



**SINTESIS SELULOSA ASETAT DARI TONGKOL JAGUNG
DENGAN VARIASI VOLUME ANHIDRIDA ASETAT
SEBAGAI MATERIAL MEMBRAN**

SKRIPSI

Oleh

Anyberta Dwi Listyanti

NIM 161810301061

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKADAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS JEMBER

2021



**SINTESIS SELULOSA ASETAT DARI TONGKOL JAGUNG
DENGAN VARIASI VOLUME ANHIDRIDA ASETAT
SEBAGAI MATERIAL MEMBRAN**

SKRIPSI

diajukan guna melengkapi tugas akhir dan memenuhi salah satu syarat
untuk menyelesaikan Program Studi Kimia (S1)
dan mencapai gelar Sarjana Sains

Oleh

Anyberta Dwi Listyanti

NIM 161810301061

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER**

2021

PERSEMBAHAN

Skripsi ini saya persembahkan kepada:

1. Ayah Raji Haryanto dan Ibu Sulis Miati tercinta, yang selalu mendoakan, memberi segala bentuk kasih sayang, bimbingan, nasihat dan semangat tiada henti dengan tulus dan ikhlas;
2. Kakak Abet Kristalistianto dan Kakak Selly Omega yang selalu memberikan semangat, doa dan segala bentuk dukungan lainnya;
3. Bapak dan ibu guru/dosen yang telah memberikan ilmu dan bimbingan selama menempuh semua jenjang pendidikan;
4. Almamater tercinta TK Masyitoh IV, SDN Kutorejo II Pandaan, SMPN 1 Pandaan, SMAN 1 Pandaan, serta Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
5. Keluarga besar kimia angkatan 2016 (Extasy) yang telah berjuang bersama, berbagi dalam suka dan duka semasa kuliah;
6. Rorintha Pecky Nindyawati, Rina Silviah, Silvia Oniga Safitri dan Putri Wulandari yang telah menjadi teman seperjuangan dalam tim riset biomaterial;
7. Siti Adlha Hauliyah Ni'mah, Yeni Kartikasari, Ika Farah Farizhi Muslimiyah dan Amalia Anggreini yang telah memberikan semangat, perhatian dan rasa kekeluargaan selama masa kuliah di Jember;
8. Muhamad Kiki Afindia Joenata dan Ersya Yanu Ramadhani yang telah menjadi teman belajar dan berbagi suka duka;
9. Mantan pengurus UKMK Kristen Universitas Jember tahun 2018 yang telah memberi kenangan dan rasa kekeluargaan;
10. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu.

MOTTO

“Takut akan Tuhan adalah permulaan pengetahuan”
(Amsal 1:7) *)

“Sebab Aku ini mengetahui rancangan-rancangan apa yang ada pada-Ku mengenai kamu, demikianlah firman TUHAN, yaitu rancangan damai sejahtera dan bukan rancangan kecelakaan, untuk memberikan kepadamu hari depan yang penuh harapan”
(Yeremia 29:11) *)

“Kami jatuh, bangkit, jatuh lagi, dan bangkit lagi” **)

*) Lembaga Alkitab Indonesia. 1974. *ALKITAB Terjemahan Baru*. Jakarta: Percetakan Lembaga Alkitab Indonesia.

**) Hirata, Andrea. 2008. *Edensor*. Yogyakarta: Bentang.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

nama : Anyberta Dwi Listyanti

NIM : 161810301061

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah saya yang berjudul “Sintesis Selulosa Asetat dari Tongkol Jagung dengan Variasi Volume Anhidrida Asetat sebagai Material Membran” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada instansi manapun, serta bukan karya jiplakan. Saya bertanggungjawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang dijunjung tinggi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya, tanpa adanya tekanan dan paksaan dari pihak mana pun serta bersedia mendapat sanksi akademik jika ternyata di kemudian hari pernyataan ini tidak benar.

Jember, 21 Januari 2021

Yang menyatakan,

Anyberta Dwi Listyanti
NIM 161810301061

SKRIPSI

**SINTESIS SELULOSA ASETAT DARI TONGKOL JAGUNG
DENGAN VARIASI VOLUME ANHIDRIDA ASETAT
SEBAGAI MATERIAL MEMBRAN**

Oleh

Anyberta Dwi Listyanti

NIM 161810301061

Pembimbing

Dosen Pembimbing Utama : Dwi Indarti, S.Si., M.Si.

Dosen Pembimbing Utama : Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si.

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Sintesis Selulosa Asetat dari Tongkol Jagung dengan Variasi Volume Anhidrida Asetat sebagai Material Membran” karya Anyberta Dwi Listyanti telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua

Anggota I,

Dwi Indarti, S.Si., M.Si.
NIP. 197409012000032004

Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si.
NIP. 197107031997021001

Anggota II,

Anggota III,

Novita Andarini, S.Si., M.Si.
NIP. 197211122000032001

Asnawati, S.Si., M.Si.
NIP. 196808141999032001

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Jember

Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D.
NIP. 195910091986021001

RINGKASAN

Sintesis Selulosa Asetat dari Tongkol Jagung dengan Variasi Volume Anhidrida Asetat sebagai Material Membran: Anyberta Dwi Listyanti; 161810301061; 2021: 55 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Tongkol jagung merupakan salah satu bahan alam yang dapat dimanfaatkan sebagai sumber selulosa. Kandungan selulosa pada tongkol jagung cukup tinggi, yaitu sebesar $38,8\% \pm 2,5\%$. Selulosa dapat dimodifikasi dengan mengganti gugus hidroksil dari selulosa dengan gugus asetil dari anhidrida asetat melalui proses asetilasi. Asetilasi dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu waktu asetilasi, suhu, jumlah pereaksi dan kecepatan pengadukan. Selulosa asetat dapat digunakan sebagai material membran. Jenis selulosa asetat yang dapat diaplikasikan untuk pembuatan membran adalah selulosa diasetat dengan kadar asetil 35-43,5%. Pembuatan membran dilakukan dengan metode inversi fasa. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi rasio selulosa : anhidrida asetat terhadap kadar asetil, derajat substitusi, kelarutan dan struktur selulosa asetat hasil sintesis, serta perbandingan sifat fisik dan struktur membran selulosa asetat sintesis dengan membran selulosa asetat komersil.

Penelitian ini diawali dengan isolasi selulosa dari tongkol jagung. Selulosa hasil isolasi dikarakterisasi meliputi kadar air dan strukturnya dengan FTIR. Selulosa selanjutnya digunakan untuk sintesis selulosa asetat dengan variasi volume anhidrida asetat, yaitu 10, 25, 50 dan 100 mL. Selulosa asetat hasil sintesis dikarakterisasi meliputi kadar asetil, derajat substitusi, kelarutan dan strukturnya dengan FTIR. Selulosa asetat hasil sintesis yang telah dikarakterisasi dan memiliki karakteristik yang hampir sama dengan selulosa asetat komersil dimanfaatkan sebagai material membran. Membran selulosa asetat dibuat menggunakan teknik inversi fasa dengan presipitasi immersi. Membran selulosa asetat dikarakterisasi meliputi densitas dan derajat *swelling*, serta FTIR.

Hasil dari penelitian ini menunjukkan bahwa volume anhidrida asetat yang ditambahkan saat proses asetilasi mempengaruhi kadar asetil, derajat substitusi, kelarutan dan struktur dari selulosa asetat yang dihasilkan. Selulosa asetat hasil sintesis menghasilkan kadar asetil dengan *range* 36,19 – 56,70% dan derajat substitusi 2,1- 2,8. Kadar asetil dan derajat substitusi semakin meningkat seiring bertambahnya volume anhidrida asetat yang digunakan. Berdasarkan kadar asetil dan derajat substitusinya, selulosa asetat sintesis dengan rasio (1:2) dan (1:5) tergolong dalam jenis selulosa diasetat, sedangkan rasio (1:10) dan (1:20) tergolong dalam jenis selulosa triasetat. Selulosa asetat sintesis larut dalam pelarut yang sesuai dengan jenis selulosa asetat yang terbentuk. Selulosa diasetat dari rasio (1:2) tidak larut dalam semua pelarut, selulosa diasetat dari rasio (1:5) memiliki kelarutan yang tinggi dalam pelarut aseton, dan selulosa triasetat dari rasio (1:10) dan (1:20) memiliki kelarutan yang tinggi dalam pelarut diklorometan dan kloroform. Identifikasi struktur selulosa asetat sintesis dengan FTIR menghasilkan serapan khas selulosa asetat, yaitu C=O ester dan C-O asetil dan memiliki pola spektra yang sama dengan selulosa asetat komersil. Membran selulosa asetat sintesis yang dibuat menghasilkan nilai densitas yang lebih kecil dibandingkan dengan membran selulosa asetat komersil, sedangkan nilai derajat *swelling* yang dihasilkan lebih besar. Identifikasi struktur membran selulosa asetat sintesis menghasilkan spektra dengan puncak-puncak serapan gugus fungsi yang sama dengan membran selulosa asetat komersil. Puncak-puncak serapan yang dihasilkan, yaitu O-H ulur, C-H ulur, C=O ester, C-H tekuk, C-O asetil dan C-O ulur.

PRAKATA

Puji syukur atas kasih dan karunia Tuhan Yang Maha Esa, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Sintesis Selulosa Asetat dari Tongkol Jagung dengan Variasi Volume Anhidrida Asetat sebagai Material Membran”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat dalam menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Penyusunan skripsi ini tidak lepas dari bantuan berbagai pihak. Oleh karena itu, penulis menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Achmad Sjaifullah, M.Sc., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
2. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember;
3. Dwi Indarti, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing utama dan Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, serta doa dalam penyusunan skripsi ini;
4. Novita Andarini, S.Si., M.Si. selaku dosen penguji utama dan Asnawati, S.Si., M.Si. selaku dosen penguji anggota yang telah meluangkan waktu guna menguji, memberikan kritik dan saran untuk perbaikan demi kesempurnaan skripsi ini;
5. Novita Andarini, S.Si., M.Si. selaku dosen pembimbing akademik yang telah membimbing dan memberikan nasihat selama masa perkuliahan;
6. Semua pihak yang selalu mendoakan dan tidak dapat disebutkan satu per satu.

Penulis juga menerima segala kritik dan saran dari semua pihak demi kesempurnaan skripsi ini. Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat.

Jember, Januari 2021

Penulis

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|---|---------|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PERSEMBAHAN | ii |
| HALAMAN MOTTO | iii |
| HALAMAN PERNYATAAN | iv |
| HALAMAN PEMBIMBINGAN | v |
| HALAMAN PENGESAHAN | vi |
| RINGKASAN | vii |
| PRAKATA | ix |
| DAFTAR ISI | x |
| DAFTAR TABEL | xii |
| DAFTAR GAMBAR | xiii |
| DAFTAR LAMPIRAN | xiv |
| | |
| BAB 1. PENDAHULUAN | 1 |
| 1.1 Latar Belakang | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 3 |
| 1.3 Batasan Masalah | 3 |
| 1.4 Tujuan Penelitian | 3 |
| 1.5 Manfaat Penelitian | 4 |
| | |
| BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA | 5 |
| 2.1 Tongkol Jagung | 5 |
| 2.2 Selulosa | 5 |
| 2.3 Selulosa Asetat | 6 |
| 2.4 Delignifikasi | 10 |
| 2.5 Derajat Substitusi dan Kadar Asetil | 12 |
| 2.6 <i>Fourier Transform Infrared (FTIR)</i> | 14 |
| 2.7 Membran Selulosa Asetat | 15 |
| 2.8 Pembuatan Membran | 16 |
| 2.9 Faktor Pembentukan Struktur Membran | 19 |
| 2.10 Karakterisasi Membran | 22 |
| | |
| BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN | 23 |
| 3.1 Waktu dan Tempat Penelitian | 23 |
| 3.2 Alat dan Bahan Penelitian | 23 |
| 3.2.1 Alat..... | 23 |
| 3.2.2 Bahan | 23 |
| 3.3 Rancangan Penelitian | 24 |
| 3.4 Prosedur Penelitian | 25 |
| 3.4.1 Isolasi Selulosa..... | 25 |
| 3.4.2 Sintesis Selulosa Asetat | 25 |
| 3.4.3 Karakterisasi Selulosa Asetat..... | 26 |

| | |
|--|-----------|
| 3.4.4 Pembuatan Membran Selulosa Asetat..... | 27 |
| 3.4.5 Karakterisasi Membran Selulosa Asetat | 28 |
| 3.4.6 Preparasi Larutan | 29 |
| BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN..... | 30 |
| 4.1 Pengaruh Rasio Selulosa : Anhidrida Asetat Terhadap Kadar Asetil, Derajat Substitusi dan Kelarutan Selulosa Asetat Hasil Sintesis | 30 |
| 4.1.1 Pengaruh Rasio Selulosa : Anhidrida Asetat Terhadap Kadar Asetil dan Derajat Substitusi..... | 35 |
| 4.1.2 Pengaruh Rasio Selulosa : Anhidrida Asetat Terhadap Kelarutan..... | 37 |
| 4.2 Struktur Selulosa Asetat Hasil Sintesis | 40 |
| 4.3 Karakteristik Membran Selulosa Asetat..... | 43 |
| 4.3.1 Densitas dan Derajat Swelling Membran Selulosa Asetat... | 44 |
| 4.3.2 Struktur Membran Selulosa Asetat | 46 |
| BAB 5. PENUTUP..... | 48 |
| 5.1 Kesimpulan | 48 |
| 5.2 Saran..... | 48 |
| DAFTAR PUSTAKA | 49 |
| LAMPIRAN..... | 56 |

DAFTAR TABEL

| | Halaman |
|---|---------|
| 2.1 Aplikasi selulosa asetat berdasarkan kadar asetil, derajat substitusi dan jenis pelarut | 7 |
| 2.2 Sifat fisik polimer selulosa asetat dan polimer lainnya | 8 |
| 2.3 Kisar nilai fluks dan tekanan berbagai jenis membran | 16 |
| 2.4 Sifat fisik dan kimia SDS | 19 |
| 2.5 Parameter kelarutan | 20 |
| 4.1 Puncak serapan dari selulosa komersil dan selulosa isolasi | 32 |
| 4.2 Hasil proses sintesis selulosa asetat | 34 |
| 4.3 Penggolongan jenis selulosa asetat hasil sintesis | 36 |
| 4.4 Hasil uji kelarutan selulosa asetat | 38 |
| 4.5 Perbandingan hasil analisis FTIR selulosa asetat sintesis dan selulosa asetat komersil | 41 |
| 4.6 Larutan <i>dope</i> selulosa asetat sintesis dan komersil | 43 |
| 4.7 Sifat fisik membran selulosa asetat | 44 |
| 4.8 Perbandingan hasil FTIR membran selulosa asetat sintesis dan komersil .. | 47 |

DAFTAR GAMBAR

| | Halaman |
|--|---------|
| 2.1 Struktur kimia selulosa | 6 |
| 2.2 Reaksi asetilasi selulosa menjadi selulosa asetat..... | 9 |
| 2.3 Reaksi saponifikasi | 11 |
| 2.4 Proses pemisahan pada membran | 15 |
| 2.5 Proses presipitasi immersi | 17 |
| 2.6 Struktur SDS..... | 19 |
| 3.1 Diagram alir penelitian | 24 |
| 3.2 Pembuatan membran dengan teknik inversi fasa..... | 28 |
| 4.1 Spektra FTIR tongkol jagung (CC) dan selulosa hasil isolasi (CCC) | 31 |
| 4.2 Spektra FTIR selulosa komersil dan selulosa hasil isolasi | 32 |
| 4.3 Kadar asetil dan derajat substitusi selulosa asetat sintesis dengan variasi rasio selulosa : anhidrida asetat | 35 |
| 4.4 Kelarutan selulosa asetat sintesis komposisi (1:5) dalam pelarut..... | 38 |
| 4.5 Hasil uji FTIR selulosa asetat | 40 |
| 4.6 Densitas membran selulosa asetat sintesis dan komersil..... | 45 |
| 4.7 Derajat <i>swelling</i> membran selulosa asetat sintesis dan komersil..... | 45 |
| 4.8 Spektra FTIR membran selulosa asetat sintesis dan komersil..... | 47 |

DAFTAR LAMPIRAN

| | Halaman |
|--|---------|
| 4.1 Karakteristik Selulosa Asetat | 56 |
| 4.1.1 Hasil Proses Isolasi Selulosa Tongkol Jagung | 56 |
| 4.1.2 Persen Hasil Selulosa | 57 |
| 4.1.3 Kadar Air Selulosa | 58 |
| 4.1.4 Standarisasi NaOH dan HCl..... | 59 |
| 4.1.5 Kadar Asetil dan Derajat Substitusi Selulosa Asetat..... | 60 |
| 4.1.6 Kelarutan Selulosa Asetat..... | 61 |
| 4.2 Karakteristik Membran Selulosa Asetat | 62 |
| 4.2.1 Densitas Membran Selulosa Asetat | 62 |
| 4.2.2 Derajat Swelling Membran Selulosa Asetat..... | 63 |

BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Tongkol jagung (*Zea mays L.*) adalah salah satu bagian tanaman jagung dengan kandungan selulosa yang cukup tinggi. Tongkol jagung mengandung beberapa komponen utama antara lain $38.8\% \pm 2.5\%$ selulosa, $44.4\% \pm 5.2\%$ hemiselulosa dan $11.9\% \pm 2.3\%$ lignin dalam keadaan kering (Pointner et al., 2014). Selulosa dapat dimodifikasi menjadi selulosa asetat yang digunakan sebagai material membran (Indriyani et al., 2017).

Selulosa yang terkandung dalam tongkol jagung dapat diisolasi melalui proses delignifikasi. Proses ini bertujuan untuk menghilangkan lignin dari lignoselulosa sehingga selulosa akan lebih mudah diperoleh (Artati et al., 2009). Delignifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain waktu ekstraksi, konsentrasi pelarut, ukuran bahan, suhu dan tekanan ekstraksi (Sumada et al., 2011). Fariati (2016) melakukan delignifikasi campuran pelepah pisang dan tandan kosong kelapa sawit pada suhu 120°C selama 1 jam dengan konsentrasi NaOH 3% dan menghasilkan rendemen rata-rata sebesar 30,35%. Hutomo et al. (2012) melakukan delignifikasi *pod husk* kakao 60 mesh pada suhu 100°C selama 3 jam dan melaporkan bahwa rendemen menurun seiring dengan bertambahnya konsentrasi NaOH. Rendemen optimum diperoleh sebesar 27,94% dari penggunaan NaOH 4%. Selulosa dari Hutomo et al. (2012) menghasilkan spektra FTIR yang memiliki puncak serapan gugus O-H ulur pada bilangan gelombang $3448,72\text{ cm}^{-1}$, serapan C-H ulur pada $2924,09\text{ cm}^{-1}$, serapan O-H tekuk pada $1635,64\text{ cm}^{-1}$ dan serapan C-O ulur pada $1064,71\text{ cm}^{-1}$ sebagai serapan khas selulosa.

Modifikasi selulosa menjadi selulosa asetat dapat dilakukan dengan mengganti gugus hidroksil pada selulosa dengan gugus asetil baik sebagian maupun keseluruhan dengan adanya penambahan anhidrida asetat sebagai pereaksi dalam proses asetilasi. Jenis selulosa asetat yang dapat diaplikasikan untuk pembuatan membran adalah selulosa diasetat dengan kadar asetil 35-43,5% (Souhoka dan Latupeirissa, 2018).

Asetilasi dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu waktu asetilasi, suhu, jumlah pereaksi dan kecepatan pengadukan (Wahyusi et al., 2017). Asetilasi selulosa dari sabut kelapa yang dilakukan selama 4 jam pada suhu 60°C dengan rasio selulosa dan anhidrida asetat sebesar 1:8 menghasilkan kadar asetil yang dapat digunakan sebagai material membran yaitu 39,7% (Asparingga et al., 2018). Selulosa asetat sintesis dari Asparingga et al. (2018) menghasilkan spektra FTIR yang memiliki serapan gugus O-H ulur pada bilangan gelombang 3491,02 cm^{-1} , C-H ulur pada 2950,16 cm^{-1} , C-H tekuk pada 1371,35 cm^{-1} , dan serapan khas dari selulosa asetat, yaitu C=O ester pada 1738,58 cm^{-1} , C-O asetil pada 1222,81 cm^{-1} dan C-O ulur pada 1038,14 cm^{-1} . Darmawan et al. (2018) memperoleh kadar asetil optimum sebesar 40,36% pada asetilasi selama 2,5 jam pada suhu 25°C dengan perbandingan selulosa : anhidrida asetat sebesar 2:15. Selulosa asetat sintesis dari Darmawan et al. (2018) memiliki serapan khas selulosa asetat pada spektra FTIR yang dihasilkan, yaitu serapan C=O ester pada 1740 cm^{-1} dan serapan C-O asetil pada 1235 cm^{-1} .

Selulosa asetat hasil sintesis diaplikasikan dalam pembuatan membran. Membran selulosa asetat dibuat dengan metode inversi fasa dengan komposisi yang merujuk pada penelitian Buana (2014), yaitu selulosa asetat 20%, aseton 15%, DMSO 62%, DMP 3% dan SDS 2%. Membran selulosa asetat yang dibuat oleh Buana (2014) menghasilkan spektra FTIR yang memiliki serapan O-H ulur pada bilangan gelombang 3417,63 cm^{-1} , serapan C-H ulur pada 2960,53 cm^{-1} , serapan C=O ester pada 1739,67 cm^{-1} , serapan C-O asetil pada 1240,14 cm^{-1} dan serapan C-O ulur pada 1049,02 cm^{-1} .

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui potensi selulosa asetat yang disintesis dari selulosa berbahan dasar tongkol jagung untuk digunakan sebagai bahan pembuatan membran. Selulosa asetat sintesis diharapkan memiliki karakteristik yang hampir sama dengan selulosa asetat komersil, yaitu memiliki kadar asetil sekitar 40% dan larut dalam pelarut aseton dan DMSO. Membran selulosa asetat sintesis diuji sifat fisiknya meliputi densitas dan derajat *swelling* dan diidentifikasi strukturnya.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari latar belakang penelitian ini antara lain:

1. Bagaimana pengaruh variasi rasio selulosa : anhidrida asetat terhadap kadar asetil, derajat substitusi dan kelarutan selulosa asetat hasil sintesis?
2. Bagaimana struktur selulosa asetat hasil sintesis?
3. Bagaimana perbandingan karakteristik densitas, derajat *swelling* dan struktur membran selulosa asetat sintesis dengan membran selulosa asetat komersil?

1.3 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini antara lain:

1. Serbuk tongkol jagung diayak menggunakan ayakan 60 mesh.
2. Uji kelarutan menggunakan air, DMSO, aseton, propanol, diklorometan dan kloroform.
3. Komposisi membran yaitu selulosa asetat 2 gram, aseton 1,9 mL, DMSO 5,6 mL, DMP 0,3 mL dan SDS 0,2 gram.
4. Karakterisasi membran ditentukan oleh uji densitas, derajat *swelling* dan spektroskopi FTIR.

1.4 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini antara lain:

1. Mengetahui pengaruh variasi rasio selulosa : anhidrida asetat terhadap kadar asetil, derajat substitusi, dan kelarutan selulosa asetat hasil sintesis.
2. Mengetahui struktur selulosa asetat hasil sintesis.
3. Mengetahui perbandingan karakteristik densitas, derajat *swelling* dan struktur membran selulosa asetat sintesis dengan membran selulosa asetat komersil.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini antara lain:

1. Penelitian ini mampu berkontribusi dalam pengembangan polimer dari bahan alam.
2. Penelitian ini dapat memberikan informasi yang berkaitan dengan karakteristik selulosa asetat yang dapat digunakan sebagai material membran untuk kedepannya.



BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tongkol Jagung

Tongkol jagung adalah tempat melekatnya biji jagung. Tongkol jagung tersusun atas beberapa senyawa kompleks potensial yaitu lignin, hemiselulosa dan selulosa. Senyawa kompleks tersebut dapat dikonversi menjadi senyawa lain yang dapat menghasilkan suatu produk dengan nilai ekonomis yang tinggi (Safitri, 2018).

Klasifikasi tanaman jagung menurut Warisno (1998) adalah sebagai berikut:

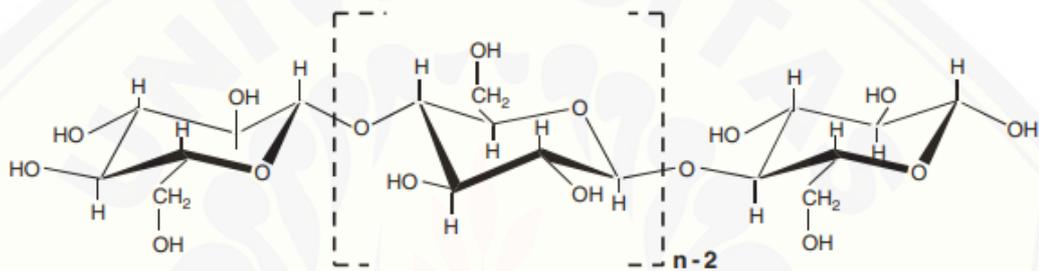
Kingdom : *Plantae*
Divisi : *Spermatophyta*
Sub Divisi : *Angiospermae*
Kelas : *Monocotyledoneae*
Ordo : *Poales*
Famili : *Poaceae*
Genus : *Zea*
Spesies : *Zea mays L.*

Tongkol jagung kering mengandung $38.8\% \pm 2.5\%$ selulosa, $44.4\% \pm 5.2\%$ hemiselulosa dan $11.9\% \pm 2.3\%$ lignin dalam keadaan kering (Pointner et al., 2014). Kandungan selulosa yang cukup tinggi dapat dimanfaatkan sebagai material yang dapat meningkatkan nilai ekonomis dari tongkol jagung. Tongkol jagung dapat digunakan untuk menghasilkan panas, tenaga, bahan bakar gas/cairan, dan berbagai macam produk kimia seperti furfural, xylitol, dan karbon aktif (Kaliyan dan Morey, 2010). Sihotang (2018) menggunakan tongkol jagung untuk membuat bioetanol dengan dengan metode SSF delignifikasi basa dan metode SHF. Kang et al. (2017) menggunakan selulosa dari tongkol jagung untuk menghasilkan nanofiber selulosa teresterifikasi (E-CNF).

2.2 Selulosa

Selulosa adalah komponen utama pembentuk struktur dinding sel tumbuhan dengan kadar tertinggi dari jenis karbohidrat lain dalam dinding sel tumbuhan. Selulosa adalah polimer polisakarida yang tersusun dari monomer-monomer

glukosa yang dihubungkan oleh ikatan glikosida β -1,4. Selulosa telah banyak digunakan dalam berbagai bidang karena bersifat ramah lingkungan, murah dan sumber daya yang dapat diperbaharui (Syahbanu et al., 2017). Selulosa memiliki rantai linear sehingga bersifat kristalin. Struktur rantai linear menyebabkan ikatan hidrogen dari selulosa terbentuk secara teratur dalam intra dan inter molekulnya (Rosnelly, 2010). Selulosa sukar larut dalam berbagai jenis pelarut dan memiliki sifat kuat tarik yang tinggi. Selulosa sangat hidrofilik tetapi tidak larut dalam air karena tingginya sifat kristalin dan ikatan hidrogen antar molekul yang saling berdekatan (Cowd, 1991). Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Struktur kimia selulosa (Sumber: Wustenberg, 2014)

Selulosa dan turunannya telah banyak digunakan dalam bidang industri makanan, farmasi dan aplikasi teknologi lainnya karena bahan *biodegradable* yang murah dan film yang lentur, resisten dan transparan (Herrera et al., 2011). Osorio et al. (2011) menggunakan turunan selulosa *Hydroxy Propyl Methyl Cellulose* (HPMC) sebagai bahan dasar penutup blueberry segar atau juga disebut *Edible Film Coatings* (EFC). EFC adalah adalah film penutup makanan yang dapat dimakan. *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) merupakan turunan selulosa yang juga digunakan dalam pembuatan *biodegradable film* (Jahit et al., 2016). Saljoughi dan Mohammadi (2009) menggunakan selulosa asetat sebagai material membran.

2.3 Selulosa Asetat

Selulosa asetat merupakan senyawa modifikasi selulosa. Modifikasi dilakukan dengan mengganti gugus hidroksil selulosa dengan gugus asetil. Selulosa asetat berwujud serbuk padat, berwarna putih, tidak berbau dan tidak beracun. Selulosa asetat memiliki sifat fisik dan optik yang baik sehingga nilai komersilnya

meningkat. Selulosa asetat banyak digunakan sebagai material untuk plastik, pelapis kertas, membran, tekstil, filter rokok dan mudah untuk diproses lebih lanjut (Gaol et al., 2013).

Selulosa asetat adalah asam organik yang termasuk dalam golongan ester. Selulosa asetat bersifat stabil, mudah larut dalam aseton dan lunak pada suhu sekitar 60-97°C sehingga disebut termoplastik. Selulosa asetat lebih mudah terbakar daripada selulosa nitrat (Mark et al., 1968). Selulosa asetat ditentukan derajat substitusinya untuk mengetahui parameter kecocokan dari penggunaan selulosa asetat (Fengel dan Wegener, 1984). Derajat substitusi (DS) adalah nilai substituen asetil yang diukur berdasarkan jumlah asam asetat yang diesterifikasi pada rantai selulosa (Seto dan Sari, 2013). Tabel 2.1 dapat digunakan untuk menentukan jenis pelarut dan aplikasi selulosa asetat berdasarkan derajat substitusi dan kadar asetilnya.

Tabel 2.1 Aplikasi selulosa asetat berdasarkan kadar asetil, derajat substitusi dan jenis pelarut

| Derajat Substitusi | Kadar Asetil (%) | Kelarutan dalam | Tidak Larut dalam | Aplikasi |
|--------------------|------------------|-----------------------------|-------------------|-----------------|
| 0,6 – 0,9 | 13,0 – 18,6 | Air | Aseton | - |
| 1,2 – 1,8 | 22,2 – 32,2 | 2-metoksi etanol | Aseton | Plastik, pernis |
| 2,2 – 2,7 | 36,5 – 42,2 | Aseton, Dimetilformamida | Diklorometan | Serat, film |
| 2,3 – 2,8 | ≥ 43,0 | Kloroform, Diklorometana | Aseton | Serat lembaran |

(Sumber: Fengel dan Wegener, 1984)

Selulosa asetat merupakan polimer yang banyak diminati karena bersifat ramah lingkungan. Penggunaan polimer selulosa asetat dapat menurunkan penggunaan polimer dari bahan fosil seperti *polivinyll chloride*, *polystyrene* dan *Low Density Polyethylene* (LDPE). Polimer selulosa asetat memiliki nilai kuat tarik yang mendekati polimer dari bahan fosil. Struktur semikristalin selulosa asetat menentukan kuat tarik polimer sehingga menghasilkan sifat mekanik yang baik. Sifat mekanik digunakan oleh membran untuk memberikan tekanan pada proses pemisahan suatu komponen dari campurannya (Harrison et al., 2004).

Perbandingan nilai kuat tarik polimer selulosa asetat dengan polimer berbahan dasar fosil dapat dilihat pada Tabel 2.2.

Tabel 2.2 Sifat fisik polimer selulosa asetat dan polimer lainnya

| Sifat fisik | Selulosa Asetat | Polivinyl Chloride | Polystyrene | LDPE |
|---------------------------------|-----------------|--------------------|-------------|-----------|
| <i>Tensile strength</i> , (Mpa) | 30 | 20 | 42 | 10 |
| <i>Flexural modulus</i> , (Gpa) | 1,7 | 0,03 | 2,5 | 0,25 |
| Titik leleh (°C) | 170 – 240 | 170 – 190 | 210 – 260 | 220 – 260 |
| <i>Strain at yield</i> , (%) | 3,9 | – | 2,4 | 19,0 |

(Sumber: Harrison et al., 2004)

Ott et al. (1954) menjelaskan bahwa selulosa asetat dapat disintesis melalui empat proses antar lain aktivasi, asetilasi, hidrolisis selulosa triasetat dan pemurnian. Keempat proses tersebut dijelaskan seperti di bawah ini:

a. Aktivasi

Aktivasi adalah tahap pengembangan selulosa yang dapat mempermudah reaksi esterifikasi. Tahap ini bertujuan untuk meningkatkan reaktifitas selulosa dalam bahan baku, memperbesar permukaan selulosa dan menurunkan derajat polimerisasi. Pembesaran permukaan selulosa diakibatkan adanya pengembangan serat yang ditandai dengan pemutusan ikatan intramolekul sehingga difusi reagen dalam serat dapat berjalan dengan mudah. Bahan yang umum digunakan dalam aktivasi adalah air atau asam asetat. Aktivasi umumnya dilakukan pada suhu 20-80°C, tetapi yang dianjurkan adalah 50°C untuk mencegah penguapan pelarut (Ott et al., 1954).

b. Asetilasi

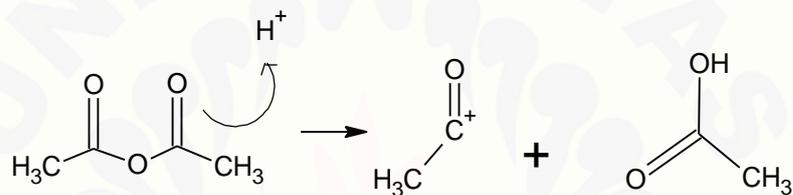
Asetilasi adalah tahap penggantian gugus hidroksil selulosa dengan gugus asetil baik secara sebagian maupun keseluruhan sehingga dihasilkan produk selulosa triasetat. Gugus asetil diperoleh dari pereaksi anhidrida asetat. Asetilasi umumnya menggunakan pelarut asam asetat dengan bantuan katalis asam sulfat. Perlakuan ini bergantung pada jumlah materi yang dapat larut sempurna dalam campuran asetilasi (Fengel dan Wegener, 1984).

Penggunaan asam sulfat yang berlebih dapat mempercepat proses depolimerisasi selulosa dan menghasilkan selulosa triasetat yang tahan terhadap panas (Campbell, 1973). Penggunaan katalis asam sulfat dalam skala industri

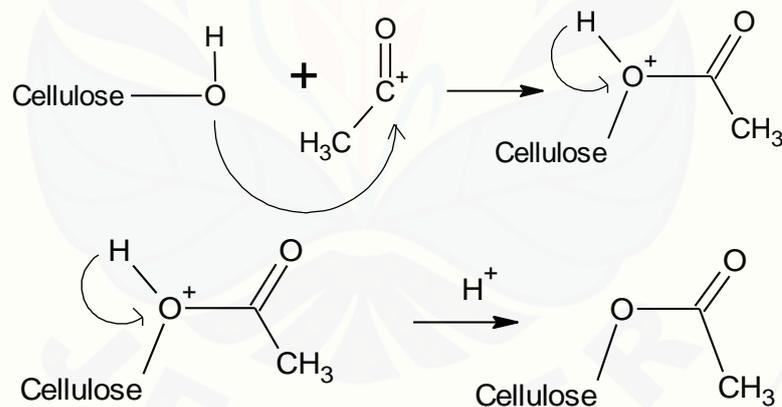
umumnya sekitar 6-20% dari berat kering selulosa, sedangkan dalam skala laboratorium sebesar 2-20% apabila kandungan selulosa kecil dan 0,1-2% apabila kandungan selulosa cukup besar. Katalis berguna untuk meyeragamkan asetilasi selulosa dan meningkatkan kualitas kelarutan selulosa asetat dalam asam asetat. Asetilasi dapat dihentikan dengan penambahan air untuk menghilangkan anhidrida asetat dan menyediakan 5-10% air untuk proses hidrolisis (Ott et al., 1954).

Asetilasi secara garis besar dapat dikatakan sebagai reaksi esterifikasi. Asetilasi dibagi menjadi dua tahap, yaitu tahap protonasi anhidrida dan tahap asetilasi. Mekanisme reaksi esterifikasi dapat dilihat pada Gambar 2.2.

Tahap protonasi:



Tahap asetilasi:



Gambar 2.2 Reaksi asetilasi selulosa menjadi selulosa asetat (Sumber: Sjostrom, 1993)

Tahap protonasi anhidrida asetat menghasilkan ion karbonium elektofil. Ion karbonium elektofil kemudian mengalami asetilasi dengan penambahan atom oksigen hidroksil nukleofil selulosa. Zat antara akan membebaskan proton dan terurai menjadi selulosa asetat asam asetat (Sjostrom, 1993).

c. Hidrolisis Selulosa Triasetat

Hidrolisis adalah tahap substitusi gugus hidroksil dari air pada gugus asetil dari selulosa triasetat sehingga menghasilkan selulosa diasetat dengan kadar asetil

yang bervariasi sesuai yang diinginkan. Selulosa triasetat memiliki satu gugus asetil primer dan dua gugus asetil sekunder. Reaksi substitusi berlangsung secara bertahap, yaitu diawali dengan substitusi gugus asetil primer kemudian dilanjutkan dengan substitusi gugus asetil sekunder. Tahap substitusi dipengaruhi oleh suhu. Kondisi tanpa tekanan menggunakan suhu minimum 38°C, sedangkan kondisi tanpa tekanan menggunakan suhu hingga 229°C (Kirk dan Othmer, 1993).

Hidrolisis selulosa asetat umumnya dilakukan pada suhu sekitar 60-90°C. Penggunaan suhu di atas 175°C dapat menurunkan kelarutan selulosa diasetat terhadap kebanyakan pelarut organik, menurunkan viskositas intrinsik dan menyebabkan selulosa asetat berwarna coklat hingga kuning (Kuo dan Borgan, 1997). Material pulp membutuhkan waktu hingga beberapa hari untuk proses hidrolisis pada suhu ruang, sedangkan pada suhu 40-80°C hanya membutuhkan waktu beberapa jam (Bydson, 1995).

Hidrolisis juga dipengaruhi oleh waktu yang digunakan. Hidrolisis yang semakin lama dapat menurunkan kadar asetil dalam selulosa asetat. Hal ini dikarenakan semakin banyak gugus asetil yang tergantikan oleh gugus hidroksil. Penurunan kadar asetil juga dapat disebabkan oleh adanya penambahan air pada keadaan optimum. Hidrolisis selulosa triasetat menjadi selulosa diasetat membutuhkan rasio optimum air sebesar 1,066 (Desiyarni, 2006).

d. *Pemurnian (Purification)*

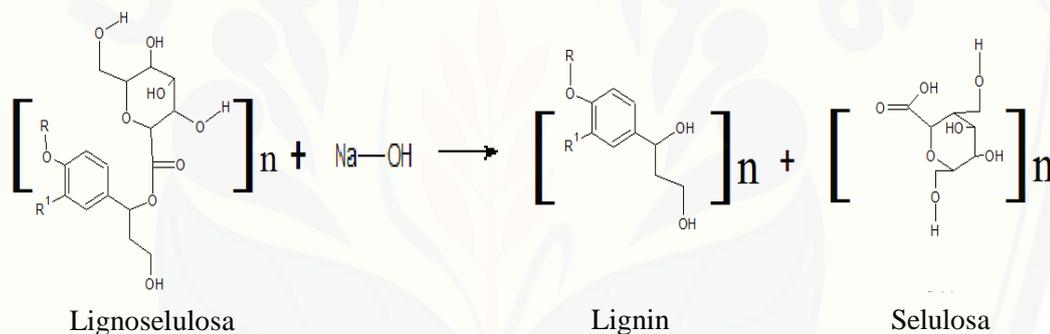
Pemurnian dilakukan untuk memperoleh selulosa asetat murni. Perlakuan ini dilakukan dengan pengendapan, pencucian dan pengeringan. Pencucian bertujuan untuk menghilangkan sisa asam asetat dari proses hidrolisis. Tahap pemurnian menghasilkan produk akhir berupa serpihan (*flakes*) atau bubuk (*powder*) (Ott et al., 1954).

2.4 Delignifikasi

Delignifikasi merupakan salah satu metode *pulping* yang bertujuan untuk menghilangkan kadar lignin dalam lignoselulosa. *Pulping* adalah metode yang digunakan untuk memisahkan selulosa dari senyawa-senyawa pengikatnya (Afifah, 2016). Struktur lignoselulosa akan terbuka ketika proses delignifikasi

sehingga selulosa yang ada dalam matriks gel mudah dipisahkan dari lignin, hemiselulosa dan polisakarida (Permatasari et al., 2014). Proses pemisahan pada delignifikasi biasanya menggunakan larutan alkali. Larutan alkali dapat melarutkan kompleks lignin dan hemiselulosa sehingga kedua senyawa tersebut dapat diekstrak (Liu, 2010).

Delignifikasi merupakan proses degradasi lignin tanpa merusak ikatan kimia selulosa seperti ikatan kovalen, hidrogen dan gaya Van Der Waals dari struktur suatu biomassa yang mengandung lignoselulosa (Agustini dan Efiyanti, 2015). Lignoselulosa terbentuk dari lignin dan selulosa yang terikat dalam bentuk ester. Ester dapat dihidrolisis dalam basa melalui reaksi saponifikasi atau penyabunan yang bersifat *irreversible*. Reaksi saponifikasi lignoselulosa menggunakan NaOH berair menghasilkan lignin dan natrium selulosa.



Gambar 2.3 Reaksi saponifikasi (Sumber: Permatasari et al., 2014)

Menurut Sumada et al. (2011), delignifikasi dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain konsentrasi pelarut, suhu dan tekanan proses ekstraksi, waktu ekstraksi dan ukuran sampel. Faktor-faktor tersebut dijelaskan seperti sebagai berikut:

a. Konsentrasi Pelarut

Konsentrasi pelarut yang semakin tinggi menyebabkan jumlah pelarut yang bereaksi dengan lignin juga semakin banyak. Penggunaan pelarut yang berlebih dapat menyebabkan selulosa terdegradasi.

b. Suhu dan Tekanan Ekstraksi

Peningkatan suhu dapat menurunkan kadar lignin. Suhu yang semakin tinggi dapat mempercepat pemutusan ikatan lignin yang terdapat pada makro molekul lignoselulosa sehingga kadar lignin akan semakin menurun. Suhu dan tekanan yang

semakin besar maka laju reaksi akan semakin cepat. Suhu yang digunakan sekitar 100°C-110°C untuk tekanan 1 atm.

c. Waktu Ekstraksi

Peningkatan waktu ekstraksi dapat meningkatkan derajat delignifikasi. Waktu pemasakan yang lebih lama dengan suhu dan konsentrasi katalitis yang tinggi dapat menurunkan derajat delignifikasi karena adanya reaksi polimerisasi lignin yang telah larut sehingga kadar lignin dalam pulp meningkat.

d. Ukuran Sampel

Ukuran sampel berpengaruh terhadap kontak sampel dengan delignifikator. Ukuran sampel yang semakin kecil dapat memperpendek rantai polimer sehingga pemisahan lignin dari ikatan selulosa akan semakin mudah (Heradewi, 2017).

Proses delignifikasi secara konvensional menghasilkan serat yang berwarna gelap sehingga dibutuhkan proses *bleaching* untuk memperoleh serat yang lebih putih. Warna gelap pada serat disebabkan adanya sisa lignin dalam bahan yang digunakan. Proses *bleaching* biasanya menggunakan larutan klor dan klorit sebagai zat pemutih. Konsentrasi larutan yang terlalu besar dapat menyebabkan kerapuhan pada serat hasil *pulping* (Bajpai, 1999). Zat pemutih dapat dibagi menjadi dua macam berdasarkan sifatnya, yaitu zat pemutih bersifat reduktor dan zat pemutih bersifat oksidator. Zat pemutih oksidator berperan untuk mendegradasi dan menghilangkan lignin yang dapat menyebabkan serat berwarna coklat, contohnya kaporit (CaOCl_2), *sodium chlorite* (NaClO_2), hidrogen peroksida (H_2O_2), natrium peroksida (Na_2O_2) dan lain-lain. Zat pemutih reduktor berperan untuk mendegradasi lignin secara hidrolisa dan membantu pelarutan lignin yang telah terdegradasi, contohnya sulfur peroksida (SO_2), natrium bisulfit (NaHSO_3) dan natrium hidrosulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$) (Bajpai, 1999).

2.5 Derajat Substitusi dan Kadar Asetil

Kadar asetil menyatakan jumlah asam asetat yang teresterifikasi dalam rantai selulosa. Jenis selulosa asetat hasil sintesis dapat ditentukan melalui kadar asetil yang dihasilkan. Penentuan kadar asetil didasarkan pada prinsip reaksi saponifikasi, yaitu reaksi ester asetat dengan basa yang menghasilkan garam asetat dan sabun

(Fessenden dan Fessenden, 1978). Kadar asetil dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan 2.1. Sampel adalah zat yang akan dianalisis atau dihitung kadarnya. Blanko merupakan larutan yang tidak mengandung analit, biasanya digunakan untuk kalibrasi.

$$X = [(D-C)N_a + (A-B)N_b] \times \left(\frac{F}{W}\right) \times 100\% \quad (2.1)$$

dimana :

- X = kadar asetil (%)
 - A = volume NaOH yang terpakai untuk titrasi sampel (mL)
 - B = volume NaOH yang terpakai untuk titrasi blanko (mL)
 - C = volume HCl yang terpakai untuk titrasi sampel (mL)
 - D = volume HCl yang terpakai untuk titrasi blanko (mL)
 - N_a = normalitas HCl
 - N_b = normalitas NaOH
 - F = 0,04305 konstanta untuk kadar asetil
 - W = berat sampel selulosa asetat (g)
- (ASTM, 1991).

Kadar asetil digunakan untuk menentukan Derajat Substitusi (DS) yang dimiliki oleh selulosa asetat (Kirk dan Othmer, 1993). Penentuan derajat substitusi berfungsi untuk mengetahui jenis pelarut dan produk yang dihasilkan dari proses sintesis selulosa asetat (Fengel dan Wegener, 1984). Berdasarkan derajat substitusi, selulosa asetat terbagi menjadi tiga macam, yaitu selulosa monoasetat, selulosa diasetat dan selulosa triasetat. Menurut Souhoka dan Latupeirissa (2018), selulosa monoasetat memiliki kadar asetil 13-18,6% dan derajat substitusi 0-2,0. Selulosa diasetat memiliki kadar asetil 35-43,5% dan derajat substitusi 2,0-2,8. Selulosa triasetat memiliki kadar asetil 43,5-44,8% dengan derajat substitusi 2,8-3,5. Nilai derajat substitusi dapat ditentukan menggunakan persamaan 2.2.

$$DS = 162 \times \frac{(162 \times \%Asetil)}{43 \times 100 - ((43-1) \times \%Asetil)} \quad (2.2)$$

dimana:

- DS = derajat substitusi
 - % asetil = kadar asetil yang diperoleh pada rumus penentuan kadar asetil
 - 162 = berat molekul dari unit anhidroglukosa
 - 43 = massa molar dari gugus asetil
 - 1 = massa hidrogen
- (Schmidt et al., 2019).

2.6 *Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Fourier Transform Infrared (FTIR) atau spektroskopi infra merah adalah salah satu metode yang digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa secara kuantitatif dan kualitatif. Analisis FTIR kuantitatif didasarkan pada hukum Lambert Beer, sedangkan kualitatif digunakan untuk menentukan struktur polimer dan kopolimer (Skoog et al., 1998). Hukum Lambert Beer menyatakan bahwa konsentrasi suatu senyawa sebanding dengan absorbansi cahaya dan ketebalan kuvet (Junaidi, 2017).

Prinsip kerja FTIR adalah penyerapan radiasi infra merah oleh senyawa sehingga terjadi perpindahan tingkat vibrasi tereksitasi pertama. Penyerapan energi pada frekuensi tertentu diplotkan sebagai informasi gugus fungsi yang dimiliki oleh suatu molekul oleh spektrofotomer (Hendayana et al., 1994). Penyerapan energi dapat terjadi apabila frekuensi radiasi infra merah sesuai dengan frekuensi vibrasi dari molekul sampel dan momen dipol berubah selama vibrasi (Putera, 2012).

FTIR merupakan teknik yang digunakan untuk mengetahui struktur molekul senyawa. Kendala analisis FTIR yaitu objek tidak dapat terdeteksi secara detail karena membutuhkan pengenalan bentuk khas spektra pada daerah sidik jari (Kusumastuti, 2011). Kendala tersebut dapat diatasi dengan menggunakan spektrofotometri UV dan spektrofotometri *visible*.

Infra Red (IR) memiliki daerah spektra yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi suatu gugus pada senyawa secara spesifik. Spektra IR berada pada daerah bilangan gelombang 1400-4000 cm^{-1} . Daerah tersebut mampu menghasilkan serapan yang unik dari setiap senyawa yang disebut dengan daerah sidik jari (*fingerprint*) (Fessenden dan Fessenden, 1978).

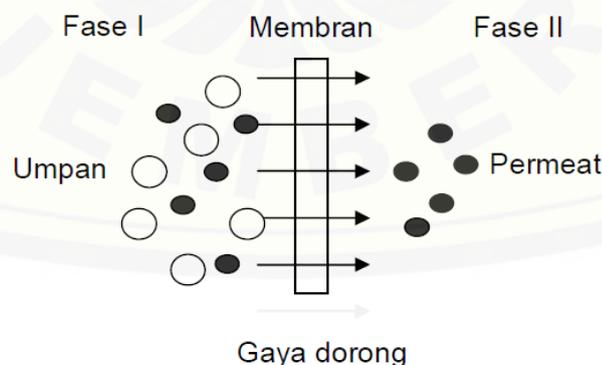
Analisis selulosa menghasilkan spektra serapan dengan puncak intensitas kuat pada bilangan gelombang sekitar 3200-3500 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus -OH. Puncak pada daerah sekitar 3000-3100 cm^{-1} dan 1465 cm^{-1} berturut-turut menunjukkan gugus -CH ulur dan -CH tekuk. Puncak pada daerah 1000-1300 cm^{-1} merupakan =C-O eter dan 896,90 cm^{-1} merupakan ikatan 1,4- β dari selulosa (Pavia, 2001).

Analisis selulosa asetat komersil menghasilkan puncak pada $3474,91 \text{ nm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya serapan gugus fungsi $-\text{OH}$. Puncak pada $1636,67 \text{ nm}^{-1}$ dan $1751,44 \text{ nm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan gugus $\text{C}=\text{O}$. Puncak pada $1371,45$ dan $1432,21 \text{ nm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan gugus CH_3 serta $-\text{COOH}$ pada daerah $123,42 \text{ nm}^{-1}$ (Rachmawaty et al., 2013).

2.7 Membran Selulosa Asetat

Membran adalah suatu lapisan tipis bersifat semipermeabel. Pemisahan suatu zat dengan menggunakan membran didasarkan pada perbedaan ukuran partikel. Partikel dengan ukuran yang lebih besar akan tertahan oleh membran, sedangkan partikel dengan ukuran yang lebih kecil akan melewati membran. Proses pemisahan yang terjadi pada membran dapat dilihat pada Gambar 2.4. Fase 1 pada gambar 2.4 adalah rententat atau umpan, yaitu partikel yang tertahan oleh membran, sedangkan fase 2 adalah permeat, yaitu partikel yang dapat melewati membran (Baker, 2012).

Membran memiliki fungsi yang berbeda-beda sesuai dengan kemampuan selektifitas membran. Kemampuan selektifitas membran dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain ukuran pori, struktur dan ketebalan membran. Kinerja membran pada proses pemisahan dapat diketahui melalui pengukuran uji fluks dan rejeksi yang melalui membran (Mulder, 1996). Membran dengan ukuran pori yang besar akan menghasilkan laju alir yang besar pula (Wenten, 2000).



Gambar 2.4 Proses pemisahan pada membran (Sumber: Mulder, 1996)

Membran dapat diklasifikasikan berdasarkan ukuran pori, struktur, sifat fisik, mekanik dan kimia membran. Klasifikasi ini berpengaruh terhadap penentuan

kinerja membran, yaitu nilai fluks dan rejeksi (Osada dan Nakagawa, 1992). Kisaran nilai fluks dan tekanan berdasarkan jenis membran dapat dilihat pada Tabel 2.3.

Tabel 2.3 Kisaran nilai fluks dan tekanan berbagai jenis membran

| JenisMembran | KisaranTekanan (bar) | KisaranFluks (L/m ² .jam) |
|---------------|-------------------------|---|
| Mikrofiltrasi | 0,1-2,0 | >50 |
| Ultrafiltrasi | 1,0-5,0 | 10-50 |
| Nanofiltrasi | 5,0-20 | 1,4-12 |
| Osmosis Balik | 10-100 | 0,005-1,4 |

(Sumber : Mulder, 1996)

Membran selulosa asetat merupakan membran organik dengan sumber daya yang dapat diperbaharui (renewable) seperti selulosa yang diperoleh dari tumbuhan baik *hardwood* maupun *softwood* (tongkol jagung, ampas tebu, tandan kosong sawit, jerami) sehingga membran ramah lingkungan. Membran selulosa asetat bersifat semikristalin, sintesis yang relatif mudah, termoplastik dan kekuatan mekanik yang baik. Membran selulosa asetat rentan terhadap beberapa kondisi biologis, termal dan kimia (Rosnelly, 2010).

2.8 Pembuatan Membran

Pembuatan membran pada umumnya dilakukan dengan menggunakan polimer. Penggunaan polimer sebagai material membran didukung oleh adanya proses pembuatan membran yang mudah dan dapat divariasikan untuk menghasilkan membran dengan karakteristik yang sesuai dengan kebutuhan (Wenten, 2000). Polimer yang biasanya digunakan dalam pembuatan membran adalah selulosa asetat dengan tambahan pelarut dan zat aditif.

Pembuatan membran dalam penelitian ini menggunakan material selulosa asetat berbahan dasar tongkol jagung. Selulosa asetat dilarutkan dalam aseton dan DMSO serta ditambah dengan DMP dan SDS. Membran dibuat dengan metode inversi fasa melalui presipitasi immersi.

2.8.1 Inversi Fasa

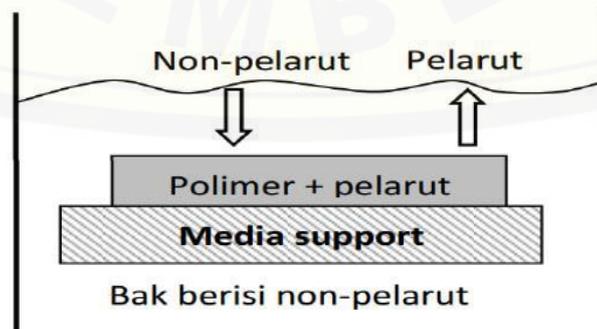
Inversi fasa adalah suatu metode pembuatan membran yang didasarkan pada perubahan polimer dari keadaan cair ke keadaan padat. Satu fase cair akan menjadi

dua fase cair-cair (*liquid – liquid demixing*) pada awal proses pemadatan atau solidifikasi. Fase cair dengan kadar polimer rendah akan membentuk pori. Fase cair dengan kadar polimer tinggi akan membentuk suatu matriks padatan selama proses *demixing*. Keadaan tersebut dapat dikontrol sehingga dapat dihasilkan membran yang sesuai dengan kebutuhan (Mulder, 1996).

Metode inversi fasa melibatkan adanya proses presipitasi. Proses presipitasi ini terbagi menjadi beberapa macam antara lain presipitasi termal, fase uap, penguapan pelarut, presipitasi dengan penguapan terkendali dan presipitasi immersi. Jenis presipitasi yang biasanya digunakan dalam inversi fasa adalah presipitasi immersi (Mulder, 1996).

2.8.2 Presipitasi Immersi

Presipitasi immersi merupakan suatu proses presipitasi yang banyak digunakan pada pembentukan membran secara inversi fasa. Presipitasi ini bertujuan untuk mendukung terjadinya proses *liquid-liquid demixing*. Proses *demixing* akan menghasilkan suatu matriks padatan yang akan menjadi membran. Pembentukan matriks tersebut disebabkan adanya pertukaran non pelarut dengan pelarut yang ada pada membran. Proses *demixing* terbagi menjadi dua mekanisme, yaitu *delayed demixing* dan *instantaneous demixing*. *Delayed demixing* adalah suatu mekanisme dimana *demixing* akan terjadi beberapa saat setelah larutan polimer dalam cetakan dimasukkan ke dalam bak koagulasi. Mekanisme ini menghasilkan membran tidak berpori. *Instantaneous demixing* adalah suatu mekanisme dimana *demixing* terjadi secara cepat ketika larutan polimer dalam cetakan dimasukkan ke dalam bak koagulasi. Mekanisme ini menghasilkan membran berpori .



Gambar 2.5 Proses presipitasi immersi (Sumber: Arahman, 2012)

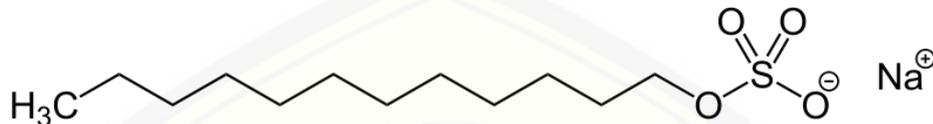
2.8.3 Surfaktan

Surfaktan atau *surface active agent* adalah suatu produk industri kimia yang sering digunakan dalam penelitian, khususnya bidang kinetika kimia dan biokimia. Penggunaan surfaktan dalam penelitian dikarenakan bentuk polimer surfaktan yang menarik. Surfaktan juga digunakan untuk detergen, obat-obatan, minyak dan lain-lain (Porter, 1994). Surfaktan dapat diklasifikasi berdasarkan muatannya, yaitu surfaktan nonionik, surfaktan anionik, surfaktan kationik dan surfaktan amfoterik (Salager, 2002).

Surfaktan memiliki struktur molekul yang menarik karena memiliki gugus liofobik (hidrofobik) dan gugus liofilik (hidrofilik). Gugus liofilik adalah gugus yang memiliki tarikan yang sangat kuat terhadap pelarut. Gugus liofobik adalah gugus yang memiliki tarikan yang sangat kecil terhadap pelarut. Gugus liofobik dapat meningkatkan energi bebas dari sistem ketika surfaktan larut dalam suatu pelarut. Peningkatan energi bebas disebabkan adanya distorsi air dalam larutan surfaktan. Molekul surfaktan membutuhkan energi yang lebih kecil daripada molekul air untuk bergerak ke permukaan. Hal ini menyebabkan permukaan pada sistem cairan banyak mengandung senyawa surfaktan (Salager, 2002).

Larutan surfaktan dapat mengalami perubahan sifat fisik pada daerah konsentrasi tertentu atau disebut sebagai daerah Konsentrasi Kritis Misel (KKM). KKM adalah konsentrasi dimana mulai terbentuk misel. Perubahan fisik yang terjadi disebabkan adanya penggumpalan dari beberapa molekul surfaktan atau pembentukan agregat (Porter, 1994). Nilai KKM dari SDS dalam air murni pada suhu 25°C adalah 0,0082 M dengan derajat ionisasi (α) misel sekitar 30% dan menghasilkan sekitar 50 agregat. Nilai KKM dipengaruhi oleh beberapa faktor, salah satunya adalah jumlah atom C. Pengurangan satu atom C pada deret homolog rantai hidrokarbon surfaktan dapat meningkatkan nilai KKM dua kali dari sebelumnya. Nilai KKM juga dapat meningkat dengan adanya gugus aromatik pada rantai hidrokarbon. Nilai KKM akan menurun apabila terdapat adanya garam. Penurunan nilai KKM sangat dipengaruhi oleh konsentrasi ion lawan, semakin besar konsentrasi maka nilai KKM akan semakin menurun (Rosen, 1978).

Sodium lauryl sulphate ($C_{12}H_{25}SO_4Na$) atau *Sodium Dodecyl Sulphate* (SDS atau NaDS) merupakan surfaktan anionik. SDS memiliki 12 atom karbon pada bagian hidrofobik dan gugus sulfat sehingga membuatnya bersifat ampifilik. Struktur SDS dapat dilihat pada Gambar 2.6. Sifat fisik dan kimia SDS dapat dilihat pada Tabel 2.4.



Gambar 2.6 Struktur SDS (Sumber: Niraula et al., 2014)

Tabel 2.4 Sifat fisik dan kimia SDS

| | |
|---------------------|-------------------------|
| Rumus molekul | $C_{12}H_{25}SO_4Na$ |
| Sifat fisik | Serbuk putih |
| Bau | Tidak berbau |
| Berat molekul | 288,38 g/mol |
| Massa Jenis | 0,370 g/cm ³ |
| Titik leleh | 204-207 oC |
| Kelarutan dalam air | 150 (g/l) |
| pH | 9-10 (1% Aq. Sol) |

Sumber: Sigma-Aldrich, 2016

Sodium Dodecyl Sulphate (SDS) yang dihasilkan dari proses sulfasi lauryl alkohol dan reaksi netralisasi dengan natrium karbonat bersifat ampifilik karena memiliki gugus sulfat (hidrofilik) dan rantai C12 (lipofilik). Hal ini menyebabkan SDS banyak digunakan sebagai deterjen dan deterjen serta agen pembasah dalam produk tekstil, pasta gigi dan pengemulsi kosmetik.

2.9 Faktor Pembentukan Struktur Membran

Proses pembentukan membran dipengaruhi oleh beberapa faktor (Mulder, 1996) antara lain:

a. Pemilihan polimer

Pemilihan polimer merupakan salah satu faktor penting dalam proses pembuatan membran. Polimer yang akan digunakan berpengaruh terhadap jenis pelarut dan non-pelarut yang digunakan. Pemilihan polimer berkaitan kestabilan

termal dan kimia, kekuatan mekanik dan faktor fouling seperti hidrofilitas membran dan efek adsorpsi.

b. Komposisi larutan polimer

Larutan polimer dalam pembentukan membran biasanya terdiri dari polimer, pelarut dan zat aditif yang ditambahkan. Komposisi larutan berpengaruh terhadap kinerja dan porositas membran. Penambahan bahan lain ke dalam larutan polimer tidak menyebabkan demixing selama komposisi larutan polimer berada dalam satu fase.

c. Komposisi pelarut

Komposisi pelarut merupakan faktor yang berpengaruh terhadap pembentukan struktur membran. Proses pembuatan membran dengan material selulosa asetat dapat dilakukan dengan menggunakan dua macam pelarut. Pelarut yang biasanya digunakan dalam pembuatan membran selulosa asetat yaitu aseton, asam asetat, asam format, dimetil formamida (DMF), dimetil sulfoksida (DMSO), dimetil asetamida (DMAc), dioksan dan tetrahidrofuran (THF). Pelarut yang digunakan harus dapat melarutkan polimer secara sempurna. Penggunaan aseton dan air pada pembuatan membran selulosa asetat menghasilkan membran yang rapat (Wenten, 2000). Tabel 2.5 dapat digunakan untuk mengetahui parameter kelarutan selulosa asetat dalam berbagai pelarut.

Tabel 2.5 Parameter kelarutan

| Pelarut | Parameter Kelarutan (δ) (MPa ^{1/2}) | Parameter Kelarutan Selulosa Diasetat ($\Delta\delta$) |
|--------------|---|---|
| Kloroform | 19,0 | 4,22 |
| Diklorometan | 19,8 | 3,42 |
| Aseton | 20,3 | 2,92 |
| DMAc | 22,1 | 1,12 |
| Propanol | 24,3 | 1,08 |
| Asam format | 24,8 | 1,58 |
| DMF | 24,8 | 1,58 |
| DMSO | 29,7 | 6,48 |
| Air | 80,1 | 56,88 |

(Sumber: Brandrup, 1975)

Parameter kelarutan menyatakan kelarutan suatu polimer dalam suatu pelarut. Selulosa diasetat memiliki nilai parameter kelarutan sebesar 23,22 Mpa^{1/2}. Polimer

akan lebih cepat larut dalam suatu pelarut apabila nilai parameter kelarutan antara polimer dan pelarut semakin kecil.

d. Pemilihan sistem pelarut dan non-pelarut

Pelarut yang digunakan dalam proses pembuatan membran secara inversi fasa harus dapat melarutkan polimer secara sempurna. Kelarutan polimer dipengaruhi oleh massa molekul. Massa molekul yang semakin besar menyebabkan kelarutan suatu polimer semakin berkurang sehingga pelarut yang digunakan bisa lebih dari satu pelarut. Non pelarut yang biasanya digunakan dalam metode inversi fasa adalah air. Syarat dari non pelarut adalah dapat larut dalam pelarut dan berfungsi sebagai koagulan.

e. Penambahan zat aditif

Zat aditif merupakan senyawa yang memiliki fungsi yang spesifik. Fungsi zat aditif antara lain untuk mempermudah pemrosesan, sebagai penolak nyala, antioksidan, antiozon, memperbaiki kekuatan mekanik, jumlah dan interkoneksi antar pori dalam membran (Kesting, 1971). Zat aditif yang dapat digunakan dalam proses pembuatan membran yaitu polivinil klorida yang berfungsi untuk meningkatkan fluks air, DMF yang berfungsi untuk *plasticizer*, *Monosodium Glutamat* (MSG) dan *Polyetilen Glycol* (PEG) yang berfungsi untuk meningkatkan porositas membran (Idris et al., 2008).

Penambahan zat aditif dalam pembuatan membran dilakukan dengan menggunakan surfaktan. Surfaktan atau *surface active agent* adalah molekul yang memiliki dua gugus yang berbeda dalam satu molekul. Gugus Surfaktan dapat ditambahkan ke dalam larutan *dope* dan atau bak koagulasi. Penambahan surfaktan ke dalam *dope* dapat menyebabkan penurunan sudut kontak air dan peningkatan hidrofilitas membran (Mulijani et al., 2010). Rahimpour et al. (2007) melakukan penelitian dengan variasi jenis surfaktan yaitu SDS sebagai surfaktan ionik, CTAB sebagai surfaktan kationik dan Triton X-100 sebagai surfaktan non-ionik. Penambahan surfaktan tersebut dilakukan pada larutan polimer PES/PVP/DMAc. Penambahan surfaktan pada larutan polimer juga dilakukan oleh Ghaemi et al. (2012) dengan menggunakan surfaktan SDS dan CTAB.

2.10 Karakterisasi Membran

Membran dapat dikarakterisasi melalui beberapa metode antara lain uji kerapatan/densitas dan uji derajat *swelling*. Metode-metode tersebut dijelaskan sebagai berikut:

a. Uji Densitas

Densitas suatu membran polimer dapat ditentukan dengan cara mengukur berat polimer dibagi dengan volume kering membran polimer. Perhitungan densitas membran polimer dapat dinyatakan dalam persamaan 2.3.

$$\text{Densitas } (\rho) = \frac{\text{Massa kering membran selulosa asetat (g)}}{\text{Volume kering membran selulosa asetat (cm}^3\text{)}} \quad (2.3)$$

(Windayanti, 2013).

b. Uji Derajat *Swelling*

Derajat *swelling* atau pengembangan merupakan salah satu parameter sifat fisik membran. Uji derajat *swelling* dilakukan dengan merendam membran hingga mencapai kesetimbangan penyerapan air. Uji derajat *swelling* dapat dihitung menggunakan persamaan 2.4

$$\% \text{ swelling} = \frac{\text{Berat kesetimbangan} - \text{Berat awal}}{\text{Berat awal}} \times 100\% \quad (2.4)$$

(Buana, 2014).

BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2019 – November 2020 di Laboratorium Kimia Organik, Kimia Fisik dan Instrumen, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Jember.

3.2 Alat dan Bahan Penelitian

3.2.1 Alat

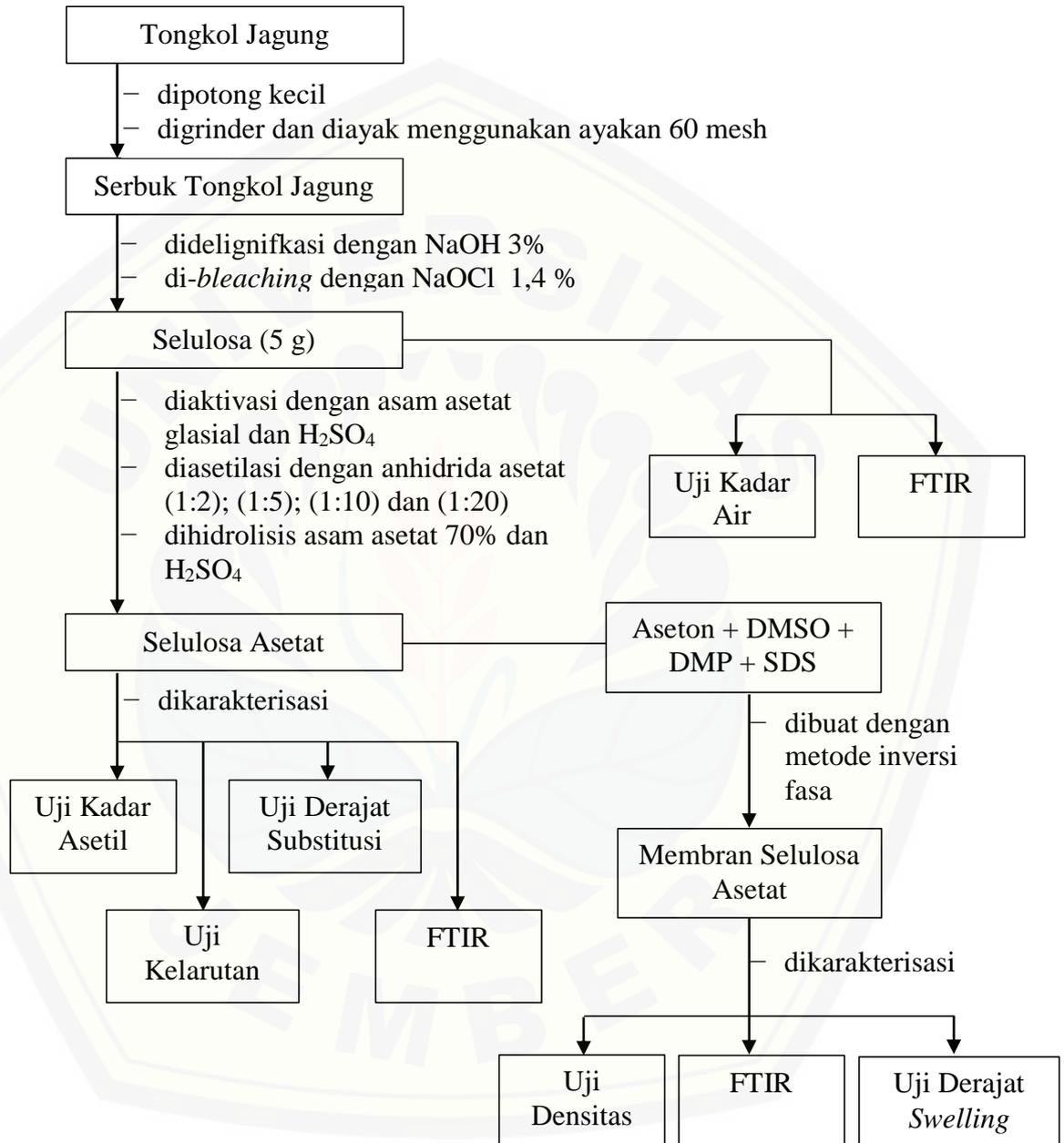
Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas beaker 100, 400 dan 500 mL, pipet mohr 1 dan 10 mL, pipet tetes, labu ukur 25, 50, 100, 250 dan 500 mL, erlenmeyer 125 mL, buret 50 mL, labu leher tiga 500 mL, gelas ukur 25 dan 100 mL, neraca analitik OHAUS, spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* JASCO FT/IR-5300TM, *hot plate stirrer*, anak *stirrer*, kondensor berpendingin balik, statif dan klem, corong buchner, *waterbath*, oven, plat kaca, selotip, nampan plastik, kaca arloji, batang pengaduk, spatula, termometer, mikrometer, ayakan 60 mesh dan botol semprot.

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain tongkol jagung kering, akuades, NaOH pellet (*Merck*), NaOCl (teknis), asam asetat glasial (*Aldrich*), anhidrida asetat p.a (*Merck*), H₂SO₄ 97% p.a (*Merck*), HCl 37% p.a (*Merck*), selulosa asetat komersil (*Aldrich*), DMP (*Merck*), DMSO (*Merck*), aseton (*Merck*), propanol (*Merck*), diklorometan (*Merck*), kloroform (*Merck*), SDS (*Aldrich*), indikator fenolftalein (*Merck*), kertas indikator pH universal (*Macherey Nagel*), kertas saring dan aluminium foil.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahapan utama, yaitu sintesis selulosa asetat dan pembuatan membran. Tahapan tersebut dapat dilihat pada Gambar 3.1.



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Isolasi Selulosa

Tongkol jagung dikeringkan di bawah sinar matahari selama 3 hari. Tongkol jagung kering digrinder dan diayak menggunakan ayakan berukuran 60 mesh. Serbuk tongkol jagung berukuran ≥ 60 mesh direfluks menggunakan larutan NaOH 3% dengan perbandingan 1:25 b/v (serbuk:NaOH). Proses refluks dilakukan pada suhu $\pm 100^\circ\text{C}$ selama 3 jam. Hasil refluks disaring dan dicuci beberapa kali dengan akuades, kemudian didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam. Residu dicuci kembali hingga bersifat netral yang dapat diketahui dengan menggunakan indikator pH *Universal*. Padatan melalui proses *bleaching* menggunakan larutan NaOCl 1,4% dengan perbandingan 1:25 b/v (serbuk:NaOCl) pada suhu $\pm 80^\circ\text{C}$ selama 2 jam (Liu et al., 2016). Campuran disaring dan residu yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga netral. Residu selanjutnya diletakkan di cawan petri dan dikeringkan menggunakan oven selama 24 jam pada suhu 40°C (Silverio et al., 2013).

Selulosa hasil isolasi diuji kadar airnya. Uji kadar air diawali dengan mengeringkan cawan porselen menggunakan oven selama 2 jam pada suhu 105°C . Cawan porselen didiamkan di dalam desikator dan ditimbang beratnya. Selulosa ditimbang sebanyak 1 gram dan diletakkan ke dalam cawan porselen yang sudah ditimbang. Selulosa yang berada dalam cawan porselen dikeringkan selama 2 jam pada suhu 105°C , kemudian didiamkan dalam desikator dan ditimbang beratnya. Selulosa hasil isolasi dikeringkan kembali selama 1 jam, didiamkan dalam desikator dan ditimbang, kemudian diulangi hingga diperoleh berat konstan. Kadar air selulosa hasil isolasi dapat dihitung menggunakan persamaan 3.1.

$$\text{Kadar air} = \frac{\text{berat sampel dan cawan} - \text{berat cawan kosong}}{\text{berat sampel}} \times 100\% \quad (3.1)$$

(Souhoka dan Latupeirissa, 2018).

3.4.2 Sintesis Selulosa Asetat

Selulosa hasil isolasi sebanyak 5 gram ditempatkan ke dalam erlenmeyer dan diaktivasi dengan larutan yang mengandung 0,27 mL asam sulfat pekat dan 25 mL asam asetat glasial. Selulosa dipastikan terendam oleh larutan, kemudian

erlenmeyer ditutup dan selulosa didiamkan pada suhu ruang selama 1 jam. Selulosa yang telah teraktivasi selanjutnya melalui proses asetilasi. Asetilasi dilakukan dengan menambahkan campuran dari 10 mL asam asetat glasial dan anhidrida asetat dengan variasi 10, 25, 50 dan 100 mL. Erlenmeyer kemudian ditutup kembali dan ditempatkan ke dalam *water bath* pada suhu 50°C selama 1 jam. Selulosa dalam erlenmeyer akan larut dalam waktu 1 jam. Larutan tersebut dihidrolisis dengan menambahkan 50 mL asam asetat 70% dan 0,14 mL asam sulfat sedikit demi sedikit sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu $\pm 60^\circ\text{C}$ selama 3 jam. Larutan dipindahkan ke dalam gelas *beaker*, kemudian ditambahkan akuades sambil diaduk perlahan menggunakan batang pengaduk hingga terbentuk endapan berwarna putih. Produk hidrolisis disaring dan padatan yang diperoleh dicuci dengan akuades hingga netral. Padatan kemudian dioven pada suhu $\pm 105^\circ\text{C}$ selama 2 jam (Braun et al., 2004).

3.4.3 Karakterisasi Selulosa Asetat

a. Standarisasi Larutan NaOH dan HCl

Larutan asam oksalat 0,5 N dimasukkan ke dalam buret untuk proses titrasi. Larutan NaOH 0,5 N sebanyak 5 mL dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan ditambahkan 2 tetes indikator fenolftalein. Larutan NaOH kemudian dititrasi hingga terjadi perubahan warna menjadi merah muda dan ditentukan normalitas NaOH yang diperoleh. Larutan NaOH yang telah diketahui normalitasnya digunakan untuk menentukan normalitas HCl.

b. Uji Kadar Asetil dan Derajat Substitusi

Selulosa asetat hasil sintesis sebanyak 0,5 gram ditempatkan pada cawan petri dan dioven pada suhu 100°C selama 7 jam, kemudian disimpan dalam desikator selama 15 menit. Selulosa asetat dimasukkan ke dalam erlenmeyer, ditambah 5 mL etanol dan dipanaskan dalam *waterbath* pada suhu 55°C selama 30 menit. Sampel diangkat dan ditambah 25 mL NaOH 0,5 N. Sampel kembali dipanaskan selama 15 menit pada suhu 55°C. Sampel didiamkan pada suhu ruang selama 72 jam. Sampel yang telah didiamkan ditambah 2 tetes indikator fenolftalein dan dititrasi dengan HCl 0,5 N hingga warna merah muda hilang. Titran dilebihkan 1 mL dari titik akhir,

selanjutnya ditutup kembali dan didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam. Campuran dititrasi kembali dengan NaOH 0,5 N hingga pertama kali muncul warna merah muda. Kadar asetil dapat ditentukan dengan persamaan 2.1.

Hasil dari perhitungan kadar asetil kemudian digunakan untuk menentukan derajat substitusi. Derajat Substitusi (DS) menunjukkan seberapa banyak gugus asetil yang dapat menggantikan gugus hidroksil dari selulosa. Derajat substitusi juga digunakan untuk menentukan jenis selulosa asetat yang diperoleh. Derajat substitusi dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.2

c. Uji FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Uji FTIR dilakukan untuk mengetahui struktur selulosa hasil isolasi dan struktur selulosa asetat yang disintesis dari selulosa dengan kemurnian yang tinggi. Sampel masing-masing disiapkan sebanyak 0,01 gram, kemudian diuji FTIR dengan bilangan gelombang $500-4000\text{ cm}^{-1}$ (Husin et al., 2017).

d. Uji Kelarutan

Uji kelarutan pada penelitian ini menggunakan beberapa pelarut antara lain air, DMSO, aseton, propanol, diklorometan dan kloroform. Uji ini dilakukan dengan menempatkan 0,1 g selulosa asetat hasil sintesis ke dalam tabung reaksi. Penambahan pelarut dilakukan secara terus-menerus pada suhu ruang hingga terbentuk larutan polimer homogen. Polimer dikatakan tidak larut apabila telah ditambahkan pelarut sebanyak 15 mL dan masih dalam bentuk padatan. Persen kelarutan selulosa asetat dalam pelarut dapat dihitung menggunakan persamaan 3.4.

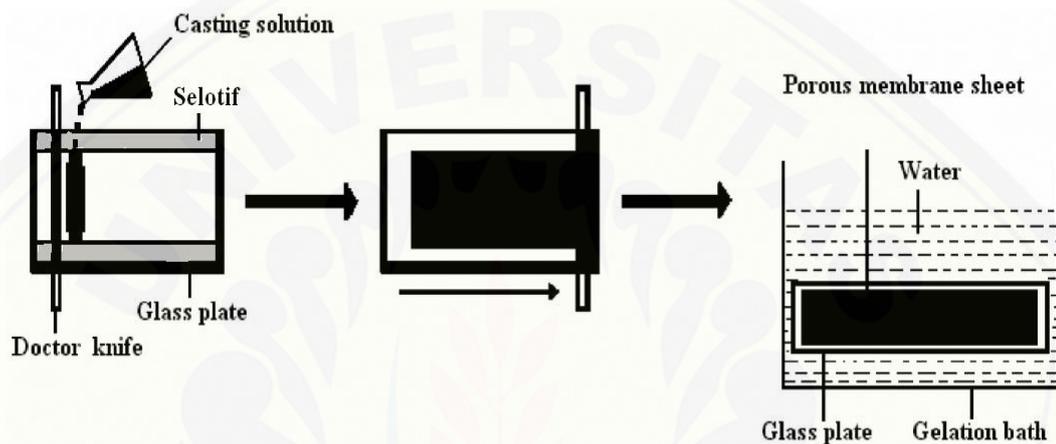
$$\% \text{ Kelarutan} = \frac{\text{Berat SA (gram)}}{\text{Jumlah pelarut (gram)}} \times 100\% \quad (3.4)$$

(Hanifa, 2007).

3.4.4 Pembuatan Membran Selulosa Asetat

Pembuatan membran selulosa asetat pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan metode inversi fasa melalui teknik presipitasi imersi. Selulosa asetat sebanyak 2,0 g dilarutkan dalam 1,9 mL aseton dan 5,6 mL DMSO, kemudian ditambah 0,3 mL DMP (Apriliasari, 2013). Campuran diaduk dengan pengaduk magnetik hingga homogen, selanjutnya ditambah SDS sebanyak 0,2 g (2%) (Buana,

2014). Campuran diaduk kembali hingga homogen. Larutan polimer yang telah homogen didiamkan hingga gelembung udara menghilang. Larutan polimer kemudian dituang pada plat kaca pencetak membran. Plat kaca dilengkapi dengan selotip untuk mengatur ketebalan membran. Larutan polimer pada plat kaca kemudian direndam dalam bak koagulasi berisi akuades hingga terjadi pematangan. Ketebalan membran kemudian diukur menggunakan mikrometer dan dipilih membran dengan ketebalan yang seragam.



Gambar 3.2 Pembuatan membran dengan teknik inversi fasa

3.4.5 Karakterisasi Membran Selulosa Asetat

a. Uji Densitas

Membran selulosa asetat dipotong dengan ukuran $2 \times 2 \text{ cm}^2$ dan ditimbang dalam keadaan kering, kemudian hasilnya dibagi dengan volume kering. Volume kering diperoleh dari perkalian luas alas dan ketebalan film (Windayanti, 2013). Kerapatan (ρ) membran dapat dihitung dengan menggunakan persamaan 2.3

b. Uji Derajat *Swelling*

Uji derajat *swelling* dilakukan dengan menimbang membran selulosa asetat dalam keadaan kering, kemudian direndam dalam air pada suhu kamar hingga mencapai kesetimbangan. Membran dalam keadaan setimbang ditimbang kembali sebagai berat basah (Buana, 2014). Derajat *swelling* membran selulosa asetat dapat dihitung dengan persamaa 2.4

c. Uji FTIR (*Fourier Transform Infrared*)

Uji FTIR dilakukan untuk mengetahui struktur membran selulosa asetat sintesis dan membran selulosa asetat komersil. Membran masing-masing disiapkan, kemudian diuji FTIR dengan bilangan gelombang 500-4000 cm^{-1} .

3.4.6 Preparasi Larutan

a. Larutan NaOH 3%

Padatan NaOH sebanyak 15 gram dimasukkan ke dalam gelas beaker 500 mL dan ditambahkan akuades 200 mL. Larutan diaduk hingga homogen. Larutan NaOH kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, selanjutnya dikocok hingga larutan homogen.

b. Larutan NaOCl 1,4%

NaOCl 12% sebanyak 60 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL, kemudian ditambahkan akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok hingga larutan homogen.

c. Larutan Asam Asetat 70%

Asam asetat glasial 98% sebanyak 35,71 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ditambah akuades hingga tanda batas. Labu ukur dikocok hingga larutan homogen.

d. Larutan HCl 0,5 N

Akuades sebanyak 50 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, kemudian ditambahkan 4 mL HCL 37% secara perlahan melalui dinding labu ukur. Labu ukur dikocok sebentar, lalu ditambahkan akuades hingga tanda batas dan ditunggu hingga larutan dingin.

e. Larutan NaOH 0,5 N

Kristal NaOH sebanyak 2 gram dimasukkan ke dalam gelas *beaker* 50 mL, kemudian ditambah akuades hingga larut. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL, lalu ditambah akuades hingga tanda batas dan digojog hingga homogen.

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan yang dapat diperoleh dari penelitian yang telah dilakukan adalah:

1. Pengaruh variasi rasio selulosa : anhidrida asetat terhadap kadar asetil dan derajat substitusi, yaitu semakin besar jumlah penambahan anhidrida asetat maka semakin tinggi kadar asetil dan derajat substitusinya. Kelarutan selulosa asetat dalam pelarut sesuai dengan jenis selulosa asetatnya, yaitu selulosa diasetat mudah larut dalam pelarut aseton dan selulosa triasetat mudah larut dalam pelarut diklorometan dan kloroform.
2. Identifikasi struktur selulosa asetat hasil sintesis pada setiap variasi rasio selulosa : anhidrida asetat menghasilkan spektra dengan pola dan puncak-puncak serapan yang sama dengan selulosa asetat komersil, tetapi yang paling mendekati bilangan gelombang dan intensitas puncak serapan dari selulosa asetat komersil adalah selulosa asetat sintesis rasio (1:5).
3. Membran selulosa asetat sintesis memiliki densitas sebesar $0,671 \text{ g/cm}^3$ dan derajat *swelling* sebesar 316%, sedangkan membran selulosa asetat komersil memiliki densitas sebesar $0,763 \text{ g/cm}^3$ dan derajat *swelling* 219%. Identifikasi struktur membran selulosa asetat sintesis menghasilkan spektra dengan puncak-puncak serapan yang sama dengan membran selulosa asetat komersil. Puncak-puncak serapan yang dihasilkan, yaitu gugus O-H ulur, C-H ulur, C=O ester, C-H tekuk, C-O asetil dan C-O ulur.

5.2 Saran

Saran yang perlu dilakukan untuk menyempurnakan penelitian ini adalah penentuan kadar selulosa yang terisolasi dan kadar lignin dengan metode Chesson-Datta. Hal ini disebabkan lignin tidak memiliki daerah serapan yang khas sehingga sulit untuk dianalisis keberadaanya apabila hanya menggunakan FTIR. Selulosa asetat hasil sintesis juga perlu ditentukan berat molekulnya dengan metode viskositas menggunakan Viscometer Oswald untuk mengetahui pengaruh berat molekul polimer terhadap kerapuhan membran yang dihasilkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Afifah, F. S. 2016. Uji Kinerja Alat Digester pada Proses Pulping dari Kulit Jagung dengan Proses Soda Menggunakan Natrium Hidroksida. *Skripsi*. Semarang: Program Diploma Fakultas Teknik Universitas Diponegoro.
- Agustini, L. dan L. Efiyanti. 2015. Pengaruh Perlakuan Delignifikasi terhadap Hidrolisis Selulosa dan Produksi Etanol dari Limbah Berlignoselulosa. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan*. 33(1): 69-80.
- American Society for Testing Material (ASTM). 1991. ASTM D 871-91: *Standart Methods of Testing Cellulose Acetate*. Philadelphia: ASTM.
- Apriliasari, Y. 2013. Pengaruh Konsentrasi Selulosa Asetat untuk Membran Ultrafiltrasi. *Skripsi*. Jember: Fakultas MIPA Universitas Jember.
- Arahman, N. 2012. Konsep Dasar Proses Pembuatan Membran Berpori dengan Metode Non-Solvent Induced Phase Separation-Penentuan Cloud Point dan Diagram Tiga Fasa. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan* 9 (2): 68-73.
- Artati, E. K., A. Effendi. T. Haryanto. 2009. Pengaruh Konsentrasi Larutan Pemasak pada Proses Delignifikasi Enceng Gondok dengan Proses Organosolv. *Jurnal Ekuilibrium*. 8(1): 25-28.
- Asparingga, H., I. Syahbanu dan A. H. Alimuddin. 2018. Pengaruh Volume Anhidrida Asetat pada Sintesis Selulosa Asetat dari Sabut Kelapa (*Cocos nucifera* L.). *Jurnal Kimia Khatulistiwa*. 7(3): 10-17.
- Bajpai, P. 1999. Application of Enzymes in the Pulp and Paper Industry. *Biotechnol. Prog.* 15(2):147-157.
- Baker, R. W. 2012. *Membrane Technology and Applications Third Edition*. United Kingdom: John Wiley and Sons Ltd.
- Brandrup, J., E. H. Immergut dan E. A. Grulke. 1975. *Polymer Handbook*. Fourth Edition. New York: John Wiley & Sons Inc.
- Braun, D., H. Cherdrion, M. Rehahn, H. Ritter, dan B. Voit. 2004. *Polymer Synthesis: Theory and Practice*. Fourth Edition. Germany: Verlag Berlin Heidelberg.
- Buana, E. S. 2014. Pengaruh Penambahan Surfaktan Anionik Sodium Dodesil Sulfat terhadap Karakteristik Membran Selulosa Asetat. *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.

- Bydson, J. A. 1995. *Plastics Materials*. Sixth Edition. London: Butterworth-Heinemann Ltd.
- Campbell. 1973. *Process for Manufacture of Cellulose Acetate*. First Edition. United State America: Eastman Chemical Company (Kingsport, TN).
- Cowd, M. A. 1991. *Kimia Polimer*. Bandung: Penerbit ITB.
- Darmawan, M. T., M. Elma dan M. Ihsan. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Selulosa Asetat dari Alfa Selulosa Tandan Kosong Kelapa Sawit. *Jukung Jurnal Teknik Lingkungan*. 4(1): 50-55.
- Desiyarni. 2006. Perancangan Proses Pembuatan Selulosa Asetat dari Selulosa Mikrobial untuk Membran Ultrafiltrasi. *Disertasi*. Bogor: Program Studi Teknologi Industri Pertanian.
- El-Din, L. A. N., A. El-Gendi, N. Ismail, K. A. Abed dan A. I. Ahmed. 2014. Evaluation of Cellulose Acetate Membrane with Carbon Nanotubes Additives. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*.
- Fariati, I. 2016. Pengaruh Konsentrasi Larutan Pemasak dan Lamapemasakan pada Proses Delignifikasi Campuran Pelepah Pisang (*Musa paradisiaca*, Linn) dan Tandan Kosong Kelapa Sawit (*Elaeis guineensis jac*) untuk Pembuatan Pulp. *Skripsi*. Makassar: Fakultas Sains dan Teknologi UIN Alauddin.
- Fengel, D dan G. Wegener, 1984. *Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. New York: Walter de Gruyter.
- Fessenden, R. J. dan J. S. Fessenden. 1978. *Organic Chemistry*. Second Edition. Boston: Allyn and Bacon.
- Gaol, M. R. L. L., R. Sitorus, S. Yanti, I. Surya, dan R. Manurung . 2013. Pembuatan Selulosa Asetat dari α -Selulosa Tandan Kosong Kelapa Sawit. *Jurnal Teknik Kimia*. 2(3): 33-39.
- Ghaemi, N., S. S. Madaeni, A. Alizadeh, P. Daraei, V. Vatanpour, dan M. Falsafi. 2012. Fabrication of cellulose acetate/sodium dodecyl sulfate nanofiltration membrane: Characterization and performance in rejection of pesticides. *Desalination*. 290: 99-106.
- Habibah, R., D. Y. Nasution dan Y. Muis. 2013. Penentuan Berat Molekul dan Derajat Polimerisasi α -Selulosa yang Berasal dari Alang-alang (*Imperata cylindrica*) dengan Metode Viskositas. *Jurnal Saintia Kimia*. 1(2).

- Hanifa, M. B. 2007. Pengembangan Sintesis Selulosa Asetat Berbasis Selulosa Bakterial Sebagai Material Membran. *Skripsi*. Jember: Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Jember.
- Harrison, I., P. J. G. Huttenhuis, dan A. B. M. Heesink. 2004. BIOCA-Biomass Streams to Produce Cellulose Acetate. *Science in Thermal and Chemical Biomass Conversion*. 2(6): 370-381.
- Hendayana, S., A. Kadarohmah, A., A. A. Sumarna, dan A. Supriatna. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Edisi Kesatu. Semarang: IKIP Semarang Press.
- Heradewi. 2017. Isolasi Lignin dari Lindi Hitam Proses Pemasakan Organosolv Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS). *Skripsi*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Herrera, N. E., R. P. Islas, E. S. M. Martinez, A. C. Orea dan S. A. Tomas. 2011. Thermal, Mechanical and Microstructures Properties of Cellulose Derivatives Films: A Comparative Study. *Food Biophysics*. 6: 106-114.
- Hospodarova, V., E. Singovszka, dan N. Stevulova. 2017. Characterization of Cellulosic Fibers by FTIR Spectroscopy for Their Further Implementation to Building Materials. *American Journal of Analytical Chemistry*. 9: 303-310.
- Husin, M. R., A. Arsad, S.S. Suradi, O. Alothman, N. Ngadi, dan M. J. Kamaruddin. 2017. Fourier Transforms Infrared Spectroscopy And X-Ray Diffraction Investigation Of Recycled Polypropylene/Polyaniline Blends. *Chemical Engineering Transactions*. 56: 1015-1120.
- Hutomo, G. S., D. W. Marseno, S. Anggrahini dan Supriyanto. 2012. Ekstraksi Selulosa dari Pod Husk Kakao Menggunakan Sodium Hidroksida. *AGRITECH*. 32(3).
- Idris, A., C. M. Kee dan I. Ahmed. 2008. Effect of Monosodium Glutamate Additive on Performance of Dialysis Membrane. *Journal of Engineering Science and Technology*. 3(2): 172-179.
- Indriyani, V., Y. Novianty dan A. Mirwan. 2017. Pembuatan Membran Ultrafiltrasi dari Polimer Selulosa Asetat dengan Metode Inversi Fasa. *Konversi*. 6(1).
- Jahit, I. S., N. N. M. Nazmi, M. I. N. Isa dan N. M. Sarbon. 2016. Preparation and Physical Properties of Gelatin/CMC/Chitosan Composite Films as Affected by Drying Temperature. *International Food Research Journal*. 23(3): 1068-1074.
- Junaidi. 2017. Spektrofotometer UV-Vis untuk Estimasi Ukuran Nanopartikel Perak. *Jurnal Teori dan Aplikasi Fisika*. 5(1): 97-102.

- Kang, X., P. Sun, S. Kuga, C. Wang, Y. Zhao, M. Wu, dan Y. Huang. 2017. Thin Cellulose Nanofiber from Corncob Cellulose and Its Performance in Transparent Nanopaper. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*. 5: 2529-2534.
- Kaliyan, N., dan R. V. Morey. 2010. Densification Characteristics of Corn Cobs. *Fuel Processing Technology*. 91: 559-565.
- Kesting, R. E. 1971. *Synthetic Polymeric Membranes*. New York: McGraw-Hill Book Company.
- Kirk, B. E., dan D. F. Othmer. 1993. *Encyclopedia of Chemical Technology*. Third Edition. New York: The Interscience Encyclopedia Inc.
- Kuo, C. M., dan R.T. Borgan. 1997. *Process for the Manufacture Of Cellulose Acetate*. First Edition. United State America: Eastman Chemical Company (Kingsport, TN).
- Kusumastuti, A. 2011. Pengenalan Pola Gelombang Khas dengan Interpolasi. *CAUCHY*. 2(1): 7-12.
- Lismeri, L., P. M. Zari, T. Novarani, dan Y. Darni. 2016. Sintesis Selulosa Asetat dari Limbah Batang Ubi Kayu. *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*. 11(2): 82-91.
- Liu, C., Li, B., Du, H., Lv, D., Zhang, Y., Yu, G., dan Peng, H. 2016. Properties Of Nanocellulose Isolated From Corncob Residue Using Sulfuric Acid, Formic Acid, Oxidative And Mechanical Methods. *Carbohydrate Polymers*. 151: 716-724.
- Liu, S. 2010. Development and Qualification of a Novel Virus Removal Filter for Cell Culture Application. *Biotechnology Progress*. 16(3): 425-434.
- Mark, H.F., Ketta, J.c dan Othmer, D.F. 1968. *Encyclopedia of Chemical Technology*. 2nd Edition. Vol.4. New York: Interscience Publisher Jhon Willey & Sons Inc.
- Mulder , M. 1996. *Basic Principle Membrane Technology*. Second Edition. Netherland: Kluwer Academic Publisher.
- Mulijani, S., E. Budianto dan M. Hikam. 2010. Formation and Characterization of Asymmetric Nanofiltration Membrane: Effect of Temperature and Surfactant as a Template. *Jurnal Eksergi*. 10(2): 36-41.

- Niraula, T. P., A. Bhattarai dan S. K. Chatterjee. 2014. Sodium Dodecylsulphate: A Very Useful Surfactant for Scientific Investigations. *The Journal of Knowledge and Innovation*. 2(1): 111-113.
- Nurhayati dan R. Kusumawati. 2014. Sintesis Selulosa Asetat dari Limbah Pengolahan Agar. *JPB Perikanan*. 9(2): 97-104.
- Osada, Y., dan Nakagawa, T. 1992. *Membrane Science and Technology*. First Edition. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Osorio, F. A., P. Molina, S. Matiacevich, J. Enrione dan O. Skurtys. 2011. Characteristics of Hydroxy Propyl Methyl Cellulose (HPMC) Based Edible Film Developed for Blueberry Coatings. *Procedia Food Science*. 1: 287-293.
- Ott. E., H. M. Spurlin, dan M. W. Grafflin. 1954. *Cellulose and Cellulose Derivates*. New York: Interscience Publisher Inc.
- Pavia, D. L., G. M. Lampman, dan G. S. Kriz. 2001. *Introduction to Spectroscopy*. 3rd Edition. United States of America: Thomson learning, Inc.
- Permatasari, H.R., F. Gulo, B. Lesmini. 2017. Pengaruh Konsentrasi H₂SO₄ dan NaOH Terhadap Delignifikas Serbuk Bambu (*Gigantochloa Apus*). *Jurnal Penelitian Pendidikan Kimia Jurpenkim*. 2(1): 131-140.
- Pointner, M., P. Kuttner, T. Obrlik, A. Jager dan H. Kahr. 2014. Composition of Corncobs as a Substrate for Fermentation of Biofuels. *Agronomy Research*. 12(2): 391-396.
- Porter, M. R. 1994. *Handbook of Surfactant, Second Edition*. London: Bllaeke Academic & Professional.
- Putera, R. D. H. 2012. Ekstraksi Serat Selulosa dari Tanaman Eceng Gondok (*Eichornia crassipes*) dengan Variasi Pelarut. *Skripsi*. Depok: Fakultas Teknik Univesitas Indonesia.
- Rachmawaty, R., M Meriyani, dan S. Priyanto. 2013. Sintesis Selulosa Diasetat dari Enceng Gondok (*Eichornia crassipers*) dan Potensinya untuk Pembuatan Membran. *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*. 2(3): 8-16.
- Rahimpour, A., S. S. Madaeni dan Y. Mansourpanah. 2007. Effect of Anionic, Non-Ionic and Cationic Surfactants on Morphology and Performance of Polyethersulfone Ultrafiltration Membranes for Milk Concentration. *Journal of Membrane Science*. 296: 10-121.
- Rosen, M. J. 1978. *Surfactants And Interfacial Phenomena*. New York: John Wiley & Sons, Inc.

- Rosnelly, C. M. 2010. Perancangan Proses Pembuatan Membran Ultrafiltrasi Selulosa Asetat Secara Inverse Fasa Dari Selulosa Pulp Kayu Sengon (*Paraserianthes falcataria*). *Thesis*. Bogor: Sekolah Pasca Sarjana Institut Pertanian Bogor.
- Safitri, M. 2018. Konversi Selulosa Limbah Tongkol Jagung menjadi Gula Alkohol Menggunakan Nanokatalis $Ni_{(1-x)}Zn_xFe_2O_4$. *Tesis*. Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Sahare, P., R. Singh, R. S. Laxman, dan M. Rao. 2012. Effect of Alkali Pretreatment on the Structural Properties and Enzymatic Hydrolysis of Corn Cob. *Appl Biochem Biotechnol*. 168: 1806-1819.
- Salager, J. L. 2002. *Surfactants types and uses*. Venezuela: De Los Andes University.
- Saljoughi, E. dan T. Mohammadi. 2009. Cellulose Acetate (CA)/Polyvinylpyrrolidone (PVP) Blend Asymmetric Membranes: Preparation, Morphology and Performance. *Desalination*. 249:850-854.
- Schmidt, V. C. R., N. Blanco-Pascual, G. Tribuzi dan J. B. Laurindo. 2019. Effect of The Degree of Acetylation, Plasticizer Concentration and Relative Humidity on Cassava Starch Films Properties. *Food Science and Technology*. 39(2): 491-499.
- Seto, A. S., dan A. M. Sari. 2013. Pembuatan Selulosa Asetat Berbahan Dasar Nata De Soya. *Konversi*. 2(2): 1-12.
- Sjostrom, E. 1993. *Wood Chemistry: Fundamentals and Applications*. Second Edition. Finland: Laboratory of Wood Chemistry. Forest Product Departement. Helsinki University of Technology.
- Sigma-Aldrich. 2016. Safety Data Sheet of Sodium Dodecyl Sulfate. <http://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/71727?lang=en®ion=ID>. [Diakses pada 06 November 2019].
- Sihotang, M. T. R., Suwandi dan H. A. Bharata. 2018. Proses Pembuatan Bioetanol dari Tongkol Jagung dengan Metode SSF Delignifikasi Basa dan Metode SHF. *e-Proceeding of Engineering*. 5(2): 2368.
- Silverio, H. A., Flauzino Neto, W. P., Dantas, N. O., dan Pasquini, D. 2013. Extraction And Characterization Of Cellulose Nanocrystals From Corn cob 60 For Application As Reinforcing Agent In Nanocomposites. *Industrial Crops And Products*.44: 427-436.

- Skoog, D. A., F. J. Holler dan T. A. Nieman. 1998. *Principles of Instrumental Analysis*. 3rd ed. New York: Saunders College Publishing.
- Smurlin, O. 1954. *Cellulose and Cellulose Derivatives*. 2nded. New York: Interscience Publisher Inc.
- Souhoka, F. A., dan J. Latupeirissa. 2018. Sintesis dan Karakterisasi Selulosa Asetat (CA). *Indo. J. Chem.* 5(2): 58-62.
- Sumada, T., P. E. Tamara, dan F. Alqani. 2011. Kajian Proses Isolasi A - Selulosa dari Limbah Batang Tanaman Manihot Esculenta Crantz yang Efisien. *Jurnal Teknik Kimia*. 5(2).
- Syahbanu, I., A. S. Hartini, M. Yuspitasaki, dan A. Rusmaningsih. 2017. Sintesis dan Studi Termal Selulosa Asetat dari Selulosa Bakterial. *Seminar Nasional Penelitian & Pengabdian pada Masyarakat*. 7 Oktober 2017.
- Thiripura, M., dan A. Ramesh. 2012. Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibers from The Aquatic Weed Water Hyacinth—*Eichhornia Crassipes*. *Carbohydrate Polymers*. 87: 1701-1705.
- Utami, Farida. 2018. Preparasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung dengan Metode Hidrolisis Asam pada Berbagai Variasi Waktu Sonikasi. *Skripsi*. Jember: Program Studi Kimia Universitas Jember.
- Wahyusi, K. N., Siswanto dan L. I. Utami. 2017. Kajian Proses Asetilasi terhadap Kadar Asetil Selulosa Asetat dari Ampas Tebu. *Jurnal Teknik Kimia*. 12(1).
- Windayanti, N. 2013. Karakterisasi Membran Selulosa Asetat dengan Variasi Komposisi Pelarut Aseton dan Asam Format. *Skripsi*. Jember: Program Studi Kimia Universitas Jember.
- Wiradipta, I. D. G. A. 2017. Pembuatan Plastik *Biodegradable* Berbahan Dasar Selulosa dari Tongkol Jagung. *Skripsi*. Surabaya: Fakultras MIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
- Warisno. 1998. *Jagung hibrida*. Yogyakarta: Kanisius
- Wenten, I.G. 2000. *Teknologi Membran Industrial*. Bandung: Penerbit ITB.
- Wustenberg, T. 2014. *Cellulose and Cellulose Derivatives in the Food Industry Fundamentals and Applications*. Jerman: Wiley-VCH.
- Zian, I. Ulfin dan Harmami. 2016. Pengaruh Waktu Kontak pada Adsorpsi Remazol Violet 5R Menggunakan Adsorben Nata de Coco. *JURNAL SAINS DAN SENI ITS*. 5(2): 2337-3520.

LAMPIRAN

4.1 Karakteristik Selulosa Asetat

4.1.1 Hasil Proses Isolasi Selulosa Tongkol Jagung

| Hasil | Gambar | Warna | Bentuk |
|--------------------------|--|--------------------|--------------|
| Preparasi tongkol jagung |  | Kuning kecokelatan | Serbuk Halus |
| Delignifikasi |  | Cokelat | Pulp |
| Bleaching |  | Putih | Pulp |
| Serbuk selulosa |  | Putih | Serbuk halus |

4.1.2 Persen Hasil Selulosa

| $m_{\text{serbuk tongkol jagung}}$ (gram) | m_{selulosa} (gram) | Persen Hasil (%) | Rata-rata | Standar Deviasi |
|--|---------------------------------|---------------------|-----------|-----------------|
| 20,017 | 6,002 | 29,985 | | |
| 20,009 | 5,956 | 29,768 | | |
| 20,007 | 5,968 | 29,827 | | |
| 20,004 | 5,960 | 29,794 | | |
| 20,001 | 5,950 | 29,749 | | |
| 20,005 | 5,979 | 29,887 | | |
| 20,005 | 5,986 | 29,920 | | |
| 20,000 | 5,947 | 29,733 | 29,860 | 0,125 |
| 20,013 | 6,001 | 29,985 | | |
| 20,008 | 5,989 | 29,934 | | |
| 20,013 | 5,993 | 29,944 | | |
| 20,005 | 5,979 | 29,889 | | |
| 20,003 | 5,952 | 29,755 | | |
| 20,009 | 5,978 | 29,874 | | |

Contoh perhitungan persen hasil selulosa:

$$\begin{aligned}
 \text{Persen hasil (\%)} &= \frac{\text{massa selulosa yang diperoleh (g)}}{\text{massa serbuk tongkol jagung (g)}} \times 100\% \\
 &= \frac{6,002 (g)}{20,017 (g)} \times 100\% \\
 &= 29,985 \%
 \end{aligned}$$

4.1.3 Kadar Air Selulosa

| Cawan | M _{awal} (gram) | M _{akhir} (gram) | Kadar Air (%) | Rata-rata (%) | Standar Deviasi |
|-------|-----------------------------|------------------------------|------------------|------------------|-----------------|
| A | 1,0003 | 0,9421 | 5,8183 | 5,82 | 0,12 |
| B | 1,0005 | 0,9414 | 5,9070 | | |
| C | 1,0004 | 0,9430 | 5,7377 | | |

Contoh perhitungan kadar air pada cawan A:

$$\begin{aligned}\text{Kadar air} &= \frac{m_{\text{awal}} - m_{\text{akhir}}}{m_{\text{awal}}} \times 100\% \\ &= \frac{1,0003 - 0,9421}{1,0003} \times 100\% \\ &= 5,8183\end{aligned}$$

4.1.4 Standarisasi NaOH dan HCl

| Erlenmeyer | V _{NaOH} (mL) | V _{Asam Oksalat} (mL) | N _{NaOH} (N) | Rata-rata N _{NaOH} | Standar Deviasi |
|------------|---------------------------|-----------------------------------|--------------------------|--------------------------------|-----------------|
| A | 5,0 | 5 | 0,50 | 0,493 | 0,008 |
| B | 5,1 | 5 | 0,49 | | |
| C | 5,1 | 5 | 0,49 | | |

Contoh perhitungan standarisasi NaOH dan asam oksalat 0,5 N:

$$V_{\text{NaOH}} N_{\text{NaOH}} = V_{\text{Asam Oksalat}} N_{\text{Asam Oksalat}}$$

$$5 \text{ mL } N_{\text{NaOH}} = 5 \text{ mL } 0,5 \text{ N}$$

$$N_{\text{NaOH}} = 0,5 \text{ N}$$

| Erlenmeyer | V _{HCl} (mL) | V _{NaOH} (mL) | N _{HCl} (N) | Rata-rata N _{NaOH} | Standar Deviasi |
|------------|--------------------------|---------------------------|-------------------------|--------------------------------|-----------------|
| A | 5 | 5,1 | 0,50 | 0,503 | 0,014 |
| B | 5 | 5,0 | 0,49 | | |
| C | 5 | 5,2 | 0,51 | | |

Contoh perhitungan standarisasi HCl dan NaOH 0,5 N:

$$V_{\text{HCl}} N_{\text{HCl}} = V_{\text{NaOH}} N_{\text{NaOH}}$$

$$5 \text{ mL } N_{\text{HCl}} = 5,1 \text{ mL } 0,5 \text{ N}$$

$$N_{\text{HCl}} = 0,5 \text{ N}$$

4.1.5 Kadar Asetil dan Derajat Substitusi Selulosa Asetat

Titration yang dibutuhkan untuk selulosa asetat sintesis:

| Rasio SA:AA | V _{HCl} blanko (mL) | V _{NaOH} blanko (mL) | mCA (g) | V _{HCl} (mL) | V _{NaOH} (mL) | Kadar Asetil (%) | DS |
|----------------|---------------------------------|----------------------------------|------------|--------------------------|---------------------------|---------------------|-----|
| 1:2 | 32,5 | 0,7 | 0,5008 | 24,25 | 0,8 | 36,19 | 2,1 |
| 1:5 | 32,5 | 0,7 | 0,5011 | 22,55 | 0,8 | 43,32 | 2,8 |
| 1:10 | 32,5 | 0,7 | 0,5009 | 20,03 | 0,6 | 53,49 | 4,2 |
| 1:20 | 32,5 | 0,7 | 0,5011 | 19,45 | 0,8 | 56,70 | 4,8 |

Contoh perhitungan kadar asetil dan derajat substitusi pada variasi rasio selulosa asetat sintesis: anhidrida asetat (1:2):

$$\text{Kadar asetil} = [(D - C)Na + (A - B)Nb] \times \left(\frac{F}{W}\right) \times 100\%$$

$$= [(V_{HCl \text{ blanko}} - V_{HCl \text{ sampel}})N_{HCl} + (V_{NaOH \text{ sampel}} - V_{NaOH \text{ blanko}})N_{NaOH}] \times \left(\frac{0,04305}{\text{Berat selulosa asetat}}\right) \times 100\%$$

$$= [(32,5 \text{ mL} - 24,25 \text{ mL})0,503 \text{ N} + (0,8 \text{ mL} - 0,7 \text{ mL})0,493 \text{ N}] \times \frac{0,04305}{0,5008 \text{ gram}} \times 100\%$$

$$= 36,19 \%$$

$$\text{Derajat substitusi} = \left(162 \times \frac{\left(\frac{\% \text{ Asetil}}{43}\right)}{100 - \left(\frac{42}{43} \times \% \text{ Asetil}\right)}\right)$$

$$= \left(162 \times \frac{\left(\frac{36,19}{43}\right)}{100 - \left(\frac{42}{43} \times 36,19\right)}\right)$$

$$= 2,1$$

4.1.6 Kelarutan Selulosa Asetat

| Rasio SA:AA | M _{sampel} (g) | Pelarut | V _{pelarut} (mL) | Massa Jenis Pelarut (g/cm ³) | M _{pelarut} (g) | Kelarutan (%) |
|----------------|----------------------------|--------------|------------------------------|---|-----------------------------|------------------|
| 1:2 | 0,1006 | Aseton | 0,00 | 0,79 | 0,0000 | 0,00 |
| 1:5 | 0,1007 | | 1,13 | 0,79 | 0,8888 | 11,33 |
| 1:10 | 0,1007 | | 0,00 | 0,79 | 0,0000 | 0,00 |
| 1:20 | 0,1006 | | 0,00 | 0,79 | 0,0000 | 0,00 |
| 1:2 | 0,1007 | Kloroform | 0,00 | 1,48 | 0,0000 | 0,00 |
| 1:5 | 0,1008 | | 4,08 | 1,48 | 6,0310 | 1,67 |
| 1:10 | 0,1006 | | 1,95 | 1,48 | 2,8860 | 3,48 |
| 1:20 | 0,1012 | | 1,23 | 1,48 | 1,8130 | 5,58 |
| 1:2 | 0,1006 | DMSO | 0,00 | 1,1 | 0,0000 | 0,00 |
| 1:5 | 0,1004 | | 1,48 | 1,1 | 1,6225 | 6,19 |
| 1:10 | 0,1011 | | 2,90 | 1,1 | 3,1900 | 3,17 |
| 1:20 | 0,1007 | | 3,10 | 1,1 | 3,4100 | 2,95 |
| 1:2 | 0,1011 | Diklorometan | 0,00 | 1,33 | 0,0000 | 0,00 |
| 1:5 | 0,1006 | | 1,03 | 1,33 | 1,3633 | 7,56 |
| 1:10 | 0,1005 | | 1,00 | 1,33 | 1,3300 | 7,56 |
| 1:20 | 0,1010 | | 1,03 | 1,33 | 1,3633 | 7,61 |

Contoh perhitungan kelarutan pada rasio selulosa asetat sintesis:anhidrida asetat (1:5) pengulangan 1 dalam pelarut aseton:

$$\begin{aligned}
 \text{Kelarutan (\%)} &= \frac{m_{\text{sampel}}}{m_{\text{pelarut}}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,1007}{0,8888} \times 100\% \\
 &= 11,33 \%
 \end{aligned}$$

4.2 Karakteristik Membran Selulosa Asetat

4.2.1 Densitas Membran Selulosa Asetat

| Jenis Selulosa Asetat | U | Luas Alas (cm ²) | Ketebalan (cm) | Volume Kering (cm ³) | Massa Kering (g) | Densitas | Rata-rata Densitas | SD Densitas |
|-----------------------|---|------------------------------|----------------|----------------------------------|------------------|----------|--------------------|-------------|
| Sintesis | 1 | 4 | 0,0080 | 0,0320 | 0,0218 | 0,6816 | 0,6713 | 0,0747 |
| | 2 | | 0,0070 | 0,0280 | 0,0207 | 0,7404 | | |
| | 3 | | 0,0090 | 0,0360 | 0,0213 | 0,5919 | | |
| Komersil | 1 | 4 | 0,0070 | 0,0280 | 0,0227 | 0,8104 | 0,7356 | 0,0794 |
| | 2 | | 0,0080 | 0,0320 | 0,0209 | 0,6522 | | |
| | 3 | | 0,0070 | 0,0280 | 0,0208 | 0,7443 | | |

Contoh perhitungan densitas pada membran selulosa asetat sintesis pengulangan 1:

$$\begin{aligned}
 \text{Densitas } (\rho) &= \frac{\text{Massa kering membran selulosa asetat (g)}}{\text{Volume kering membran selulosa asetat (cm}^3\text{)}} \\
 &= \frac{0,0218}{0,0320} \\
 &= 0,6816 \text{ g/cm}^3
 \end{aligned}$$

4.2.2 Derajat *Swelling* Membran Selulosa Asetat

| Jenis Selulosa Asetat | U | Berat Basah (cm) | Berat Kering (cm ³) | Berat Basah – Berat Kering (g) | Derajat <i>Swelling</i> | Rata-rata Derajat <i>Swelling</i> | SD Derajat <i>Swelling</i> |
|-----------------------|---|------------------|---------------------------------|--------------------------------|-------------------------|-----------------------------------|----------------------------|
| Sintesis | 1 | 0,0749 | 0,0180 | 0,0569 | 316 | 316 | 0,4145 |
| | 2 | 0,0759 | 0,0182 | 0,0576 | 316 | | |
| | 3 | 0,0755 | 0,0181 | 0,0574 | 317 | | |
| Komersil | 1 | 0,0710 | 0,0181 | 0,0528 | 291 | 291 | 0,3990 |
| | 2 | 0,0966 | 0,0247 | 0,0719 | 291 | | |
| | 3 | 0,0657 | 0,0168 | 0,0490 | 292 | | |

Contoh perhitungan derajat *swelling* pada membran selulosa asetat sintesis pengulangan 1:

$$\begin{aligned}
 \% \text{ swelling} &= \frac{\text{Berat kesetimbangan} - \text{Berat awal}}{\text{Berat awal}} \times 100\% \\
 &= \frac{\text{Berat basah} - \text{Berat kering}}{\text{Berat Kering}} \times 100\% \\
 &= \frac{0,0569}{0,0180} \times 100\% \\
 &= 316 \%
 \end{aligned}$$