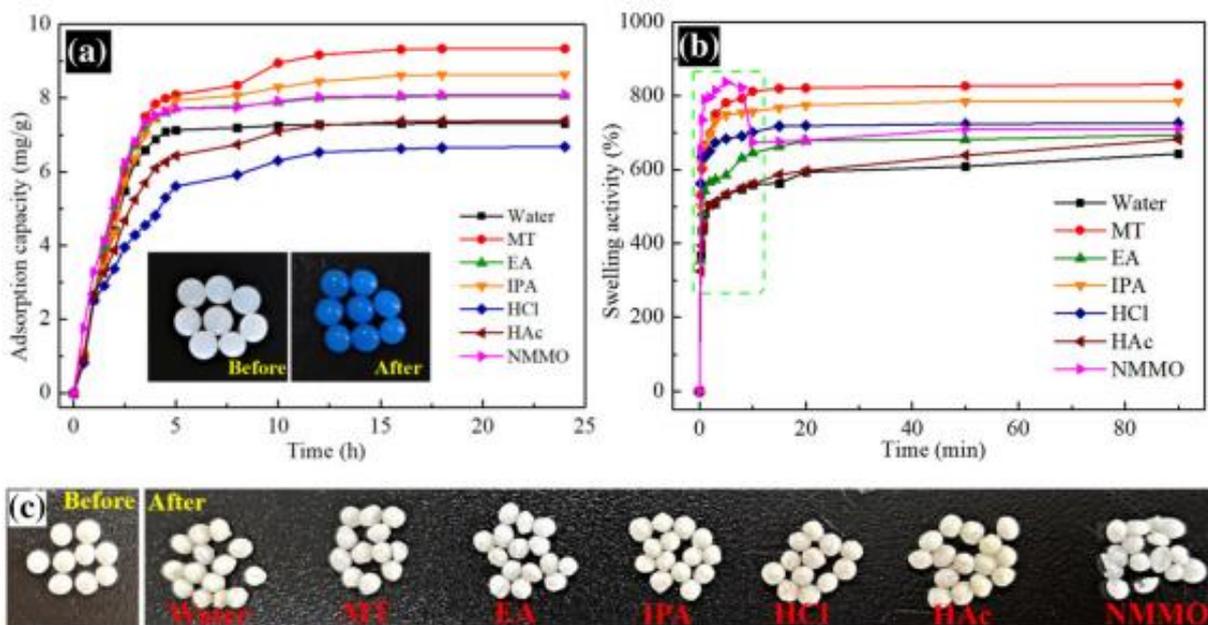
**Gambar 2.27** Penampang *beads* selulosa dengan adanya (a) 0, (b) 35, (c) 58, (d) 70 dan (e) 80%  $CaCl_2$

Penambahan kalsium bertanggung jawab untuk mendapatkan *beads*. Mencuci *beads* dengan air atau etanol mempengaruhi kekuatannya. Sementara kristalinitas *beads* meningkat karena lebih banyak rantai Zn-selulosa yang terikat silang dengan ion kalsium, pencucian air lebih jelas daripada pencucian etanol. Analisis difraksi daya sinar-X mengungkapkan bahwa kompleks Zn-selulosa memiliki puncak baru, tajam dan kristal, bahkan setelah ion kalsium mengikat silang rantai Zn-selulosa yang berdekatan, sedangkan selulosa asli hanya memiliki puncak yang lebar dan dangkal. *Beads* memiliki struktur jaringan berlapis nanopori.

Yuanyuan dkk (2022) melakukan penelitian tentang pengaruh waktu *swelling* dan variasi jenis larutan koagulan terhadap *beads* NMMO-selulosa. Di sini, butiran selulosa yang seragam dan dapat dikontrol dibuat dengan terlebih dahulu melarutkan pulp menjadi Nmetilmorfolina

N-oksida (NMMO), dan kemudian diregenerasi dalam berbagai rendaman koagulasi (air, alkohol, asam, NMMO, dan lain sebagainya). Larutan selulosa ditetaskan ke dalam bak koagulasi yang berbeda dan digumpalkan selama 12 jam untuk membuat butiran selulosa. Selama proses regenerasi selulosa, fase cair larutan selulosa dapat diubah menjadi selulosa padat. Difusi pelarut dan non-pelarut larutan selulosa terjadi di bak koagulasi yang berbeda.

**Gambar 2.28** menunjukkan jumlah air yang diserap oleh butiran selulosa berhubungan dengan porositas dan diameter pori butiran selulosa. Porositas yang lebih tinggi dapat menghasilkan penyerapan air yang lebih baik dan lebih cepat, mengingat tingkat penyerapan air menurun setelah pori-pori mencapai kejenuhan. *Beads* NMMO-selulosa memiliki penyerapan air tertinggi sebelum 8 menit dan kemudian menurun dengan cepat karena pecahnya *beads* selulosa. *Beads* selulosa NMMO memiliki pori-pori yang lebih sedikit, dan struktur internal rantai molekul selulosa kompak. Namun, tanpa dukungan struktur jaringan di dalamnya, butiran selulosa menunjukkan kekuatan mekanik yang rendah setelah menyerap air. *Beads* MT-selulosa menunjukkan penyerapan air yang optimal, dan penyerapan air mereka pada 0,5 menit dan 90 menit bisa mencapai 603,47% dan 830,50%, masing-masing.



**Gambar 2.28** Kapasitas adsorpsi metilen biru oleh *beads* selulosa (a);kemampuan penyerapan air dari *beads* selulosa (b);foto optik *beads* selulosa setelah pembengkakan (c).

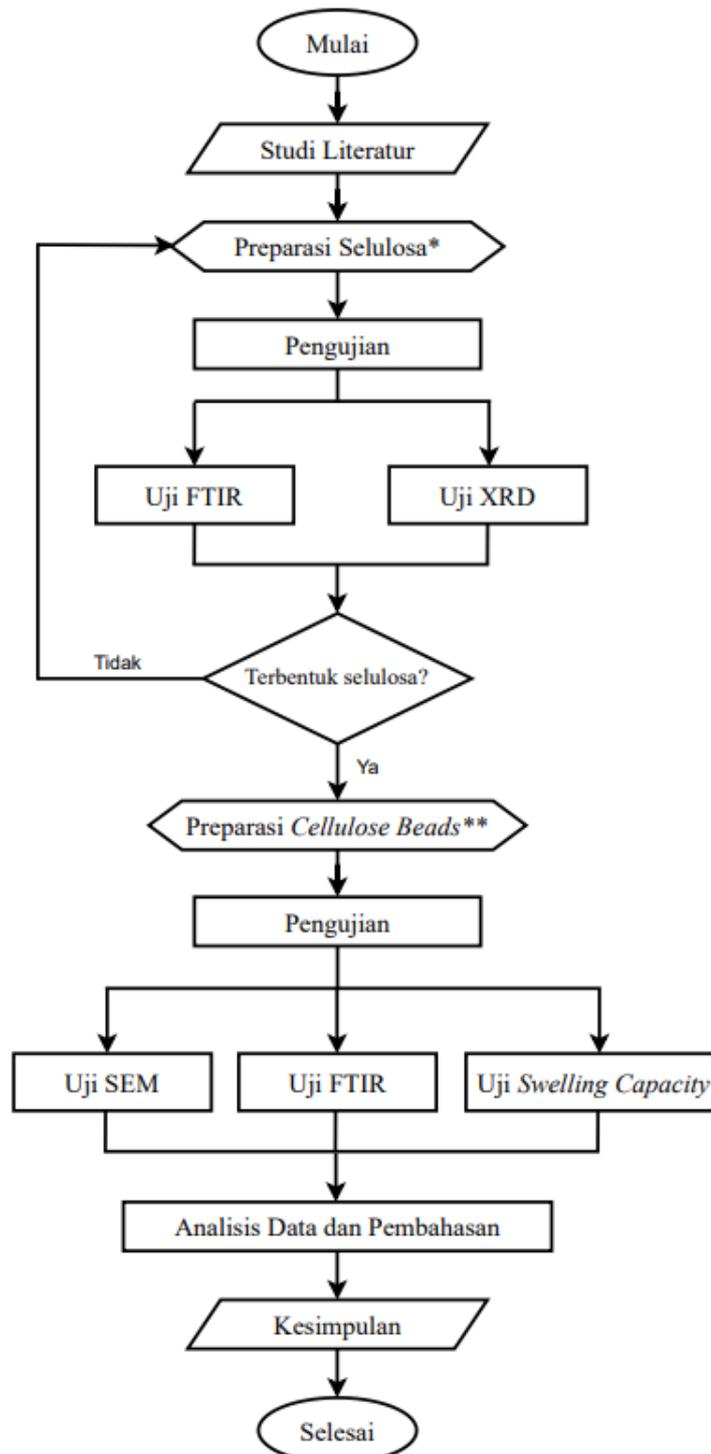
Sehingga dilakukan penelitian untuk menganalisis pengaruh penambahan jumlah selulosa dan konsentrasi larutan koagulan pada proses sintesis *cellulose beads* terhadap morfologi, porositas dan *swelling capacity cellulose beads*.

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

### BAB III METODOLOGI PENELITIAN

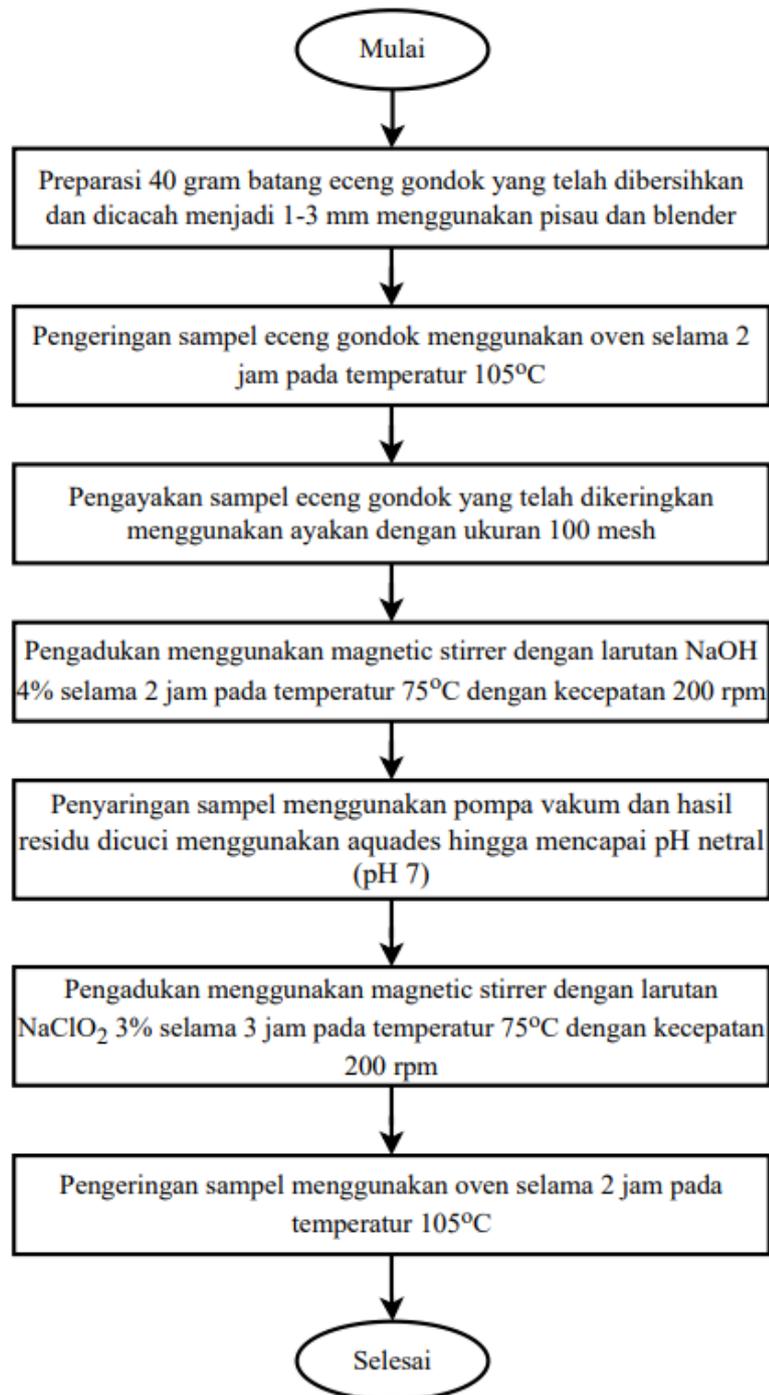
#### 3.1 Diagram Alir

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



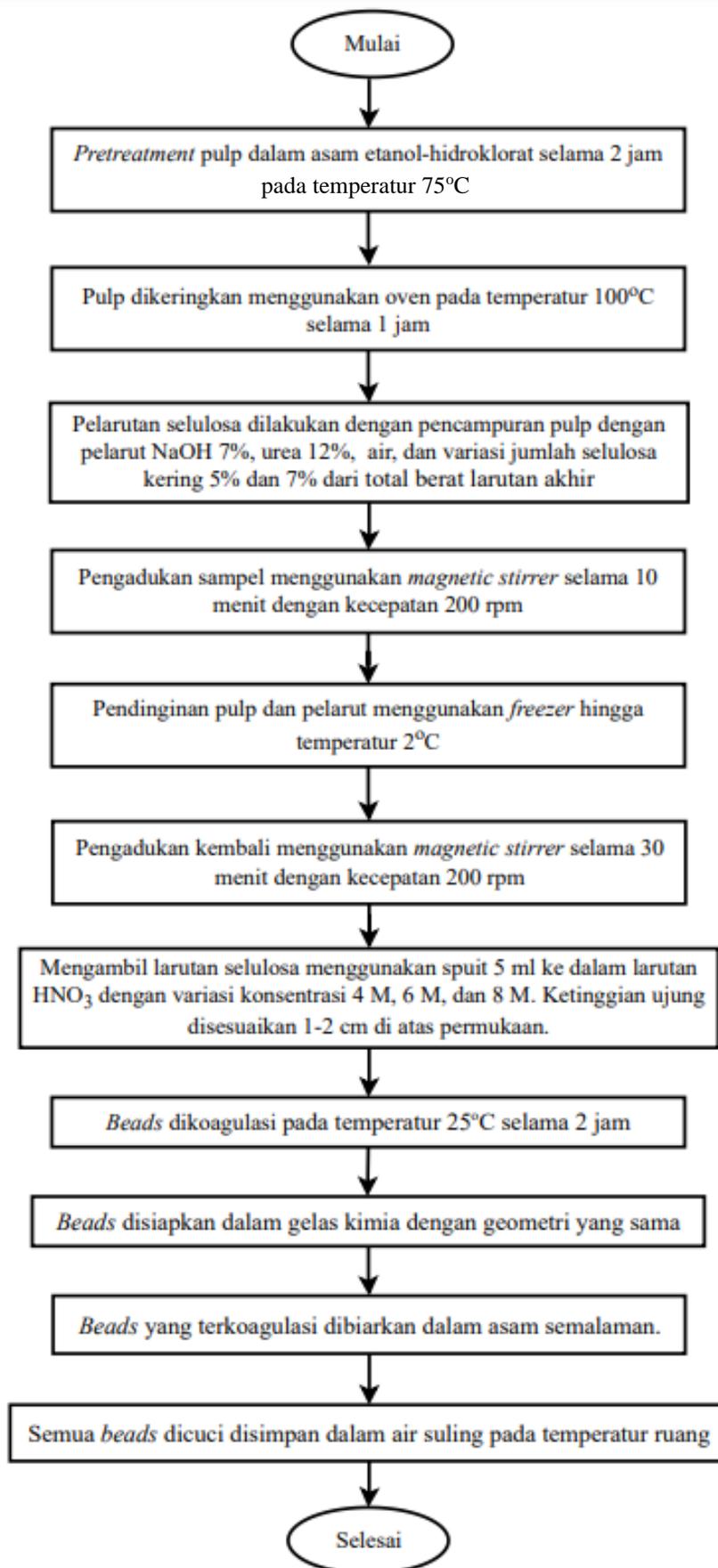
**Gambar 3.1** Diagram alir penelitian

\*Sintesis selulosa eceng gondok



**Gambar 3.2** Diagram alir sintesis selulosa eceng gondok.

\*\*Sintesis *cellulose beads*



**Gambar 3.3** Diagram alir *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 menggunakan blender.
4. Oven  
Penggunaan oven adalah untuk mengeringkan sampel.
5. Pompa vakum  
Pompa vakum digunakan sebagai alat untuk menyaring sampel hasil dari pemanasan gelombang mikro.
6. *Hot plate magnetic stirrer*  
*Hot plate magnetic stirrer* digunakan sebagai alat untuk mengaduk larutan agar larutan yang dihasilkan bersifat homogen.
7. *Stir bar*  
Penggunaan *stir bar* adalah sebagai pengaduk pada *hot plate magnetic stirrer*.
8. Pendingin  
Pendingin digunakan untuk mendinginkan sampel dengan pelarut.
9. *Thermostat*  
Penggunaan *thermostat* adalah untuk melihat temperatur yang telah ditentukan.
10. Titrasi  
Penggunaan titrasi adalah untuk meneteskan larutan selulosa ke dalam bak koagulan.
11. Gelas ukur  
Gelas ukur digunakan untuk tempat menakar larutan kimia yang akan digunakan agar sesuai dengan kebutuhan penelitian.
12. Neraca analitik  
Neraca analitik digunakan sebagai alat untuk menghitung massa dari bahan penelitian.
13. Gelas beaker  
Penggunaan gelas beaker adalah sebagai sebuah tempat untuk aktivitas bahan-bahan kimia berlangsung.

### 3.3 Metode Penelitian

Adapun bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Tanaman Eceng Gondok (*Water Hyacinth*)  
**Gambar 3.4** merupakan gambar tanaman eceng gondok yang diperoleh di perairan sekitar kampus ITS.



**Gambar 3.4** Tanaman eceng gondok di sekitar kampus ITS.

2. Natrium Hidroksida (NaOH) 4%

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



**Gambar 3.5** Natrium hidroksida.

3. Natrium Hidroksida (NaOH) 7%  
Larutan NaOH 7% yang di produksi oleh UD.Sumber Ilmiah Persada. Larutan ini digunakan untuk proses pelarutan selulosa.
4. Natrium Klorit (NaClO<sub>2</sub>) 3%  
**Gambar 3.6** adalah larutan NaClO<sub>2</sub> 3% yang diproduksi oleh PT. Merck digunakan untuk proses *bleaching* selulosa dari eceng gondok.



**Gambar 3.6** Natrium Klorit

5. 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.
6. Asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ )  
Larutan  $\text{HNO}_3$  digunakan sebagai koagulan pada proses pembuatan *cellulose beads*.
7. Urea 12%  
**Gambar 3.7** adalah urea digunakan untuk menjadi pelarut *cellulose beads* bersama larutan NaOH.



**Gambar 3.7** Urea

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

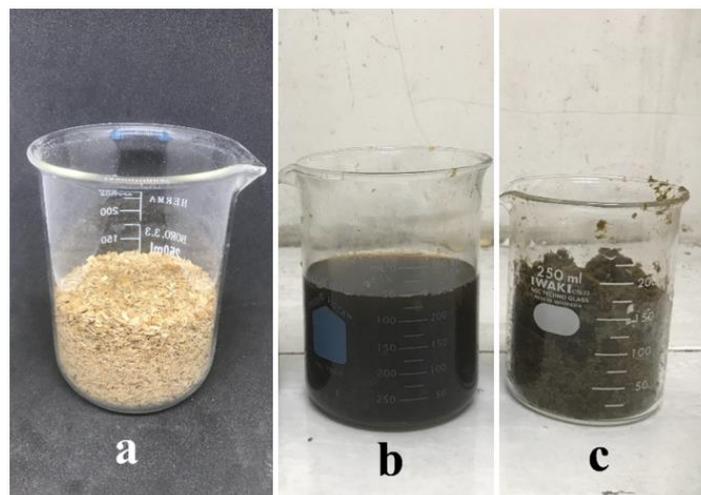
### 3.4 Pengujian

Metode penelitian yang dilakukan pada penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, antara lain:

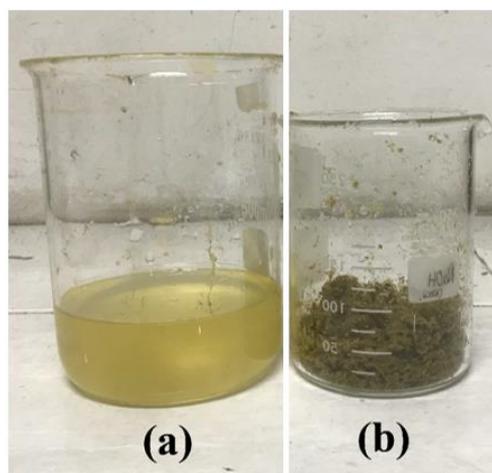
#### 3.4.1 Metode Sintesis Selulosa Eceng Gondok

Sintesis selulosa eceng gondok dilakukan dengan menyiapkan 30 gram batang eceng gondok yang telah dibersihkan dari kotorannya, kemudian dicacah menjadi 1-3 mm menggunakan pisau dan blender. Kemudian batang eceng gondok yang telah dicacah, dikeringkan menggunakan oven pada temperatur  $105^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam.

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  $75^{\circ}\text{C}$  yang ditampilkan pada **Gambar 3.8**. 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  $\text{NaClO}_2$  3% dengan lama waktu pengadukan selama 3 jam pada temperatur  $75^{\circ}\text{C}$  hasil proses *bleaching* ditampilkan pada **Gambar 3.9**, setelah itu residu dikeringkan menggunakan oven pada temperatur  $105^{\circ}\text{C}$  selama 2 jam, proses ini dilakukan sebanyak dua kali.



**Gambar 3.8** Bentuk fisik (a) batang eceng gondok yang telah kering dan dihaluskan (b) lindi hitam hasil delignifikasi (c) ekstrak selulosa hasil delignifikasi



**Gambar 3.9** Hasil (a) filtrat dan (b) residu proses *bleaching*

Perlakuan dengan larutan NaOH 4% dan NaClO<sub>2</sub> 3% akan menghasilkan lignin yang mengendap pada dasar larutan dan residu berupa selulosa yang lunak dan berwarna putih. Kemudian residu dikarakterisasi menggunakan pengujian FTIR dan pengujian XRD untuk mengetahui apakah selulosa layak untuk menjadi bahan baku pada proses sintesis *cellulose beads*.

### 3.4.2 Metode Sintesis *Cellulose Beads*

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 2 jam pada temperatur 75°C. Setelah itu, pulp dikeringkan dalam oven pada temperatur 100°C selama 1 jam kemudian disimpan pada temperatur ruang.

Proses pelarutan selulosa dilakukan dengan mencampurkan pulp yang telah diperlakukan sebelumnya dengan pelarut NaOH 7% dan air sehingga kadar selulosa kering adalah 5% dan 7% 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 setengah jam.

Kemudian tahap proses preparasi produk *cellulose beads* dilakukan dengan cara larutan selulosa diambil langsung dan diekstrusi menggunakan titrasi 20 ml dengan diameter ujung buret titrasi 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.

*Beads* dikoagulasi pada temperatur 25°C dan disimpan pada temperatur tersebut selama 2 jam. *Beads* yang terkoagulasi dibiarkan dalam asam semalaman. Semua *beads* dicuci dan disimpan dalam air suling pada suhu kamar untuk digunakan lebih lanjut. Kemudian produk *cellulose beads* dikarakterisasi menggunakan pengujian SEM, dan pengujian *swelling capacity* untuk mencapai tujuan dari studi ini. Proses sintesis *cellulose beads* dapat dilihat pada **Gambar 3.10**.



**Gambar 3.10** (a) pembuatan *beads* dengan metode *dropping*, (b) pendiaman *beads* di larutan HNO<sub>3</sub>, (c) penyimpanan *beads* dalam aquades

### 3.5 Pengujian

Pengujian ini dilakukan untuk menganalisis 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, pengujian XRD untuk mengetahui derajat kristalinitas selulosa eceng gondok. Sedangkan analisa produk secara kuantitatif dengan menggunakan pengujian *swelling capacity* untuk mengetahui rasio penyerapan dari *cellulose beads* dan juga pengujian SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi seperti ukuran, gambar permukaan dan penampang dari *cellulose beads*, dan juga porositas dengan melihat ukuran pori dari *cellulose beads*.

#### 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. Energi yang diserap sampel pada berbagai frekuensi sinar inframerah direkam, kemudian diteruskan ke interferometer. Sinar pengukuran sampel diubah menjadi interferogram. Perhitungan secara matematika *Fourier Transform* untuk sinyal tersebut akan menghasilkan spektrum yang identik pada spektroskopi 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.

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. **Gambar 3.11** adalah alat FTIR Nicolet iS10 ATR. Pengujian ini dilakukan di Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS Surabaya.



**Gambar 3.11** Alat FTIR

### 3.5.2 Pengujian *X-Ray Diffractometer* (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.

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.

Hasil sintesis selulosa diuji menggunakan *wide-angle X-ray diffraction* (Bruker D 5000) seperti pada **Gambar 3.12** dan pengujian ini dilakukan Departemen Teknik Material dan Metalurgi FTIRS-ITS Surabaya.



**Gambar 3.12** Alat XRD

### 3.5.3 Pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM)

*Scanning Electron Microscopy* (SEM) adalah suatu instrumen yang menghasilkan seberkas elektron pada permukaan spesimen target dan mengumpulkan serta menampilkan sinyal-sinyal yang diberikan oleh material target. SEM digunakan untuk mengetahui morfologi sampel *cellulose beads* dan melihat pori dari *cellulose beads*. 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.

Pengujian SEM dilakukan menggunakan Hitachi Flexsem 1000 dan *software* ImageJ untuk mengetahui morfologi dari *cellulose beads* dan juga ukuran pori untuk mengetahui porositas dari *cellulose beads*. SEM dilakukan untuk mendapatkan hasil dari ukuran, gambar dari permukaan dan penampangnya. **Gambar 3.13** adalah alat pengujian SEM yang digunakan. Pengujian ini dilakukan di Departemen Teknik Mesin FTIRS-ITS Surabaya.



**Gambar 3.13** Alat SEM

### 3.5.4 Pengujian *Swelling Capacity*

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).

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 tisu dan ditimbang. Kapasitas *swelling* dihitung dengan menggunakan **Persamaan 3.1**, dimana  $W_1$  adalah berat sampel setelah *diswelling* dan  $W_0$  adalah berat sampel kering.

$$Q(\%) = \frac{W_1 - W_0}{W_0} \times 100 \quad 3.1$$

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 variasi jumlah selulosa (S) dan konsentrasi larutan koagulan ( $\text{HNO}_3$ ) terhadap karakteristik *cellulose beads* (CB). Pada rancangan sampel, waktu

*pretreatment* yang digunakan adalah 2 jam serta jenis pelarut yang dipakai yaitu NaOH-urea-air dengan konsentrasi NaOH 7%, urea 12%, dan air. Variasi jumlah selulosa yang dipakai yaitu 5 dan 7 wt% dari berat akhir larutan dan variasi konsentrasi larutan koagulan yang digunakan adalah 4, 6, dan 8 M.

**Tabel 3.1** Rancangan sampel beserta komposisi dan pengujiannya

No.	Sampel Selulosa	Jumlah Selulosa	Konsentrasi HNO <sub>3</sub> (M)	FTIR	XRD	SEM	MO	Swelling Capacity
1	<i>Cellulose</i>			✓	✓			
2	CB S5/HNO <sub>3</sub> 4		4	✓		✓	✓	✓
3	CB S5/HNO <sub>3</sub> 6	5%	6	✓		✓	✓	✓
4	CB S5/HNO <sub>3</sub> 8		8	✓		✓	✓	✓
5	CB S7/HNO <sub>3</sub> 4		4	✓		✓	✓	✓
6	CB S7/HNO <sub>3</sub> 6	7%	6	✓		✓	✓	✓
7	CB S7/HNO <sub>3</sub> 8		8	✓		✓	✓	✓

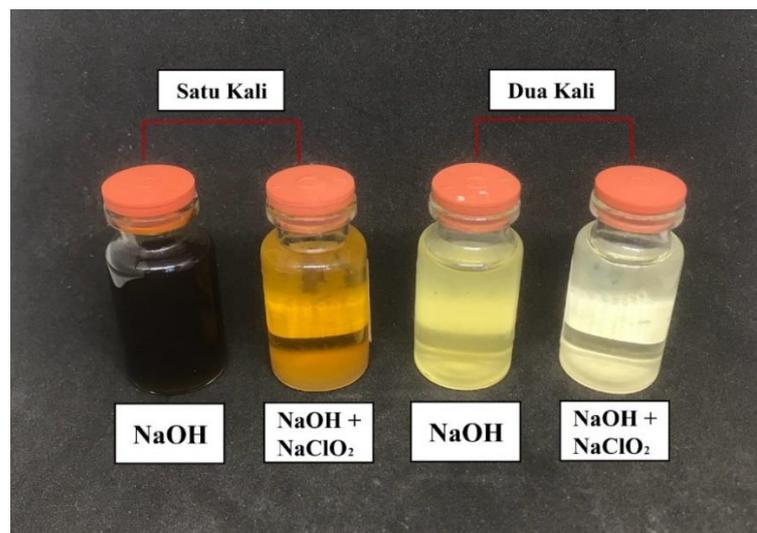
## BAB IV ANALISIS DATA DAN PEMBAHASAN

Dalam penelitian ini disintesis *beads* berbahan selulosa. Penelitian ini dilakukan untuk mempelajari pengaruh jumlah selulosa yang digunakan dan konsentrasi larutan koagulan terhadap morfologi, kapasitas *swelling*, dan porositas *cellulose beads*. Sumber selulosa yang digunakan berasal dari batang tanaman eceng gondok. Pencetakan *beads* dengan menggunakan metode *dropping*. Hasil selulosa dari batang tanaman eceng gondok yang diperoleh dikarakterisasi dengan (a) FTIR untuk mengetahui gugus fungsi yang terbentuk dan (b) XRD untuk mengetahui derajat kristalinitas dari selulosa yang terbentuk. Sedangkan hasil *beads* yang diperoleh dikarakterisasi dengan (a) FTIR untuk mengetahui gugus fungsi selulosa yang terbentuk, (b) mikroskop optik untuk mengetahui bentuk dan ukuran *beads*, (c) SEM untuk mengetahui morfologi partikel, ukuran pori, dan porositas *beads*, dan (d) *swelling test* untuk mengetahui kemampuan daya serap.

### 4.1 Ekstraksi Selulosa Batang Eceng Gondok

Batang eceng gondok yang telah kering dan dihaluskan menggunakan blender seperti pada **Gambar 3.8 (a)** kemudian dilakukan delignifikasi menggunakan larutan NaOH 4%. Delignifikasi menyebabkan putusannya ikatan antara lignin dan selulosa. Hal ini disebabkan karena ion hidroksil dari NaOH menyerang atom H pada gugus OH fenolik lignin yang menyebabkan pemutusan ikatan serta diikuti dengan resonansi. Pemutusan ikatan ini menghasilkan garam fenolat antara ion  $\text{Na}^+$  dengan nukleofil dari lignin yang ditandai dengan warna hitam seperti pada **Gambar 3.8 (b)**.

Hasil delignifikasi dimungkinkan masih terdapat lignin yang ditandai dengan warna kecoklatan sehingga perlu dilakukan proses *bleaching*. Proses ini dapat mendegradasi lignin dari gugus kromofor. Agen *bleaching* yang digunakan adalah  $\text{NaClO}_2$  karena bersifat stabil pada suhu ruang. Oksidator kuat ( $\text{ClO}_2$ ) dapat mendegradasi lignin tanpa merusak struktur selulosa. Selulosa yang diperoleh dengan kemurnian yang tinggi dilakukan proses ekstraksi sebanyak dua kali. Setelah dilakukan proses sebanyak dua kali, maka warna filtrat semakin bening seperti yang terlihat pada **Gambar 4.1**. Hal ini menunjukkan bahwa lignin yang terkandung dalam jumlah sedikit berhasil dipisahkan dari selulosanya.



**Gambar 4.1** Filtrat ekstraksi dengan larutan NaOH 4% dan  $\text{NaClO}_2$  3%

**Gambar 4.2** memperlihatkan serbuk hasil ekstraksi selulosa eceng gondok yang telah diayak. Berat serbuk batang eceng gondok yang dihasilkan setelah ekstraksi ditampilkan pada **Tabel 4.1**.

**Tabel 4.1** Berat serbuk selulosa eceng gondok

Sampel	Berat Awal (gram)	Berat Akhir (gram)	Penurunan dari berat awal (gram)	Yield (%)
EG 1	30	12,52	17,48	58,27
EG 2	30	13,90	16,10	53,67
EG 3	30	11,31	18,69	62,30
Rata-rata		12,58 ± 1,30	17,42 ± 1,30	58,08 ± 0,04

Berat serbuk selulosa eceng gondok per 30 gram sebesar  $12,58 \pm 1,30$  gram dan mengalami penurunan dari berat awal yaitu  $17,42 \pm 1,30$  gram, sehingga massa yang hilang sebanyak  $58,08\% \pm 0,04$ . Turunnya berat tersebut dimungkinkan karena hilangnya senyawa-senyawa non-selulosa. Menurut Eduart (2018), pelarut NaOH-NaClO<sub>2</sub> mampu menghilangkan kandungan senyawa non-selulosa paling banyak diantara pelarut yang lain. Hal ini karena, disamping terjadi reaksi secara oksidasi, juga berlangsung reaksi melalui proses alkalisasi yang menyebabkan senyawa seperti lignin, pectic, dan hemiselulosa mengalami degradasi dan terpisah dari serat, sehingga massa serat berkurang.



**Gambar 4.2** Serbuk selulosa eceng gondok

#### 4.2 Pembuatan *Beads* Selulosa Eceng Gondok

*Beads* selulosa dari eceng gondok dibuat dengan teknik *dropping*. Teknik ini dilakukan dengan meneteskan larutan selulosa pada larutan koagulan HNO<sub>3</sub> menggunakan titrasi. Larutan selulosa diberi *pre-treatment* menggunakan asam etanol-hidroklorat selama 2 jam. *Pre-treatment* tersebut diharapkan dapat menyempurnakan sifat dari *beads* yang dihasilkan dengan menghomogenkan selulosa dan larutan asam etanol-hidroklorat. Larutan selulosa yang telah *dipre-treatment* kemudian diperlakukan menggunakan pelarut NaOH-urea-air. Larutan selulosa yang diteteskan di bak koagulan dengan variasi konsentrasi 4, 6, dan 8 M.

*Beads* yang sudah terbentuk kemudian direndam ke dalam larutan koagulan HNO<sub>3</sub> selama 24 jam. Kemudian *beads* dicuci menggunakan aquades hingga pH seimbang dan direndam di dalam aquades semalaman. **Gambar 4.3** menunjukkan proses pembuatan *beads* dari selulosa eceng gondok menggunakan metode *dropping*.



**Gambar 4.3** Pembuatan *beads* dengan metode *dropping*

Teknik *dropping* digunakan karena merupakan teknik yang paling sederhana dan dapat digunakan pada skala laboratorium. Pada teknik ini kecepatan penekanan, tinggi penetes, dan viskositas larutan berpengaruh terhadap *beads* yang dihasilkan (Gericke dkk, 2013).

Pengaruh konsentrasi asam (koagulan) pada koagulasi larutan selulosa digunakan untuk mengentalkan larutan selulosa yang akan dikoagulasi. Menurut Trygg dkk (2013), meningkatnya konsentrasi koagulan menyebabkan pembentukan lapisan kulit yang cepat. Sehingga pembentukan *beads* di bak koagulan semakin cepat terbentuk dan menyebabkan *beads* lebih padat.

#### 4.3 Hasil Pengamatan Visual

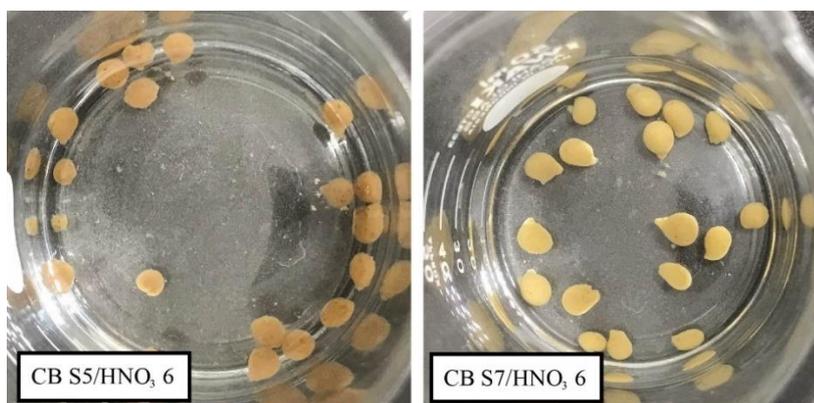
Pada penelitian ini didapatkan bahwa *beads* berbahan selulosa dari batang eceng gondok dengan jumlah selulosa 5% membentuk *beads* berwarna hijau cerah dan bentuk fisik bulat sedangkan *beads* dengan jumlah selulosa 7% membentuk *beads* berwarna hijau gelap dan bentuk fisik menyerupai tetesan air (*teardrop*). Berat *beads* basah dirangkum pada **Tabel 4.2** dan hasilnya menunjukkan bahwa *beads* memiliki berat 0,03 – 0,052 gram. Pada CB S7, *beads* terkoagulasi menjadi padat. Keadaan pada awal penetes dengan konsentrasi larutan koagulan 4 M, *beads* tenggelam dan berbentuk bulat sempurna namun setelah didiamkan berubah menjadi lonjong dan *teardrop*. Pada konsentrasi 6 M, *beads* yang dihasilkan berbentuk bulat namun lebih banyak berbentuk lonjong sehingga ukurannya terlihat lebih besar. Keadaan *beads* dengan konsentrasi 6 M ada yang mengapung dan tenggelam. Dan dengan konsentrasi 8 M, *beads* yang terbentuk berbentuk *teardrop* dan mengalami perubahan warna menjadi lebih terang pada awal penetes. Keadaan *beads* dengan konsentrasi 8 M semuanya mengapung. Sedangkan pada CB S5, *beads* terkoagulasi berbentuk bulat namun kurang padat. Keadaan *beads* pada variasi konsentrasi larutan koagulan sama seperti *beads* dengan CB S7. Perbandingan hasil variasi jumlah selulosa dan konsentrasi koagulan dapat dilihat pada **Gambar 4.4** dan **Gambar 4.5**.

**Tabel 4.2** Berat rata-rata *cellulose beads*

Sampel	Rata-rata berat <i>beads</i> (gram)
CB S5/HNO <sub>3</sub> 4	0,030 ± 0,0000
CB S5/HNO <sub>3</sub> 6	0,032 ± 0,0045
CB S5/HNO <sub>3</sub> 8	0,032 ± 0,0045
CB S7/HNO <sub>3</sub> 4	0,048 ± 0,0084
CB S7/HNO <sub>3</sub> 6	0,052 ± 0,0056
CB S7/HNO <sub>3</sub> 8	0,048 ± 0,0084



**Gambar 4.4** Hasil visual *cellulose beads* dengan variasi jumlah selulosa dan konsentrasi larutan koagulan



**Gambar 4.5** Hasil visual *cellulose beads* dengan variasi jumlah selulosa

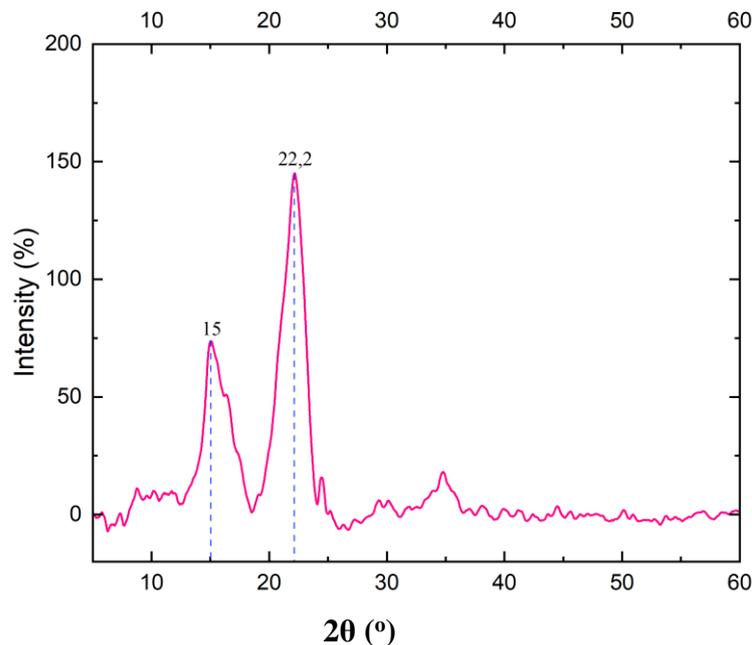
*Beads* yang dihasilkan memiliki bentuk yang menyerupai tetesan air atau *teardrop*. Gericke dkk (2013) menyatakan bahwa bentuk dari *beads* yang dibuat dengan teknik *dropping* dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu kecepatan saat jatuh, ketinggian, dan juga viskositas dari larutan. Berdasarkan pernyataan tersebut, karena pada penelitian yang dilakukan ketinggian jatuh dari *droplet* telah diatur sedemikian rupa, maka faktor yang berpengaruh adalah viskositas, dimana larutan dengan konsentrasi 7% memiliki viskositas yang lebih tinggi dibandingkan larutan dengan konsentrasi 5%. Perbedaan warna *beads* ini juga dipengaruhi oleh

viskositas larutan karena *beads* dengan jumlah selulosa yang lebih tinggi akan membentuk *beads* yang padat sehingga berwarna lebih gelap.

Keadaan tenggelam dan mengapung dipengaruhi oleh porositas dari *beads*. Semakin besar ukuran pori maka semakin besar porositasnya sehingga menyebabkan *beads* mengapung. Begitupun sebaliknya, semakin kecil ukuran pori maka semakin rendah porositasnya dan menyebabkan *beads* tenggelam. Menurut Trygg dkk (2013), *beads* yang dikoagulasi dengan  $\text{HNO}_3$  10 M jelas memiliki porositas yang lebih rendah. Sehingga nilai porositas menurun ketika konsentrasi asam ditingkatkan. Porositas juga menurun dengan meningkatnya konsentrasi selulosa. Karena volume konstan diisi dengan lebih banyak selulosa, sehingga kepadatan selulosa ditemukan lebih tinggi. Dengan konsentrasi selulosa rendah, volume yang sama diisi dengan lebih banyak rongga. Ketika konsentrasi selulosa diturunkan lebih lanjut menjadi 3%, *beads* tidak dapat disatukan lagi. Di sisi lain, larutan selulosa dengan konsentrasi di atas 6% terlalu kental untuk dikeluarkan melalui ujung buret tanpa membentuk aliran kontinu. Hal ini mendukung keadaan sampel penelitian yang dihasilkan.

#### 4.4 Analisa XRD (X-Ray Diffractometer)

Analisa XRD pada penelitian ini dilakukan terhadap sampel selulosa eceng gondok dengan tujuan untuk mengetahui apakah sampel selulosa serat eceng gondok yang dihasilkan menunjukkan struktur kristalin selulosa yang sesuai. Hasil dari analisis XRD adalah difraktogram yang menampilkan intensitas sebagai fungsi dari sudut difraksi yang dapat dilihat pada **Gambar 4.6**.



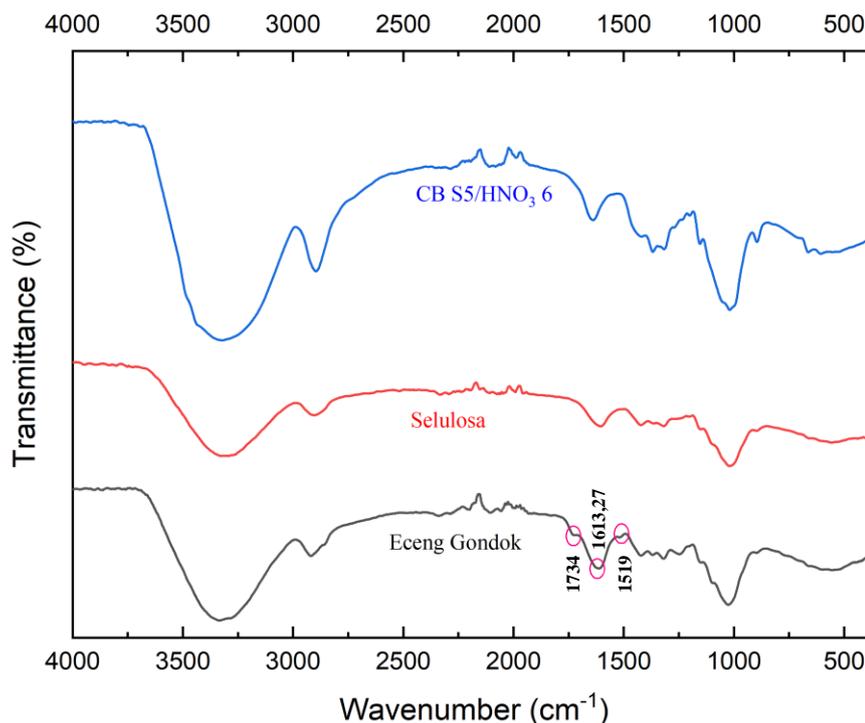
**Gambar 4.6** Difraktogram sampel selulosa eceng gondok

Berdasarkan difraktogram XRD di atas menunjukkan bahwa sampel selulosa fasa kristalin ditandai dengan adanya 2 puncak yang sangat jelas dengan masing-masing sudut  $2\theta = 15^\circ$  dan  $22,2^\circ$ . Sudut  $2\theta = 15^\circ$  dan  $22,2^\circ$ , merupakan puncak yang mewakili bidang kristalografi dari selulosa kristalin. Selulosa kristalin dengan struktur yang rapat dan kuat relatif sulit diputuskan ikatannya. Bagian kristalin ini dapat mencakup  $2/3$  dari total selulosa (Chum dkk, 1985). Sehingga struktur kristalin selulosa mempengaruhi sifat fisik dan mekanik serat selulosa.

Proses delignifikasi untuk sintesis selulosa menggunakan larutan NaOH dapat meningkatkan jumlah selulosa karena perlakuan ini dapat merestrukturisasi selulosa amorf menjadi selulosa kristalin (Zhou dkk, 2009). Namun pada penelitian yang dilakukan Alia dkk (2015) yang terlihat pada **Gambar 2.13** semakin tinggi konsentrasi NaOH yang digunakan akan semakin besar kerusakan struktur kristalin selulosa. Untuk memperoleh selulosa murni 100% (*alpha* selulosa) harus melalui perlakuan intensif lebih lanjut seperti, hidrolisis parsial, pelarutan dan pengendapan (Fengel dan Wegener, 1995). Menurut Dian (2018), setiap metode isolasi tidak dapat menghasilkan selulosa dalam bentuk murni, melainkan hanya sebagai bahan kasar (*crude*) yang disebut *alpha* selulosa. Keberhasilan isolasi dapat dilihat dari kadar *alpha* selulosa serta penurunan kandungan hemiselulosa dan lignin.

#### 4.5 Analisa FTIR (*Fourier-Transform Infrared Spectroscopy*)

Analisa FTIR pada penelitian ini dilakukan terhadap batang eceng gondok yang belum diberi perlakuan, sampel selulosa eceng gondok dan sampel *cellulose beads*. Pengujian ini bertujuan untuk mengetahui apakah sampel selulosa yang dihasilkan menunjukkan gugus fungsi yang sesuai. Sedangkan pengujian pada sampel *cellulose beads* dilakukan untuk membandingkan apakah selulosa yang terkandung pada beads masih sesuai dengan hasil selulosa eceng gondok awal. Hasil uji FTIR berupa grafik intensitas gugus fungsi tertentu yang didasarkan pada panjang gelombang tertentu. Hasil FTIR serat eceng gondok, selulosa eceng gondok, dan *cellulose beads* dapat dilihat pada **Gambar 4.7** dan Lampiran 1. Identifikasi jenis modus vibrasi IR sampel dirangkum pada **Tabel 4.3** dan **Tabel 4.4**.



**Gambar 4.7** Hasil analisa FTIR eceng gondok, selulosa eceng gondok, dan *cellulose beads*

**Tabel 4.3** Data bilangan gelombang serbuk eceng gondok, hasil selulosa, dan *cellulose beads*

Jenis Vibrasi	Standar IR	Sampel		
		Serbuk Eceng Gondok	Selulosa Eceng Gondok	CB S5/HNO <sub>3</sub> 6
OH <i>stretching</i>	3600 – 3200	3337,16	3324,95	3320,13
C-H alifatik (sp <sup>3</sup> ) <i>stretching</i>	3200 – 2850	2917,96	2894,80	2893,80
C=O <i>stretching</i>	1650 – 1450	1613,27	1603,46	1635,99
C=C aromatis	1450 – 1200	1424,14 ; 1316,26	1420,32 ; 1315,41	1367
C-O-C <i>stretching</i>	1159 – 1030	1027,94	1019,44	
C-H <i>stretching</i>	830			
O-H <i>bending</i>	580	557,12	558,71	
C-S	500	494		

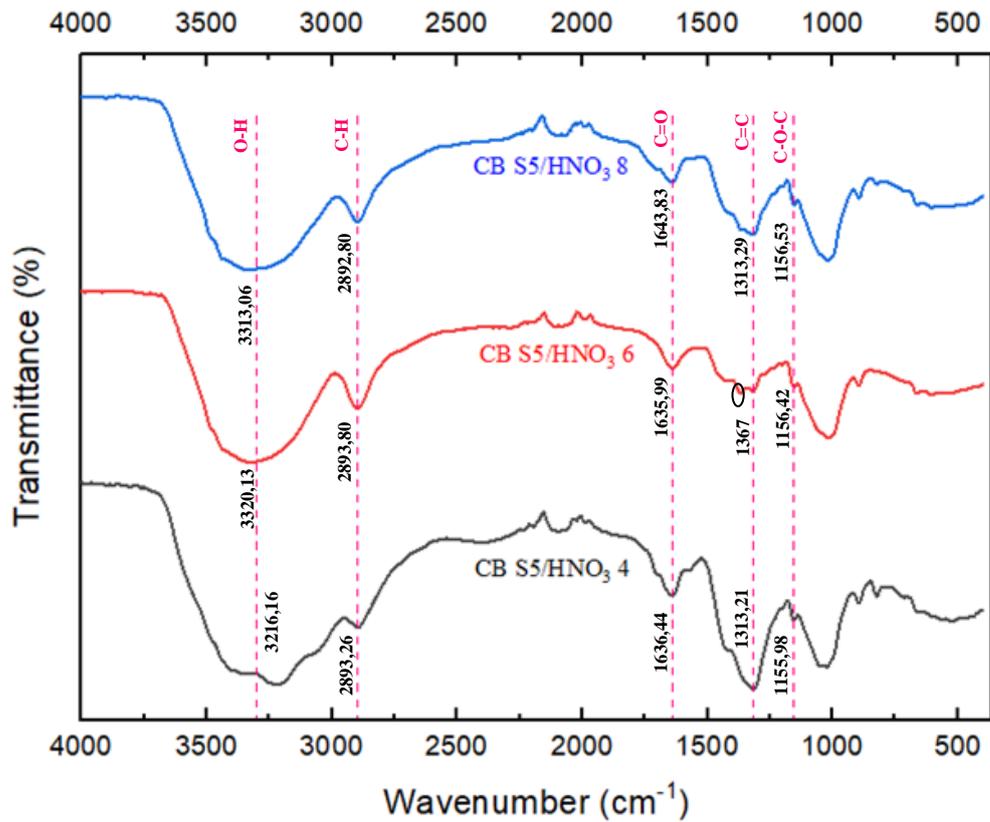
**Tabel 4.4** Gugus fungsi selulosa eceng gondok

Daerah Puncak (cm <sup>-1</sup> )	Ikatan	Tipe Senyawa	Intensitas
3324,95	O-H	Fenol (ikatan H)	Berubah-ubah
2894,80	C-H	Alkana	Kuat
1603,46	C=C	Alkena	Berubah-ubah
1315,41	NO <sub>2</sub>	Nitro	Kuat
1019,44	C-O	Eter	Kuat

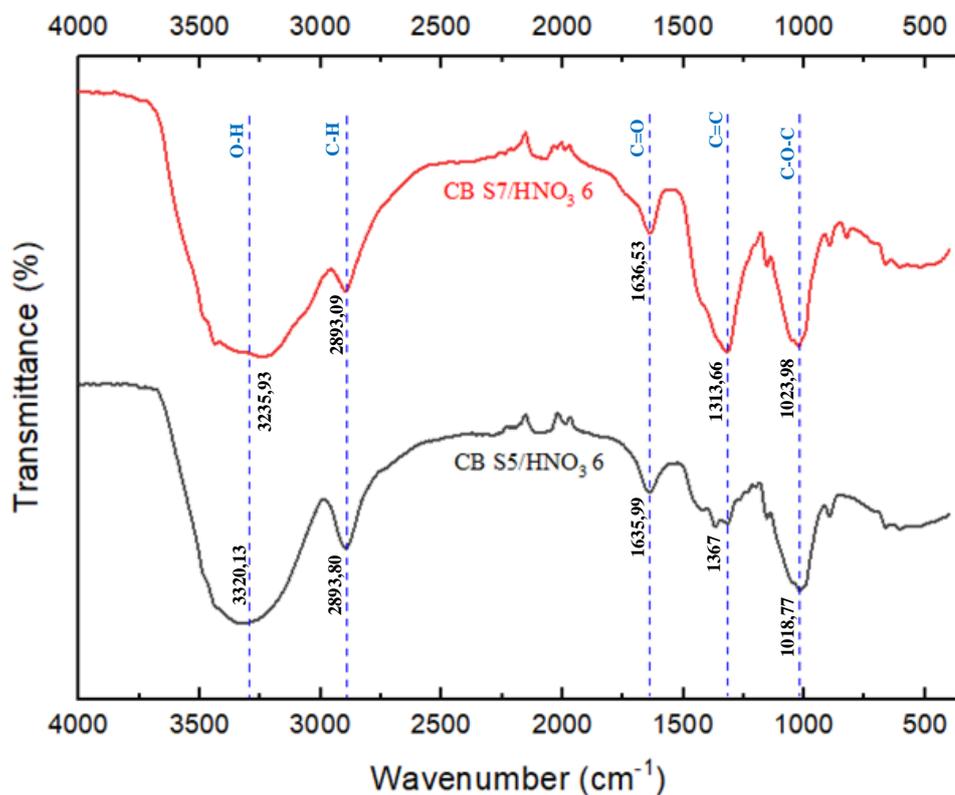
Berdasarkan pada **Gambar 4.7** terlihat bahwa pada hasil spektrum IR eceng gondok terdapat puncak pada panjang gelombang 1734 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan keberadaan asetil dan ester pada rantai gugus karboksil dari asam p-koumeril serta mengindikasikan keberadaan lignin dan hemiselulosa (Thiripura dan Ramesh, 2012). Selain itu terdapat pula puncak pada panjang gelombang 1519 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan keberadaan gugus C=C pada cincin aromatik lignin. Hemiselulosa terlihat dari keberadaan puncak pada panjang gelombang 1613,27 cm<sup>-1</sup>. Ketiga gugus tersebut memperlihatkan keberadaan impuritas berupa hemiselulosa dan lignin.

Dari perbandingan spektrum IR sampel dapat diketahui terjadi perubahan puncak-puncak vibrasi IR. Pada spektrum IR sampel selulosa eceng gondok didapatkan puncak pada 2894,80 cm<sup>-1</sup> dan 3324,95 cm<sup>-1</sup> yang menunjukkan peregangan ikatan C-H dan O-H dimana kedua gugus tersebut merupakan gugus fungsi utama selulosa. 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. Menurut Paulien (2010), ikatan hidrogen dapat menyebabkan terjadinya pembentukan serat selulosa. Hasil perbedaan spektrum telah menunjukkan bahwa impuritas yang terdapat dalam eceng gondok telah berkurang dan diperoleh selulosa dengan kemurnian tinggi.

Pada spektrum IR sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6 masih terdapat perbedaan pada hasil spektrum dengan sampel selulosa hasil ekstraksi namun tidak terlalu jauh. Pada **Gambar 4.8** ditampilkan spektrum IR CB S5 terhadap variasi konsentrasi larutan koagulan dan pada **Gambar 4.9** ditampilkan spektrum IR *cellulose beads* dengan konsentrasi larutan koagulan 6 M terhadap variasi jumlah selulosa.



**Gambar 4.8** Hasil analisa FTIR CB S5 terhadap variasi konsentrasi larutan koagulan (HNO<sub>3</sub>)



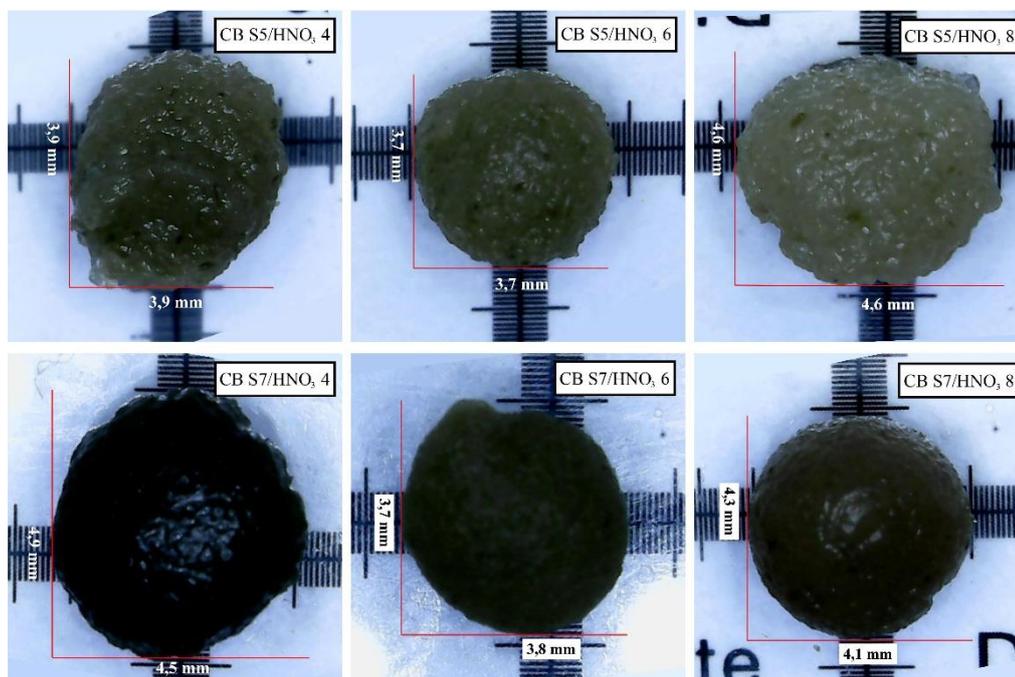
**Gambar 4.9** Hasil analisa FTIR *cellulose beads* dengan konsentrasi larutan koagulan 6 M terhadap variasi jumlah selulosa

Pada spektrum IR CB S5/HNO<sub>3</sub> 6 terhadap variasi konsentrasi larutan koagulan 4, 6, dan 8 M yang ditampilkan pada **Gambar 4.8** ditemukan perbedaan pada bilangan gelombang gugus OH bebas dan C=C aromatis yang mengidentifikasi gugus fungsi pembawa sifat hidrofilik. Bilangan gelombang yang menandakan gugus OH dengan intensitas tinggi adalah sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6 yaitu 3320,13 cm<sup>-1</sup>. Begitu juga dengan bilangan gelombang yang menandakan gugus C=C aromatis dengan intensitas tertinggi adalah sampel dengan konsentrasi larutan koagulan 6 M. Meskipun terdapat perbedaan bilangan, namun masih tetap berada di *rangennya* yaitu 3600 – 3200 cm<sup>-1</sup> untuk OH bebas dan 1450 – 1200 cm<sup>-1</sup> untuk C=C aromatis. Menurut Utami dkk (2008), sifat hidrofilik disebabkan oleh adanya gugus OH bebas dan gugus COOH yang berupa garam karboksilat. Adanya gugus non-polar seperti etil, metil, dan senyawa aromatik menyebabkan material bersifat hidrofilik.

Pada **Gambar 4.9** bilangan gelombang yang menandakan gugus OH pada sampel CB S7 lebih rendah daripada sampel CB S5. Keberadaan gugus OH sebagai pembawa sifat hidrofilik sehingga semakin tinggi intensitasnya maka semakin bersifat hidrofilik. Sifat hidrofilik juga dibawa oleh gugus COOH dari asam karboksilat. Pada sampel dengan CB S7 juga lebih rendah daripada sampel CB S5 yaitu 1313,66 cm<sup>-1</sup>. Menurut Chen dkk (2009), gugus hidrofilik di dalam jaringan polimer berpengaruh terhadap perilaku *swelling*. Menurut Puspitasari (2017), gugus OH pada *beads* dengan intensitas yang tinggi menghasilkan daya *swelling* yang tinggi. Sehingga dari hasil spektrum IR yang dihasilkan dari pengujian FTIR pada *cellulose beads*, sampel terbaik adalah sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6.

#### 4.6 Karakterisasi dengan Mikroskop Optik

Bentuk dan ukuran *beads* diamati dengan menggunakan mikroskop optik dengan perbesaran 50x. Hasil pengamatan dengan mikroskop optik ditampilkan pada **Gambar 4.10** dan Lampiran 2.



**Gambar 4.10** Hasil mikroskop optik tiap variasi

Hasil pengamatan dengan mikroskop optik dapat dilihat bahwa bentuk *beads* CB S7 memiliki bentuk yang padat, halus, dan berwarna lebih gelap, sedangkan pada *beads* CB S5 memiliki bentuk yang kurang padat, kasar dan berwarna terang. Seperti pada pembahasan hasil

pengamatan visual bahwa menurut Gericke dkk (2013), bentuk dari *beads* yang dibuat dengan teknik *dropping* dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu kecepatan saat jatuh, ketinggian, dan juga viskositas dari larutan. Berdasarkan pernyataan tersebut, karena pada penelitian yang dilakukan ketinggian jatuh dari *droplet* telah diatur sedemikian rupa, maka faktor yang berpengaruh adalah viskositas, dimana larutan dengan konsentrasi 7 wt% memiliki viskositas yang lebih tinggi dibandingkan larutan dengan konsentrasi 5 wt%. Karena *beads* CB S7 lebih viskos (lebih pekat), maka larutan selulosa saat keluar dari ujung titrasi tidak langsung jatuh ke bak koagulasi, tetapi menempel dahulu pada dinding suntikan sehingga menyebabkan kecepatan jatuh dari *droplet* lebih lambat dan pada saat jatuh pada bak koagulasi larutan selulosa akan langsung membentuk *beads* sehingga lebih padat. Sedangkan pada *beads* CB S5, larutan selulosa saat keluar dari ujung titrasi langsung jatuh ke bak koagulasi dan tidak langsung membentuk *beads* sehingga bentuk *beads* yang terbentuk kurang padat karena kehilangan massa saat proses menjadi *beads*.

Dengan menggunakan *ruller* pada mikroskop optik dapat diketahui ukuran panjang diameter *beads*. Karena ukuran *beads* berbeda-beda, dilakukan pengukuran pada 5 *beads* berbeda tiap variasinya, kemudian hasil dari pengukuran 5 *beads* dihitung rata-ratanya dengan standar deviasinya. Sehingga dihasilkan ukuran panjang diameter *beads* yang dapat dilihat pada **Tabel 4.5**.

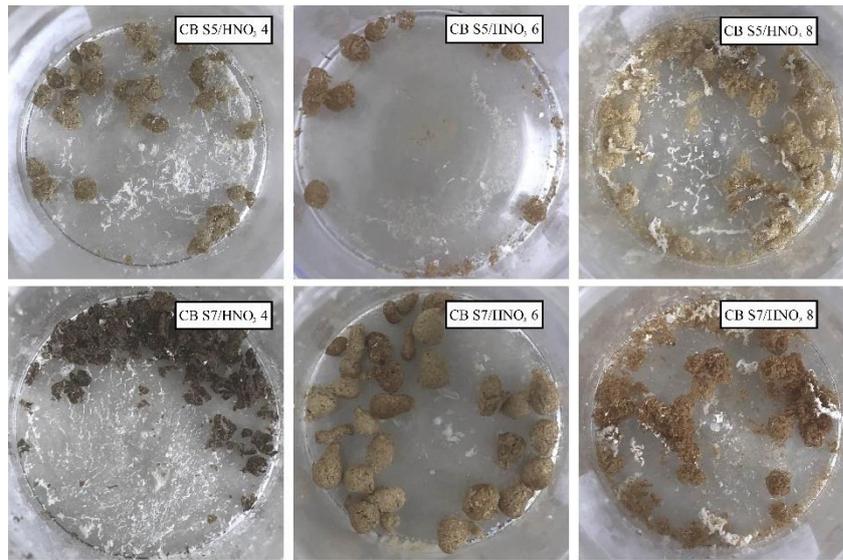
**Tabel 4.5** Pengukuran panjang diameter *cellulose beads*

Sampel	Diameter rata-rata (mm)
CB S5/HNO <sub>3</sub> 4	4.01 ± 0,28
CB S5/HNO <sub>3</sub> 6	3.88 ± 0,29
CB S5/HNO <sub>3</sub> 8	4.19 ± 0,34
CB S7/HNO <sub>3</sub> 4	4.28 ± 0,34
CB S7/HNO <sub>3</sub> 6	3.7 ± 0,16
CB S7/HNO <sub>3</sub> 8	3.92 ± 0,16

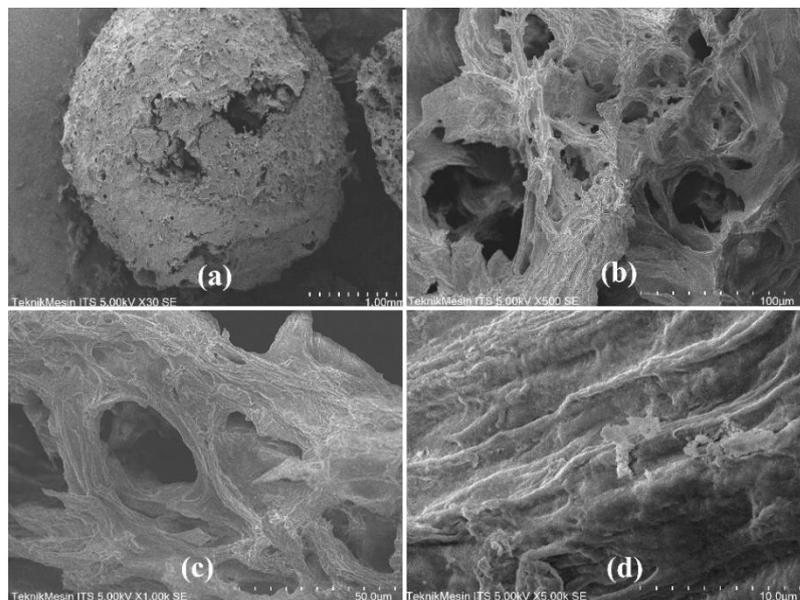
Berdasarkan pengukuran tersebut, *beads* yang dihasilkan memiliki *range* diameter sebesar 3,7 – 4,28 mm yang mana telah sesuai dengan literatur. Menurut Gericke dkk (2013), sebagian besar *cellulose beads* memiliki *range* diameter 10 µm sampai dengan 2 – 3 mm. *Beads* yang terbentuk menghasilkan ukuran diameter yang berbeda-beda, hal ini dikarenakan variasi jumlah selulosa dan konsentrasi larutan koagulan tidak ada pengaruh yang signifikan terhadap diameter *cellulose beads*. Menurut penelitian yang dilakukan Von dkk (2015), diketahui bahwa diameter *cellulose beads* juga berbanding lurus dengan ukuran *nozzle* yang digunakan.

#### 4.7 Analisa SEM (*Scanning Electro Microscopy*)

Karakterisasi dengan menggunakan SEM bertujuan untuk mengetahui morfologi sampel seperti ukuran, bentuk *beads*, dan juga ukuran pori sehingga dapat mengetahui porositas *beads* dari ukuran porinya. Sebelum pengujian SEM, sampel *cellulose beads* dilakukan pengeringan (*freeze dry*) (**Gambar 4.11**) agar saat observasi sampel sama sekali tidak mengandung air. Hasil pengujian SEM ditampilkan pada **Gambar 4.12** dan Lampiran 3.

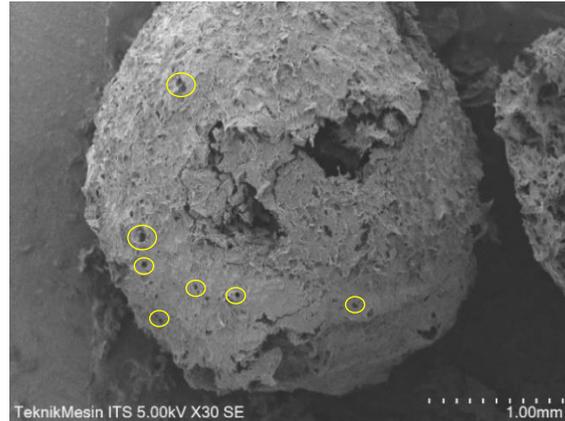


**Gambar 4.11** Hasil *freeze dry cellulose beads*



**Gambar 4.12** Hasil pengujian SEM CB S7/HNO<sub>3</sub> 6 pada perbesaran (a) 30x, (b) 500x, (c) 1000x, dan (d) 5000x

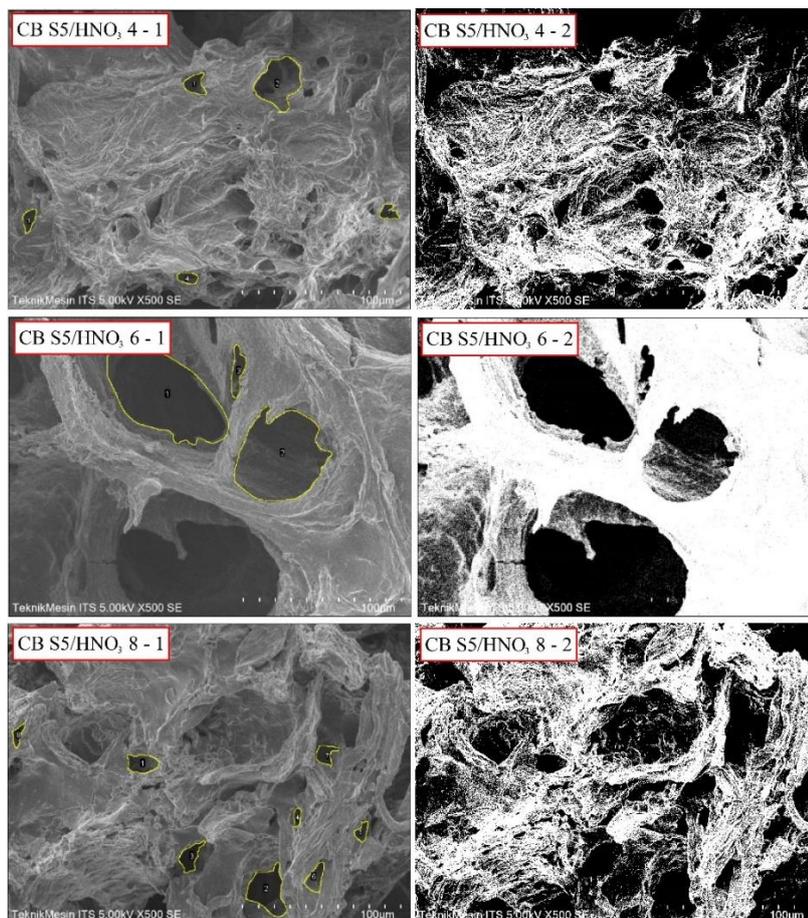
Dari gambar tersebut perbesaran 30x dilakukan untuk melihat lapang pandang dari *beads* dan dapat diketahui bahwa partikel *beads* mempunyai bentuk bulat dan permukaan yang kasar. Bentuk bulat dihasilkan dari proses koagulasi larutan selulosa dengan larutan koagulan yaitu asam nitrat. Permukaan *beads* yang kasar disebabkan karena terbentuknya pori-pori pada *beads*. Gambar dengan perbesaran 500x dilakukan untuk melihat pori *beads*, perbesaran 1000x dilakukan untuk melihat *cross section beads*, dan perbesaran 5000x dilakukan untuk melihat permukaan *beads*. Menurut Trygg dkk (2013), perbedaan morfologi juga dipengaruhi oleh konsentrasi koagulan. Konsentrasi asam yang lebih tinggi mencegat agregasi dan karenanya menghasilkan fibril yang lebih tipis dan struktur yang lebih halus seperti yang terlihat pada **Gambar 4.13**.



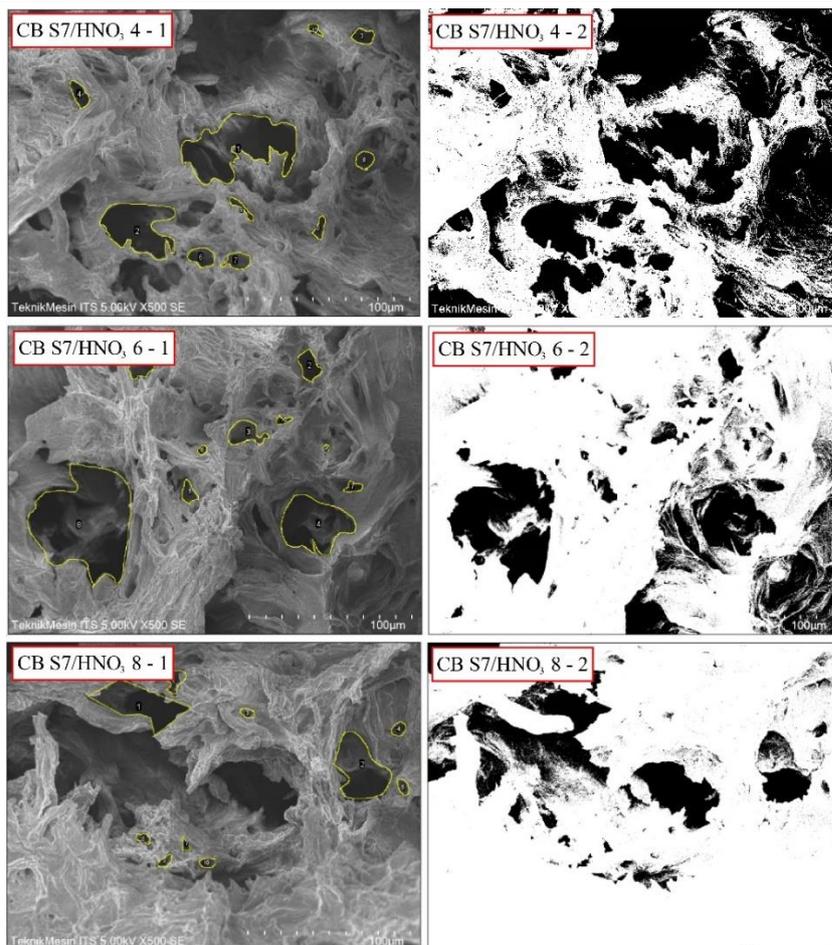
**Gambar 4.13** Hasil pengujian SEM CB S7/HNO<sub>3</sub> 6 pada perbesaran 30x

**Gambar 4.13** merupakan morfologi utuh sampel CB S7/HNO<sub>3</sub> 6 pada perbesaran 30x. Dari hasil SEM tersebut terlihat bahwa jenis pori yang terbentuk adalah pori terbuka atau *open pore*. Pori terbuka adalah rongga yang memiliki akses terhadap permukaan dan terlihat secara visual (Tutik, 2018).

Luas permukaan pori dari sampel CB dihitung menggunakan *software* ImageJ yang dapat dilihat pada **Gambar 4.14** dan **Gambar 4.15**. Luas permukaan pori yang dihasilkan dapat dilihat pada **Tabel 4.6** dan **Tabel 4.7**.



**Gambar 4.14** (1) Hasil pengujian SEM CB S5 pada perbesaran 500x; (2) Hasil identifikasi area pori melalui *software* ImageJ



**Gambar 4.15** (1) Hasil pengujian SEM CB S7 pada perbesaran 500x; (2) Hasil identifikasi area pori melalui *software* ImageJ

**Tabel 4.6** Persentase luas pori *cellulose beads* dengan variasi jumlah selulosa

Sampel	Rasio luas pori (%)
CB S5/HNO <sub>3</sub> 6	58,78
CB S7/HNO <sub>3</sub> 6	56,33

**Tabel 4.7** Persentase luas pori *cellulose beads* dengan variasi konsentrasi larutan koagulan

Sampel	Rasio luas pori (%)
CB S5/HNO <sub>3</sub> 4	55,92
CB S5/HNO <sub>3</sub> 6	58,78
CB S5/HNO <sub>3</sub> 8	54,75

Berdasarkan hasil yang didapatkan, sampel dengan luas porositas yang lebih besar adalah sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6. Hal ini didukung pada literatur yang menyatakan bahwa porositas menurun dengan meningkatnya konsentrasi selulosa (Trygg, 2013). Karena jumlah selulosa yang tinggi maka volume konstan diisi dengan lebih banyak selulosa sehingga lebih padat. Sedangkan dengan konsentrasi selulosa yang rendah, volume yang sama diisi dengan lebih banyak rongga. Hal ini juga dikarenakan penggunaan konsentrasi asam (koagulan). Konsentrasi asam akan meningkatkan luas pori namun jika penggunaan konsentrasi asam yang terlalu kuat akan menghasilkan luas pori yang semakin kecil karena *beads* yang dihasilkan akan rusak karena panasnya asam sehingga nilai kapasitas *swelling*nya juga akan rendah (Trygg, 2013).

#### 4.8 Analisa Swelling Capacity

Pengujian kapasitas *swelling* ini dilakukan menggunakan metode gravimetri. Tujuan dari pengujian ini adalah untuk mengetahui kapasitas adsorpsi *beads* terhadap difusi substrat yang diserap. *Beads* yang sudah kering ditimbang per 5 *beads* dan dicatat berat awalnya, kemudian direndam dalam larutan HCl 0,1 N selama 2 jam pada temperatur  $37,0 \pm 0,5$  C. Hasil pengujian ini terlihat pada **Tabel 4.8** dan **Tabel 4.9**.

**Tabel 4.8** *Swelling capacity cellulose beads* dengan variasi jumlah selulosa

Sampel	Rasio <i>Swelling Capacity</i> (%)
CB S5/HNO <sub>3</sub> 6	12,53% $\pm$ 0,0078
CB S7/HNO <sub>3</sub> 6	7,60% $\pm$ 0,0034

**Tabel 4.9** *Swelling capacity cellulose beads* dengan variasi konsentrasi larutan koagulan

Sampel	Rasio <i>Swelling Capacity</i> (%)
CB S5/HNO <sub>3</sub> 4	6,83% $\pm$ 0,0027
CB S5/HNO <sub>3</sub> 6	12,53% $\pm$ 0,0078
CB S5/HNO <sub>3</sub> 8	6,27 $\pm$ 0.0039

Pada proses ini terjadi peristiwa adsorpsi antara adsorben berupa *cellulose beads* dengan adsorbat berupa larutan HCl. Larutan HCl digunakan karena ketika selulosa eceng gondok direndam dalam pelarut HCl, tidak akan terjadi reaksi yang signifikan antara senyawa non-selulosa dan HCl.

Berdasarkan data yang ada di atas dengan 3 kali pengulangan, kapasitas *swelling* terbesar adalah sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6 dengan rata-rata kapasitas *swelling* sebesar  $12,53\% \pm 0,0078$ . Menurut Suvachittanont (2013), struktur yang berpori menghasilkan daya *swelling* yang baik sehingga *beads* dapat digunakan dalam dunia bioteknologi. Hasil ini sesuai dengan luas pori pada **Tabel 4.7** bahwa rasio luasan pori terbesar adalah sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6 dan pada kapasitas *swelling* sampel terbaik adalah CB S5/HNO<sub>3</sub> 6. Luasan pori mempengaruhi kapasitas *swelling* karena semakin besar luasan pori maka semakin besar juga nilai kapasitas *swelling*-nya. Menurut Trygg dkk (2013), konsentrasi asam akan meningkatkan luasan pori namun jika penggunaan konsentrasi asam yang terlalu kuat akan menghasilkan luasan pori yang semakin kecil karena *beads* yang dihasilkan akan rusak karena panasnya asam sehingga nilai kapasitas *swelling*-nya juga akan rendah. Sehingga dapat disimpulkan bahwa luasan pori *beads* berbanding lurus dengan kapasitas *swelling beads*.

Hasil ini juga sesuai dengan hasil pengujian FTIR pada **Gambar 4.8** bahwa sampel terbaik adalah sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6 karena gugus OH pada *beads* dengan intensitas yang tinggi akan menghasilkan daya *swelling* yang tinggi juga (Puspitasari, 2017). Karena menurut Chen dkk (2009), bahwa keberadaan gugus OH sebagai pembawa sifat hidrofilik sehingga semakin tinggi intensitasnya maka semakin bersifat hidrofilik.

Dari penelitian yang telah dilakukan didapatkan hasil pada **Tabel 4.10** mengenai perbandingan karakteristik *cellulose beads* yang dihasilkan dengan *cellulose beads* komersil.

**Tabel 4.10** Perbandingan karakteristik *cellulose beads*

Karakteristik	Referensi (Gericke, 2013)	Hasil penelitian
Diameter partikel	10 – 1000 $\mu$ m	3,7 – 4,28 mm
Volume	8 – 20 mm <sup>3</sup>	33,65 $\pm$ 5,35 mm <sup>3</sup>
Berat	14 – 22 mg	30 – 52 mg
Porositas	93 – 95%	58,78%

## BAB V KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Adapun kesimpulan yang dapat diambil dari penelitian ini adalah:

1. Penambahan jumlah selulosa berpengaruh terhadap bentuk *cellulose beads*, karena larutan dengan jumlah selulosa 7 wt% lebih kental dibandingkan larutan dengan jumlah selulosa 5 wt%, sehingga *cellulose beads* dengan jumlah selulosa yang semakin tinggi akan semakin padat dan berbentuk menyerupai tetesan air (*teardrop*). CB yang dihasilkan memiliki permukaan yang kasar, ukuran dengan diameter sebesar  $3,7 \pm 0,16 - 4,28 \pm 0,34$  mm dan berat yang seragam yaitu  $0,030 \pm 0,0000 - 0,052 \pm 0,0056$  gram.
2. Luasan porositas menurun ketika konsentrasi koagulan ditingkatkan. Porositas juga menurun dengan meningkatnya konsentrasi selulosa. Karena volume konstan diisi dengan lebih banyak selulosa, sehingga kepadatan selulosa ditemukan lebih tinggi. Dengan konsentrasi selulosa rendah, volume yang sama diisi dengan lebih banyak rongga. Ketika konsentrasi selulosa diturunkan lebih lanjut menjadi 3%, *beads* tidak dapat disatukan lagi. Di sisi lain, larutan selulosa dengan konsentrasi di atas 5% terlalu kental untuk dikeluarkan melalui ujung pipet tanpa membentuk aliran kontinu. Penggunaan konsentrasi asam (koagulan) juga akan meningkatkan luas pori namun jika konsentrasi asam yang digunakan terlalu kuat juga akan menghasilkan luas pori yang semakin kecil karena *beads* yang dihasilkan akan rusak karena panasnya asam sehingga nilai kapasitas *swelling*nya juga akan rendah. Luasan pori terbesar adalah sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6 sebesar 58,78%.
3. Jumlah selulosa mempengaruhi pori *beads*. Semakin banyak jumlah selulosa yang digunakan akan semakin padat *beads* yang dihasilkan. Luasan pori *beads* berbanding lurus dengan kapasitas *swelling beads*. Struktur yang lebih berpori akan menghasilkan daya *swelling* yang baik. Kapasitas *swelling* terbaik adalah sampel CB S5/HNO<sub>3</sub> 6 sebesar  $12,53\% \pm 0,0078$ .  
Hasil terbaik dimiliki oleh sampel *cellulose beads* dengan jumlah selulosa 5% dan konsentrasi larutan koagulan yang digunakan 6 M.

### 5.2 Saran

Adapun saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya adalah:

1. Dapat dilakukan penelitian mengenai pembuatan *cellulose beads* dengan penambahan porogen atau *crosslinker* agar *beads* yang dihasilkan padat dan tidak mudah hancur.
2. Perlu dilakukan penelitian mengenai pembuatan selulosa lebih lanjut seperti CMC sebagai bahan dasar *cellulose beads*.
3. *Beads* setelah waktu perendaman uji *swelling* perlu dipastikan benar-benar tidak ada air yang masih terjepit pada bagian luar permukaan *beads*.

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## DAFTAR PUSTAKA

- Achmadi. (1990). *Kimia Kayu*. Institut Pertanian Bogor.
- Ahmed, A. F., A. M., & Naby, A. (2012). Pretreatment and Enzymic Saccharification of Water Hyacinth Cellulose. *Carbohydrate Polymers*, 87(3), 2109–2113.
- Alemdar, A., & Sain, M. (2008). Isolation and Characterization of Nanofibers from Aricultural Residue. *Bioresource*, 99, 1664–1671.
- Aminzadeh. (2007). *Optimalisasi Dosis Koagulan Aluminium Sulfat dan Poli Aluminium Klorida (PAC) (Studi Kasus PDAM Tirta Musi Palembang)*. Universitas Muhammadiyah Palembang.
- Bansal, P. , H. M. , R. M. J. , L. J. H. , & B. A. S. (2010). Multivariate statistical analysis of X-ray data from cellulose: A new method to determine degree crystallinity and predict hydrolysis rates. . *Bioresource Technology*, 101(2), 4461–4471.
- Bhattacharya, D. , G. L. T. , & W. W. T. (2008). Isolation, preparation and characterization of cellulose from *Posidonia oceanica*: Properties and potential. *Carbohydrate Polymers*, 86(3), 1198–1206.
- Carrilo, F. , C. X. , S. J. J. , & S. J. (2004). Structural FTIR analysis and thermal characterization of lyocell and viscose-type fibers. *European Polymer Journal*, 40(9), 2229–2234.
- Chen, W. , Y. H. , L. Y. , C. P. , Z. M. , & H. Y. (2011). Individualization of cellulose nanofibers from wood using high-intensity ultrasonication combined with chemical pretreatments. *Carbohydrate Polymers*, 83(4), 1804–1811.
- Chum, W. H., Douglas, L. J., Feiberg, D. A., & Schroeder, H. A. (1985). *Evaluation of pretreatments of biomass for enzymatic hydrolysis of cellulose*. Solar Energy Research Institute.
- Du, K. F. , Y. M. , W. Q. Y. , & S. H. (2010). Preparation and characterization of novel macroporous cellulose beads regenerated from ionic liquid for fast chromatography. *Journal of Chromatography A*, 1217(8), 1298–1304.
- Evans, R., Newman. R. H., Roick, U. C., Suckling, & Wallis, A. F. A. (1995). Changes in cellulose crystallinity during kraft pulping. Comparison of infrared, X-ray diffraction and solid state NMR results. *Holzforschung*, 49(6), 498–504.
- FAHMI, M. S. R. D. C. A. C. N. K. (2009). *Kertas Daur Ulang dengan Aroma Pewangi Bogor*. Patriasari, W., Nanang Masruchin, & Euis Hermiati. (2019). *Selulosa: Karakteristik dan Pemanfaatannya*. LIPI Press.
- Fengel, D., & Wegener, G. (1983). *Wood chemistry, ultrastructure, reactions*. Walter de Gruyter.
- Fink, H. P., & Walenta, E. (1994). Rontegenbeugungsuntersuchungen zur ubermolekularen struktur von cellulose im verarbeingtugsprozeb. *Das Papier*, 48(12), 739–748.
- Gani, A., & A. K. M. Rahman. (2002). Comparative Effect of Water Hyacinth and Chemical Fertilizer on Growth and Fibre Quality of Jute. *Journal of Biological Scienc*, 2(8), 558–559.
- Gebbie, P. (2005). A Dummy's Guide to Coagulants. *68th Annual Water Industry Engineers and Operators, Conference Schweppes Centre, Bendigo*.
- Gericke, M., Trygg, J., & Fardim, P. (2013). Functional Cellulose Beads: Preparation, Characterization, and Applications. *Chemical Reviews*, 113(7), 4812–4836. <https://doi.org/10.1021/cr300242j>
- Ishimura D, Morimoto Y, S. H. (1998). Influences of chemical modifications on the mechanical strength of cellulose beads. *Cellulose*, 5, 135–151.

- J. Xie, C.-Y. Hse, F. Cornelis, T. Hu, & J. Qi. (2016). Isolation and characterization of cellulose nanofibers from bamboo using microwave liquefaction combined with chemical treatment and ultrasonication, *Carbohydr. Polymer*, *151*, 725–734.
- Janardhnan, S., & Sain, M. M. (2006). Isolation of cellulose microfibrils - An enzymatic approach. *BioResources*, *1*(2), 176–188. <https://doi.org/10.15376/biores.1.2.176-188>
- Julfana, R. (2012). *Enzymatic Hydrolysis of Cellulose from Sago Dregs Using Cellulase Mixtures of Trichoderma Reesei and Aspergillus Niger*. Tanjungpura University.
- Karamah, E. F. dan S. (2008). *Pengaruh Suhu dan Tingkat Keasaman (pH) pada Tahap Pralakuan Koagulasi (Koagulan Aluminium Sulfat) dalam Proses Pengolahan Air Menggunakan Membran Mikrofiltrasi Polipropilen Hollow Fribre*. Universitas Indonesia.
- Koes. (2010). *Telaga Rawa Pening, Masyarakat Banyu Biru, dan Eceng Gondok*.
- Kondo, T., Kose, R., Naito, H., & Kasai, W. (2014). Aqueous counter collision using paired water jets as a novel means of preparing bio-nanofibers. *Carbohydrate Polymers*, *112*, 284–290.
- Kusumawati, E., & Haryadi. (2021). Ekstraksi dan Karakterisasi Serat Selulosa dari Tanaman Eceng Gondok (Eichornia Crassipes). *Fluida*, *14*(1), 1–7. <https://doi.org/10.35313/fluida.v14i1.3452>
- Lankinen, P. (2004). Ligninolytic Enzymes of The Basidiomycetous Fungi Agaricus Bisporus And Phlebia Radiata on Lignocellulose-Containing Media. In *Helsinki*.
- Lehninger, A. L. (1993). *Dasar-Dasar Biokimia. Terjemahan Maggy Thenawidjaya*.
- Li, H., Kruteva, M., Mystek, K., Dulle, M., Ji, W., Pettersson, T., & Wågberg, L. (2020). Macro- And Microstructural Evolution during Drying of Regenerated Cellulose Beads. *ACS Nano*, *14*(6), 6774–6784. <https://doi.org/10.1021/acsnano.0c00171>
- Liu, H., Lynne, S. T., & Edgar, K. J. (2015). The role of polymers in oral bioavailability enhancement.:A review. *Polymer*, *77*, 399–415.
- Mahendra, A., Mitarlis, D., Kimia, S.-1, Matematika, F., & Pengetahuan, I. (2017). Sintesis dan Karakterisasi Carboxymethyl Cellulose (CMC) dari Selulosa Eceng Gondok (Eichhornia crassipes) Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose (CMC) From Water Hyacinths Celullose (Eichhornia crassipes). In *UNESA Journal of Chemistry* (Vol. 6, Issue 1).
- Mahmud dan S. Notodarmojo. (2006). Pengolahan air gambut menjadi air minum menggunakan proses hibrid prekoagulasi-ultrafiltrasi dengan sistem aliran dead-end. *Jurnal Teknik Lingkungan Edisi Khusus*, 91–102.
- Marimuthu, A. R. (2012). Isolation and characterization of cellulose nanofibers from the aquatic weed water hyacinth—Eichhornia crassipes. *Carbohydrate Polymers*.
- Nata, I. F., Niawati, H., & Muizliana, C. (2013). PEMANFAATAN SERAT SELULOSA ECENG GONDOK (Eichhornia Crassipes) SEBAGAI BAHAN BAKU PEMBUATAN KERTAS: ISOLASI DAN KARAKTERISASI. *Konversi*, *2*(2), 9. <https://doi.org/10.20527/k.v2i2.75>
- Nelson, M. L., & O'Connor, T. (1964). Relation of certain infrared bands to cellulose crystallinity and crystal lattice type (part II): A new infrared ratio for estimation of crystallinity in celluloses I and II. *Journal of Applied Polymer Science*, *8*(3), 1325–1341.
- Nie, G., Zang, Y., Yue, W., Wang, M., Baride, A., Sigdel, A., & Janaswamy, S. (2021). Cellulose-based hydrogel beads: Preparation and characterization. *Carbohydrate Polymer Technologies and Applications*, *2*(December 2020), 100074. <https://doi.org/10.1016/j.carpta.2021.100074>
- Nobuta, K., Teramura, H., Ito, H., Hongo, C., Kawaguchi, H., Ogino, C., Kondo, A., & Nishino, T. (2016). Characterization of cellulose nanofiber sheets from different refining processes. *Cellulose*, *23*(1), 403–414. <https://doi.org/10.1007/s10570-015-0792-y>

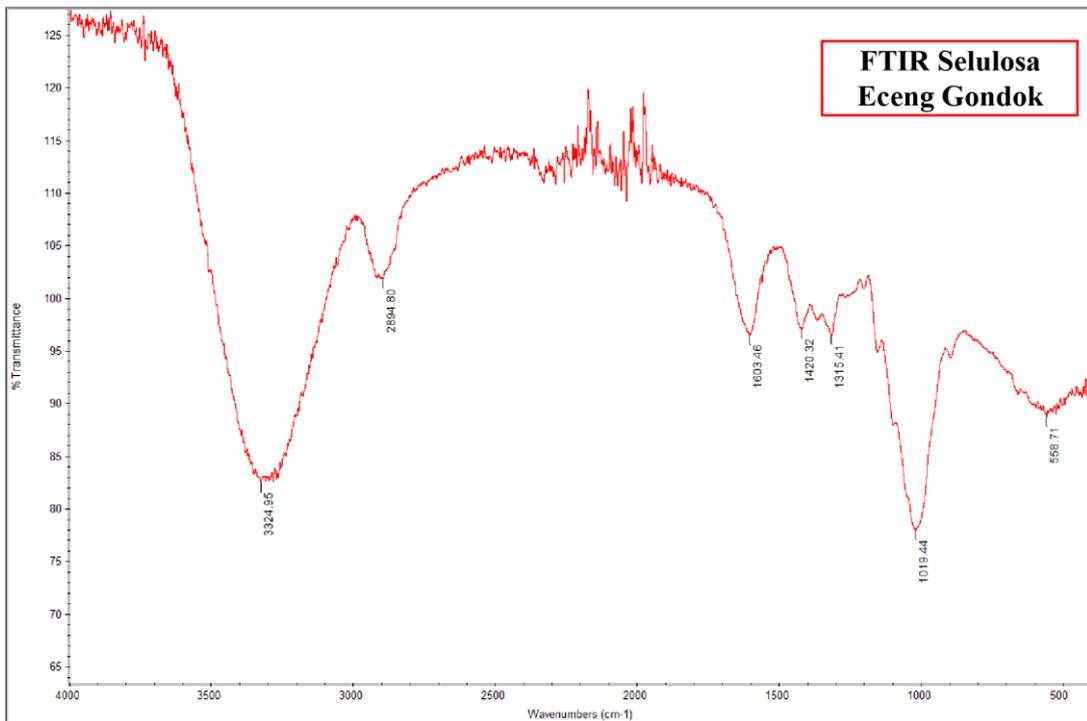
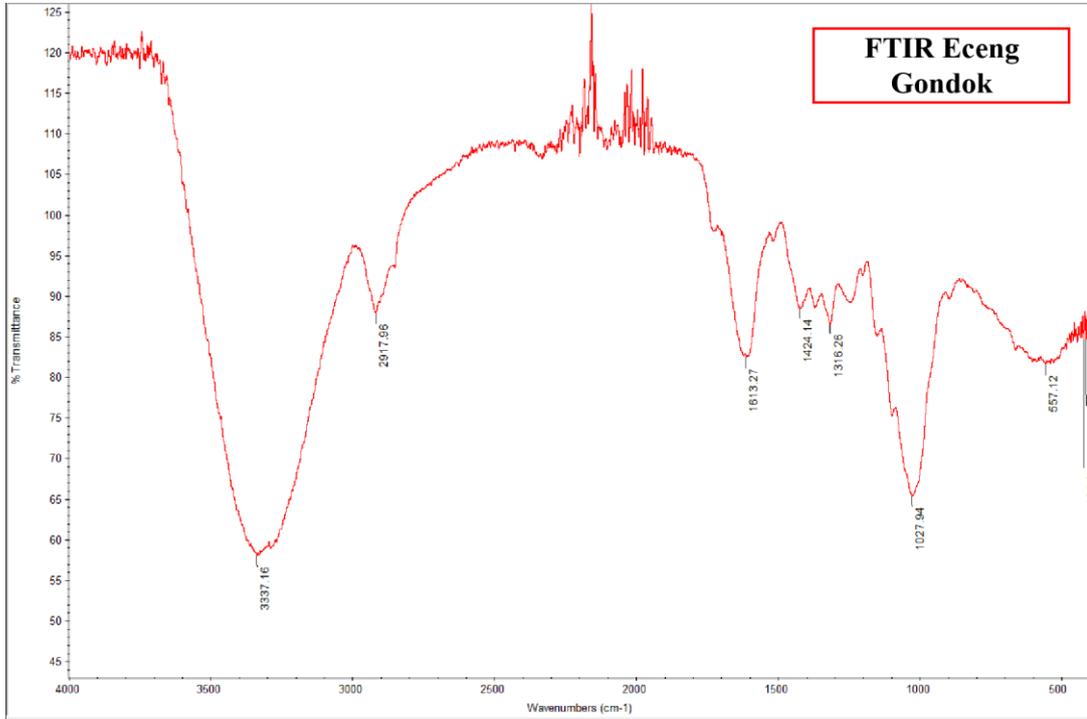
- 
- Pakutsah, K., & Aht-Ong, D. (2020). Facile isolation of cellulose nanofibers from water hyacinth using water-based mechanical defibrillation: Insights into morphological, physical, and rheological properties. *International Journal of Biological Macromolecules*, *145*, 64–76. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2019.12.172>
- Pingali, S.V., Urban, V.S., Heller, W.T., McGauhey, J., O'Neill, H., Foston, M., Myles, D.A., Ragauskas, A., and Evans, B. R. (2010). Breakdown of Cell Wall Nanostructure in Dilute Acid Pretreated Biomass. *Biomacromolecules*, *11*(9), 2329–2335.
- Pitaloka, A. B., Hidayah, N. A., & Nasikin, Asep Handaya Saputra, M. (2015). Pembuatan cmc dari selulosa eceng gondok dengan media reaksi campuran larutan isopropanol-isobutanol untuk mendapatkan viskositas dan kemurnian tinggi. *Integrasi Proses*, *5*(2), 108–114.
- Pratama, J. H., Rohmah, R. L., Amalia, A., & Saraswati, T. E. (2019). Isolasi Mikroselulosa dari Limbah Eceng Gondok (*Eichornia crassipes*) dengan Metode Bleaching-Alkalinasi. *ALCHEMY Jurnal Penelitian Kimia*, *15*(2), 239. <https://doi.org/10.20961/alchery.15.2.30862.239-250>
- Putera, R. D. H. (2012). *Ekstraksi Serat Selulosa Dari Tanaman Eceng Gondok (Eichornia crassipes) Dengan Variasi Pelarut*. Universitas Indonesia.
- Rachmawaty, R., Meriyani, M., and Priyanto, S. (2013). Sintesis Selulosa Diastet dari Eceng Gondok (*Eichornia crassipes*) dan Potensinya untuk Pembuatan Membran. *Jurnal Teknologi Kimia Dan Industri*, *2*(3), 8–16.
- Radotić, K. and Mičić, M. (2016). *Methods for Extraction and Purification of Lignin And Cellulose from Plant Tissues. In Sample Preparation Techniques for Soil, Plant, and Animal Samples*. Humana Press.
- Rizky, D. H. (2012). *Ekstraksi serat selulosa dari tanaman eceng gondok dengan variasi pelarut*. Universitas Indonesia.
- Safari, S., N. Idiawati, & T. A. Z. (2013). Efektivitas Campuran Enzim Selulase dari *Aspergillus niger* dan *Trichoderma reesei* dalam Menghidrolisis Substrat Sabut Kelapa. *JKK*, *2*(1), 46–51.
- Saputra, A. H., Qadhayna, L., & Pitaloka, A. B. (2014). Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose (CMC) from Water Hyacinth Using Ethanol-Isobutyl Alcohol Mixture as the Solvents. *International Journal of Chemical Engineering and Applications*, *5*(1), 36–40.
- 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. *Journal of Materials Science*, *46*(3), 759–765. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4809-5>
- Sugiarto. (2006). *Dasar – Dasar Pengelolaan Air Limbah*. UI Press.
- Sun, J.X., Sun, X.F., Zhao, H., and Sun, R. C. (2004). Isolation and Characterization of Cellulose from Sugarcane Bagasse. *Polymer Degradation and Stability*, *84*(2), 331–339.
- Sundari, M. T., & A. Ramesh. (2012). Isolation and Characterization of Cellulose Nanofiber from the Aquatic Weed Water hyacinth-*Eichornia Crassipes*. *Carbohydrate Polymers*, *87*, 1701–1705.
- Susanto, R. (2008). *Optimasi Kogulasi Flokulasi dan Analisis Kualitas Air Pada Industri Semen. Skripsi Program Studi Kimia Fakultas Teknologi dan Sains*. Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- Syafri, E., Kasim, A., Abral, H., & Asben, A. (2019). Cellulose nanofibers isolation and characterization from ramie using a chemical-ultrasonic treatment. *Journal of Natural Fibers*, *16*(8), 1145–1155. <https://doi.org/10.1080/15440478.2018.1455073>
- Taherzadeh, M. J. a. K. K. (2007). Acid Based Hydrolysis Processes for Ethanol from Lignocellulosic Materials., A Review. *Bioresources*, *2*(3), 472–499.
-

- Trache, D., Hussin, M. H., Hui Chuin, C. T., Sabar, S., Fazita, M. R. N., Taiwo, O. F. A., Hassan, T. M., & Haafiz, M. K. M. (2016). Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 93, 789–804. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056>
- Trygg, J., Fardim, P., Gericke, M., Mäkilä, E., & Salonen, J. (2013). 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>
- Voon, L. K., Pang, S. C., & Chin, S. F. (2017). Porous Cellulose Beads Fabricated from Regenerated Cellulose as Potential Drug Delivery Carriers. *Journal of Chemistry*, 2017. <https://doi.org/10.1155/2017/1943432>
- Weyell, P., Beekmann, U., Küpper, C., Dederichs, M., Thamm, J., Fischer, D., & Kralisch, D. (2019). Tailor-made material characteristics of bacterial cellulose for drug delivery applications in dentistry. *Carbohydrate Polymers*, 207, 1–10. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2018.11.061>
- Wibisono, S. d. (2002). *Buku Kerja Praktek di PT Kertas Lecces Persero*.
- Wolok, E., Lahay, I. H., Machmoed, B. R., & Pakaya, F. (2018). POROSITAS DAN KANDUNGAN SELULOSA SERAT ECENG GONDOK (*Eichhornia crassipes*). *Seminar Nasional Teknologi Dan Rekayasa (SENTRA), April 2020*, 2018. <https://doi.org/10.22219/sentra.v0i4.2283>
- Yadav, M., & Chiu, F.-C. (2019). Cellulose nanocrystals reinforced  $\kappa$ -carrageenan based UV resistant transparent bionanocomposite films for sustainable packaging applications. *Carbohydrate Polymers*, 211, 181–194. <https://doi.org/10.1016/j.carbpol.2019.01.114>
- Yuniarti, D. P. & L. M. (1988). *Pemanfaatan Eceng Gondok Sebagai Bahan Baku untuk Pembuatan Karton*. Universitas Sriwijaya.
- 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>

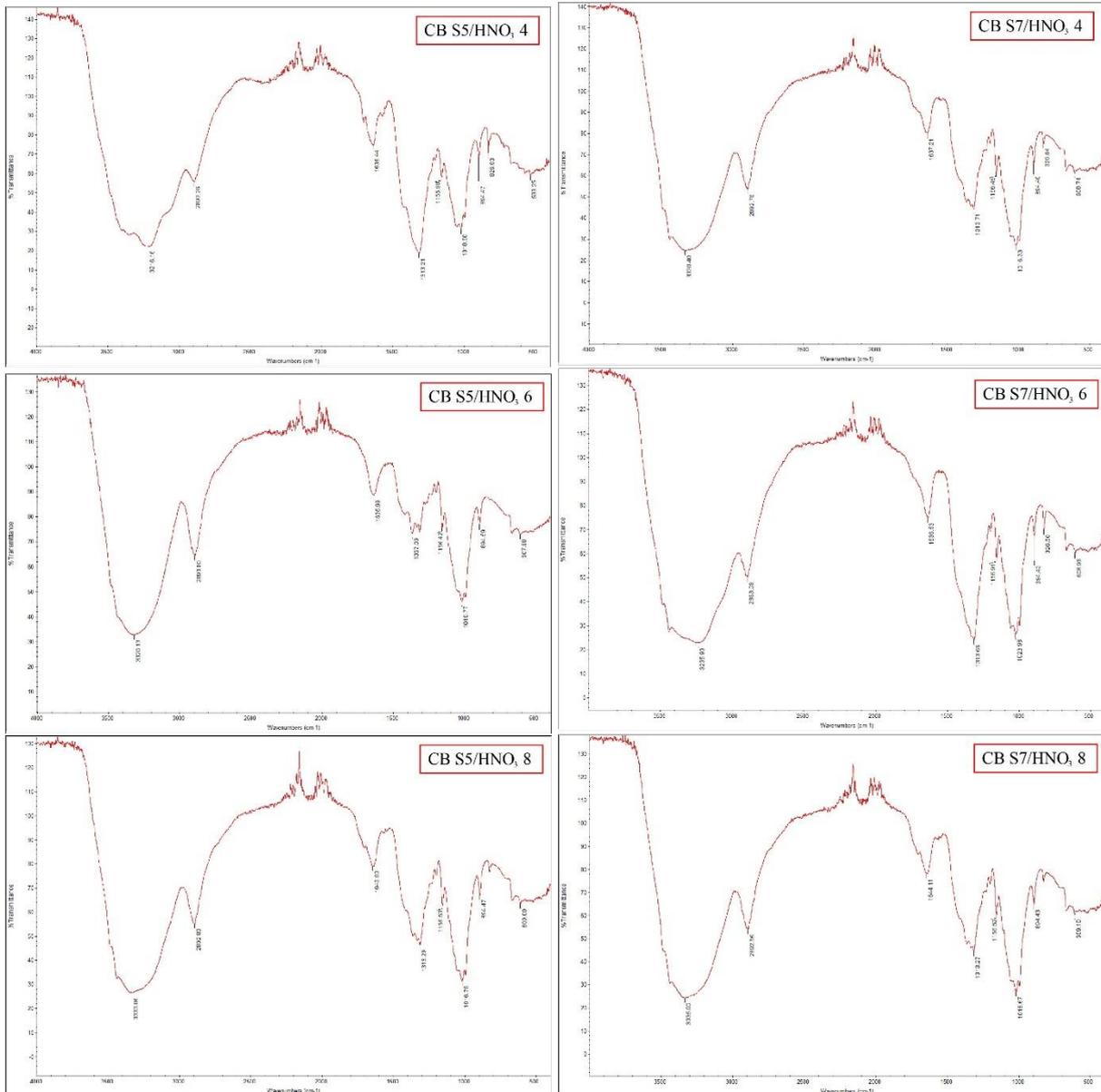
## LAMPIRAN

### Lampiran 1: Hasil FTIR *Cellulose Beads*

#### 1. Hasil FTIR serbuk eceng gondok dan selulosa eceng gondok



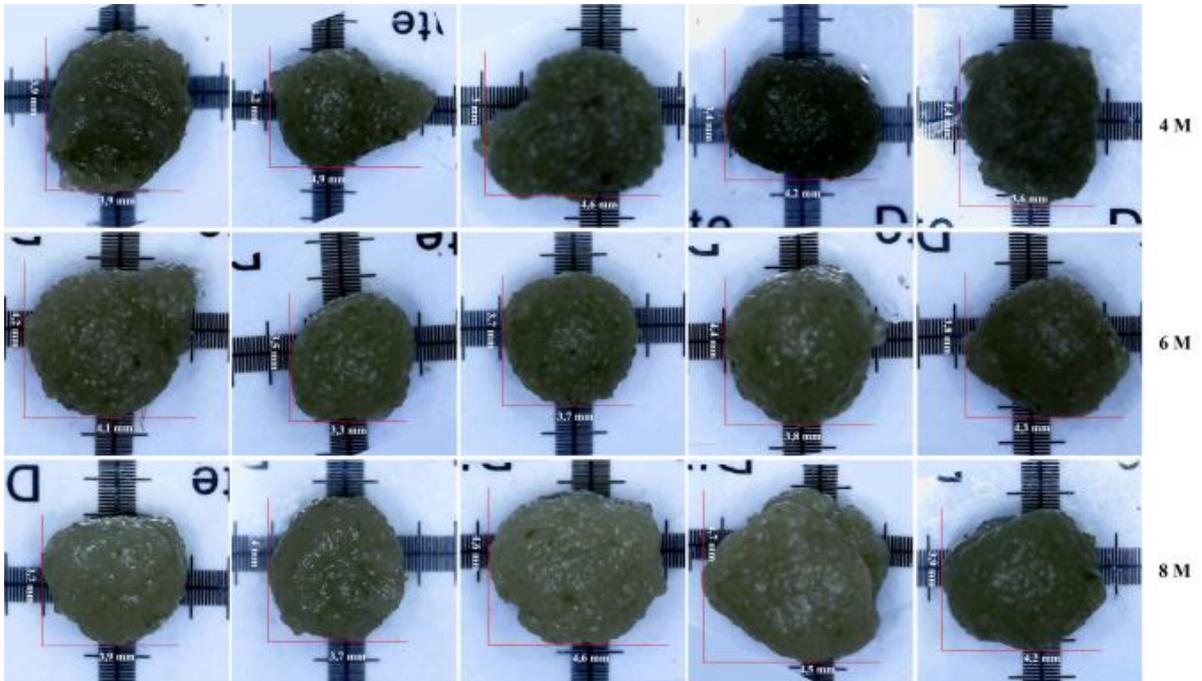
2. Hasil FTIR *Cellulose beads*



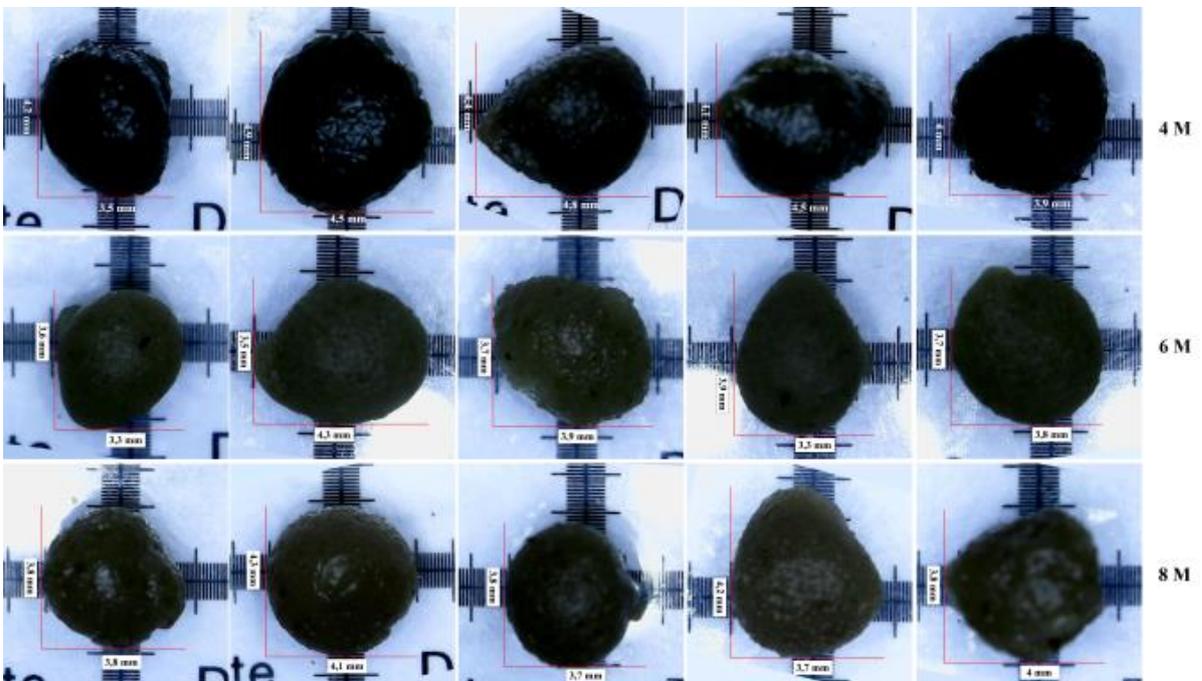
---

**Lampiran 2: Hasil karakterisasi dengan mikroskop optik**

1. *Cellulose beads* dengan jumlah selulosa 5%

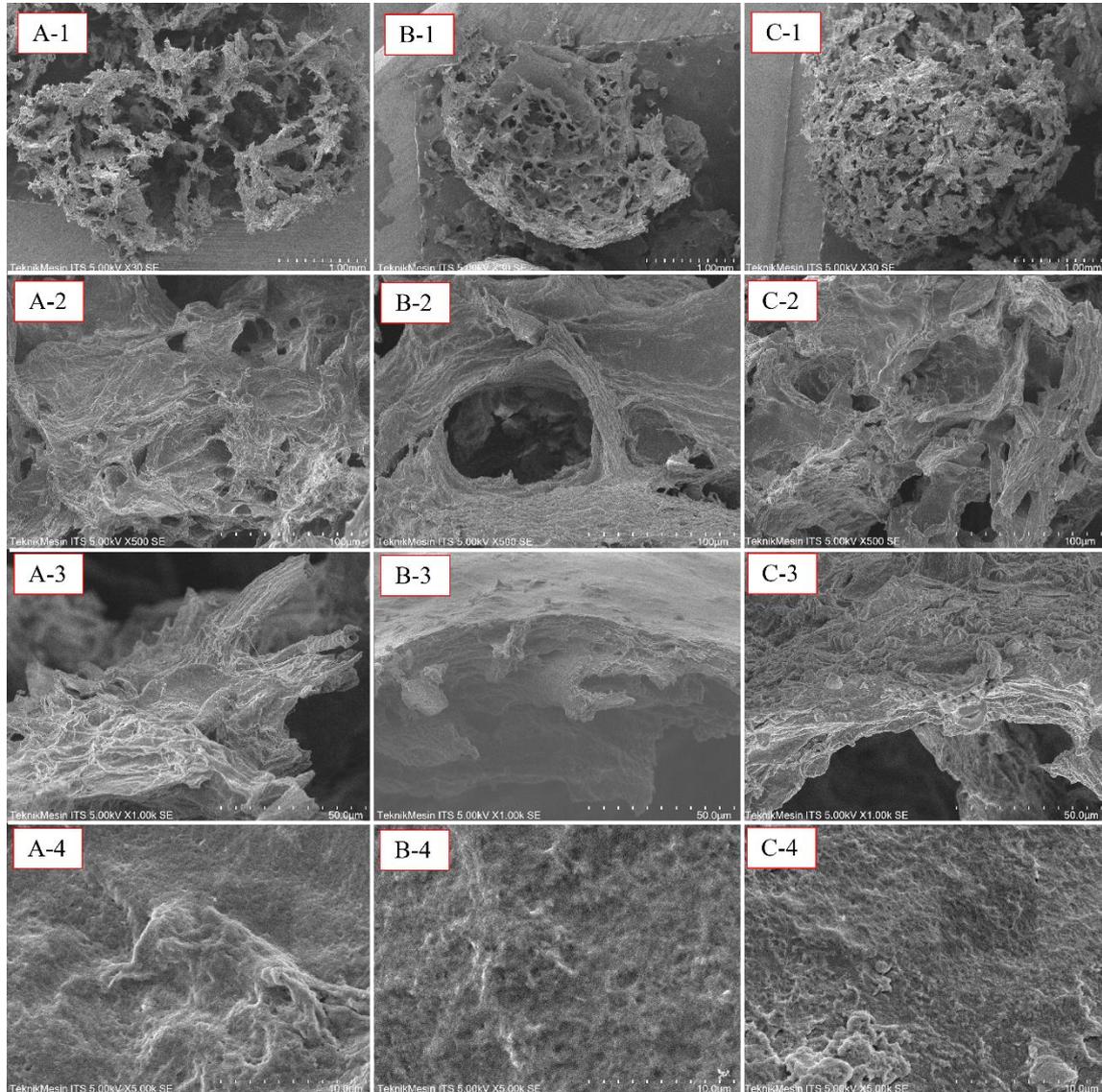


2. *Cellulose beads* dengan jumlah selulosa 7%

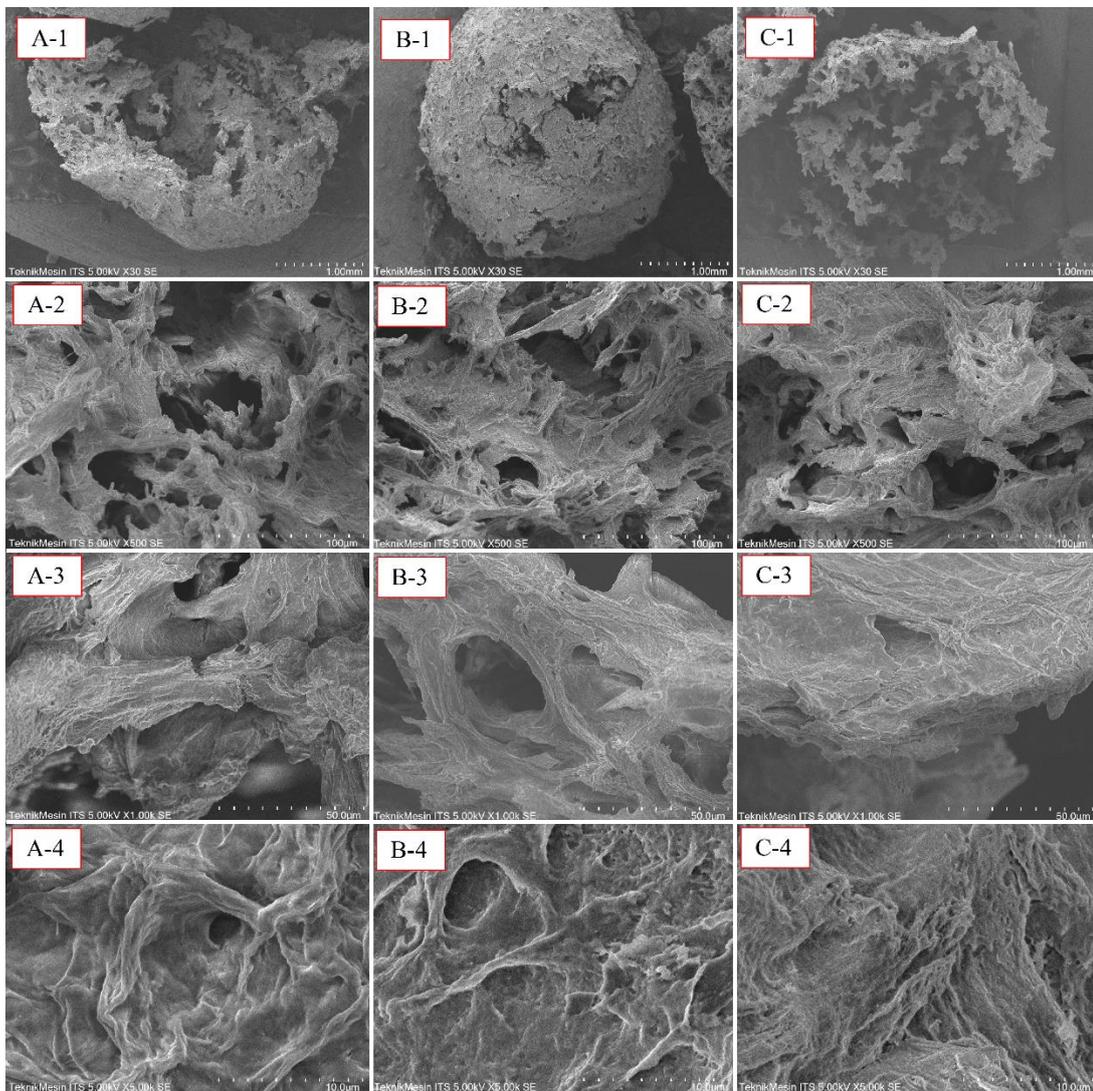


**Lampiran 3: Hasil SEM *Cellulose Beads***

1. (1) CB S5 pada perbesaran 30x; (2) pada perbesaran 500x; (3) pada perbesaran 1000x; (4) pada perbesaran 5000x; (A) HNO<sub>3</sub> 4 M, (B) HNO<sub>3</sub> 6 M, (C) HNO<sub>3</sub> 8 M



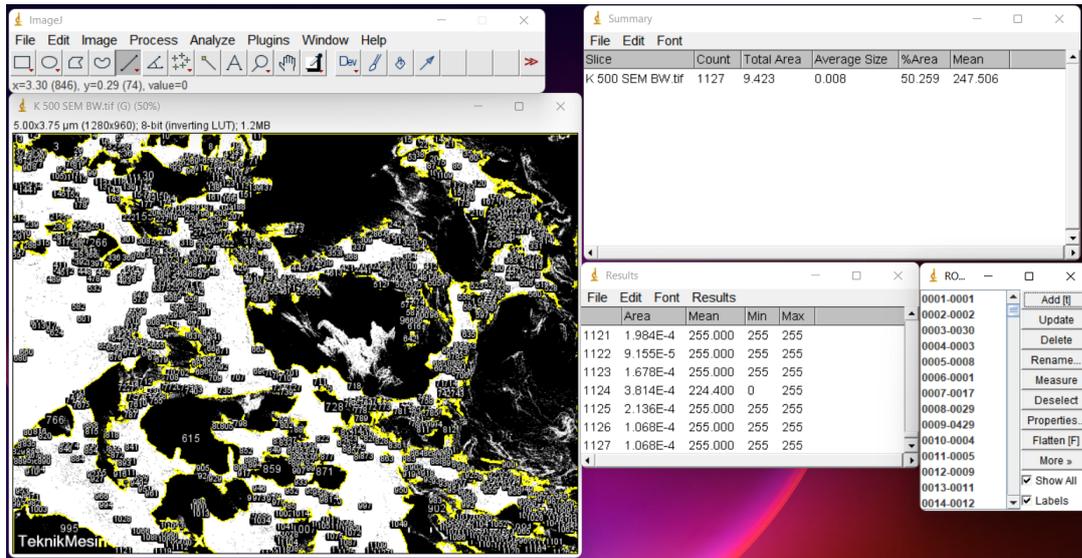
2. (1) CB S7 pada perbesaran 30x; (2) pada perbesaran 500x; (3) pada perbesaran 1000x; (4) pada perbesaran 5000x; (A) HNO<sub>3</sub> 4 M, (B) HNO<sub>3</sub> 6 M, (C) HNO<sub>3</sub> 8 M



3. Data rasio luasan pori

Sampel	Rasio luas pori (%)
CB S5/HNO <sub>3</sub> 4	55,92
CB S5/HNO <sub>3</sub> 6	58,78
CB S5/HNO <sub>3</sub> 8	54,75
CB S7/HNO <sub>3</sub> 4	50,26
CB S7/HNO <sub>3</sub> 6	56,33
CB S7/HNO <sub>3</sub> 8	49,43

4. Salah satu perhitungan luas pori menggunakan *software* ImageJ



## KATA PENGANTAR

Alhamdulillah, Puji dan Syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah memberikan rahmat, inayah, dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian Tugas Akhir dengan judul “Studi Pengaruh Variasi Jumlah Selulosa dan Konsentrasi Larutan Koagulan Pada Proses Sintesis *Cellulose Beads* Dari Eceng Gondok”. Pada pengerjaan dan penyusunan Tugas Akhir ini, penulis menyadari bahwa tanpa bantuan dan dukungan dari berbagai pihak, laporan ini tidak akan terselesaikan dengan baik. Maka dari itu, penulis ingin mengucapkan terima kasih kepada pihak-pihak yang telah membantu, antara lain:

1. Orangtua, kakak, serta seluruh keluarga besar tercinta dari penulis yang selalu mendoakan, memberikan motivasi serta *support* selama proses pengerjaan Tugas Akhir ini.
2. 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.
3. Intan Fikriyah L.A sebagai *partner* dan teman diskusi penulis selama pengerjaan penelitian Tugas Akhir ini dan sabar mendengar keluh kesah selama hidup, perkuliahan, termasuk saat penulis mengerjakan Tugas Akhir ini.
4. Farhan Fadhurrahman sebagai *support system* yang selalu ada dan selalu sabar mendengar keluh kesah penulis selama pengerjaan Tugas Akhir ini.
5. Anggota Laboratorium Inovasi Material, teman-teman ‘The Scientist’ yang selalu menemani pada saat beraktivitas di laboratorium.
6. Adelina Salsabila sebagai teman yang selalu mendengarkan cerita penulis selama perkuliahan, termasuk saat penulis mengerjakan Tugas Akhir ini.
7. Teman-teman Departemen Teknik Material dan Metalurgi angkatan 2018 (MT20) sebagai keluarga yang telah menemani penulis selama perkuliahan.
8. Terakhir, kepada Salsa Zulfa Aurelia, penulis Laporan Tugas Akhir ini yang telah kuat dan berusaha untuk selalu ikhlas dalam menjalani segala proses Tugas Akhir ini.

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

Surabaya, 11 Juli 2022

Penulis

Salsa Zulfa Aurelia

*(Halaman ini sengaja dikosongkan)*

## BIODATA PENULIS



Penulis bernama lengkap Salsa Zulfa Aurelia. Lahir di Jakarta pada tanggal 11 Juli 2000. Penulis merupakan anak ketiga dari tiga bersaudara. Bertempat tinggal dan tumbuh besar di Surabaya. Penulis telah menempuh pendidikan formal yaitu SDN Kalisari 1 Surabaya tahun 2006-2012, SMPN 39 Surabaya tahun 2012-2015, SMAN 17 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 berkuliah, penulis pernah aktif di beberapa kegiatan non-akademik, seperti menjadi Staf Departemen

*Research and Development* INDOCOR SC ITS 2018/2019, Staf Departemen Relasi dan Media Badan Eksekutif Mahasiswa Fakultas Teknologi Industri ITS 2019/2020, *Head of Department Research and Development* INDOCOR SC ITS 2019/2020, serta menjadi Sekretaris Umum Badan Eksekutif Mahasiswa Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem ITS 2021. Penulis mempunyai pengalaman Kerja Praktik pada bidang *machine maintenance* di PT. Semen Indonesia pada tahun 2021. Untuk menyelesaikan Pendidikan S1, penulis mengambil bidang tugas akhir yaitu Material Inovatif yang terfokus pada biomaterial untuk material baru yaitu *Cellulose Beads* dengan *natural resource*. Penulis dapat dikontak melalui surat elektronik [salsa.zulfa00@gmail.com](mailto:salsa.zulfa00@gmail.com) serta nomor telepon +6281217633499.