



**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA DARI
TONGKOL JAGUNG SECARA HIDROLISIS ASAM**

SKRIPSI

Oleh

**Nurul Zuhro`ul Vikriya
NIM 141810301009**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2018**



**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA DARI
TONGKOL JAGUNG SECARA HIDROLISIS ASAM**

SKRIPSI

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

Oleh
Nurul Zuhro`ul Vikriya
NIM. 141810301009

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS JEMBER
2018**

PERSEMBAHAN

Skripsi yang berjudul “*Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung Secara Hidrolisis Asam*” ini Saya persembahkan kepada:

1. Ibunda Us Furyah dan Ayahanda M. Khozim, serta adik tersayang Riska Umawiyah Azizah yang senantiasa memberikan do’a dan semangat, selalu memberikan segala bentuk nasehat dan menjadi teladan terbaik untuk selalu sabar, bersyukur, tidak mudah patah semangat, dan menjadi pribadi yang lebih baik lagi untuk menggapai masa depan yang gemilang dan segala kesuksesan yang ada di masa mendatang;
2. Bapak-ibu guru di TK Dewi Masyithoh Karanganyar 2, SDN 3 Menampu, SMPN 1 Kencong, SMAN 1 Kencong serta dosen-dosen di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Jember yang mendidik dengan penuh kesabaran, memberikan ilmunya dengan ikhlas, dan memberikan arahan serta nasehat hidup yang baik;
3. Almamater Tercinta, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

“Maka sesungguhnya bersama kesulitan ada kemudahan. Sesungguhnya bersama kesulitan itu ada kemudahan”
(Q.s. Al-Insyirah:6-7)^{*)}



^{*)} Kementerian Agama RI. 2007. *Al-Qur'an dan Terjemahnya dilengkapi dengan Kajian Usul Fiqih dan Intisari Ayat*. Bandung: PT. Sygma Examedia Arkanleema.

PERNYATAAN

Saya yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Nurul Zuhro`ul Vikriya

NIM : 141810301009

menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul “*Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung Secara Hidrolisis Asam*” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali jika dalam pengutipan substansi disebutkan sumbernya, dan belum pernah diajukan pada institusi mana pun, dan bukan karya jiplakan. Saya bertanggung jawab atas keabsahan dan kebenaran isinya sesuai dengan sikap ilmiah yang harus 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, Desember 2018

Yang menyatakan,

Nurul Zuhro`ul Vikriya

NIM 141810301009

SKRIPSI

**PREPARASI DAN KARAKTERISASI NANOSELULOSA DARI
TONGKOL JAGUNG SECARA HIDROLISIS ASAM**

Oleh

Nurul Zuhro`ul Vikriya
NIM 141810301009

Pembimbing

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

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “*Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung Secara Hidrolisis Asam*” karya Nurul Zuhro`ul Vikriya Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

Anggota I,

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

Tri Mulyono, S.Si., M.Si.

NIP. 197107031997021001

NIP. 196810021998021001

Anggota II,

Anggota III,

Dwi Indarti, S.Si., M.Si.

Suardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D.

NIP. 197409012000032004

NIP. 197501191998021001

Mengesahkan,

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam,

Drs. Sujito, Ph.D.

NIP. 196102041987111001

RINGKASAN

Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung Secara Hidrolisis Asam; Nurul Zuhro'ul Vikriya, 141810301009; 2018: 88 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Jagung merupakan salah satu bahan makanan pokok dengan hasil produksi yang tinggi dan paling banyak dikonsumsi oleh masyarakat Indonesia. Masyarakat pada umumnya hanya mengonsumsi bagian daging jagung sedangkan bagian lainnya kurang dimanfaatkan secara optimal, contohnya tongkol jagung. Tongkol jagung memiliki kandungan selulosa sebesar 31% sehingga dapat dimanfaatkan agar memiliki nilai ekonomis yang tinggi. Selulosa juga dapat diubah dalam ukuran nanoselulosa untuk memperoleh sifat yang lebih unggul. Nanoselulosa memiliki ukuran kurang dari 1000 nm, Keunggulan nanoselulosa yaitu memiliki kemampuan dispersi serta biodegradasi dan peningkatan kristanilitas, aspek rasio dan luas permukaannya. Pembuatan nanoselulosa dapat dilakukan dengan beberapa metode yaitu secara mekanik, enzimatik dan kimiawi. Dalam penelitian ini digunakan metode kimiawi secara hidrolisis asam. Penelitian ini bertujuan untuk membuat nanoselulosa dari tongkol jagung dengan metode hidrolisis asam. Dalam penelitian ini dikaji pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap sifat-sifat nanoselulosa yang diperoleh yaitu struktur, ukuran dan jumlah gugus muatan pada nanoselulosa.

Penelitian ini meliputi tiga tahapan yaitu: (1) isolasi selulosa dari tongkol jagung (2) hidrolisis selulosa menggunakan asam sulfat dan (3) karakterisasi nanoselulosa. Tahapan pertama dalam penelitian ini yaitu penghalusan sampel tongkol jagung menggunakan grinder sehingga didapat serbuk berukuran 60 mesh. Serbuk kemudian diproses delignifikasi menggunakan NaOH 3% dilanjutkan *bleaching* menggunakan NaOCl₂ 1,4%. Tahapan kedua dilakukan dengan memvariasi konsentrasi asam sulfat 8,4 M; 9,4 M; 10,3 M dan 11,3 M dilanjutkan dengan tahapan sonikasi dan menghasilkan suspensi nanoselulosa (selanjutnya disebut NCC 8,4; NCC 9,4; NCC 10,3 dan NCC 11,3). Tahapan ketiga dilakukan

dengan beberapa analisis antara lain yaitu analisis gugus fungsi dengan *Fourier Transmission Infra Red (FTIR)*, analisis diameter partikel menggunakan *Particle Size Analyzer (PSA)* dan penentuan jumlah gugus muatan pada permukaan nanoselulosa dilakukan dengan titrasi konduktometri.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses isolasi menghasilkan selulosa berwarna putih dan hasil FTIR menunjukkan bahwa lignin dan hemiselulosa sudah dihilangkan. Proses hidrolisis menyebabkan warna padatan nanoselulosa hasil pengeringan dengan metode penentuan %padatan tersuspensi semakin gelap seiring dengan bertambahnya konsentrasi asam sulfat yang digunakan. Hasil FTIR nanoselulosa menunjukkan adanya perbedaan struktur pada selulosa setelah hidrolisis dengan masuknya gugus sulfat. Peningkatan konsentrasi asam sulfat membuat proses pemecahan daerah amorf selulosa semakin banyak sehingga menghasilkan rata-rata diameter partikel yang semakin kecil. Rata-rata diameter partikel diamati pada dua rentang diameter, yaitu 1-100 nm dan 1-10.000 nm. Data kedua rentang tersebut menunjukkan adanya peningkatan rata-rata diameter partikel pada NCC 11,3. Hal tersebut dikarenakan proses hidrolisis dengan konsentrasi H_2SO_4 11,3 M menyebabkan selulosa mengalami dehidrasi yang disertai dengan degradasi polimer. Proses degradasi terjadi karena selulosa mengalami oksidasi membentuk zat lain sehingga mempengaruhi hasil pengukuran diameter partikelnya. Jumlah gugus sulfat pada NCC 8,4; NCC 9,4; NCC 10,3 dan NCC 11,3 secara berurutan adalah 678 mmol/Kg, 740 mmol/Kg, 1313 mmol/Kg dan 1322 mmol/Kg. Berdasarkan hasil ini menunjukkan bahwa semakin meningkatnya konsentrasi asam sulfat membuat jumlah gugus sulfat semakin besar pula.

PRAKATA

Alhamdulillah atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul *Preparasi dan Karakterisasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung Secara Hidrolisis Asam*. 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 ingin menyampaikan terima kasih kepada:

1. Drs. Sujito, 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. Kepala Laboratorium Kimia Fisik dan Kimia Analitik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember dan Kepala Laboratorium CDAST Universitas Jember;
4. Dr. Bambang Piluharto, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Utama dan Tri Mulyono, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Anggota yang telah meluangkan waktu, tenaga, pikiran, kasih sayang serta do'a dalam membimbing dengan penuh kesabaran untuk menyelesaikan penulisan skripsi ini;
5. Dwi Indarti, S.Si., M.Si., selaku Dosen Penguji I dan Suwardiyanto, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku Dosen Penguji II yang telah meluangkan waktunya untuk menguji serta memberikan kritik dan saran demi kesempurnaan skripsi ini;
6. Asnawati, S.Si., M.Si., selaku Dosen Pembimbing Akademik yang telah membimbing, memberikan nasihat, dan arahan serta beberapa kritikan bagi penulis selama menjadi mahasiswa;
7. Rekan proyek penelitian CORN COBS TEAMS yaitu Farida Utami dan Ummu Salamah yang selalu bekerjasama untuk terselesainya penelitian dengan baik;

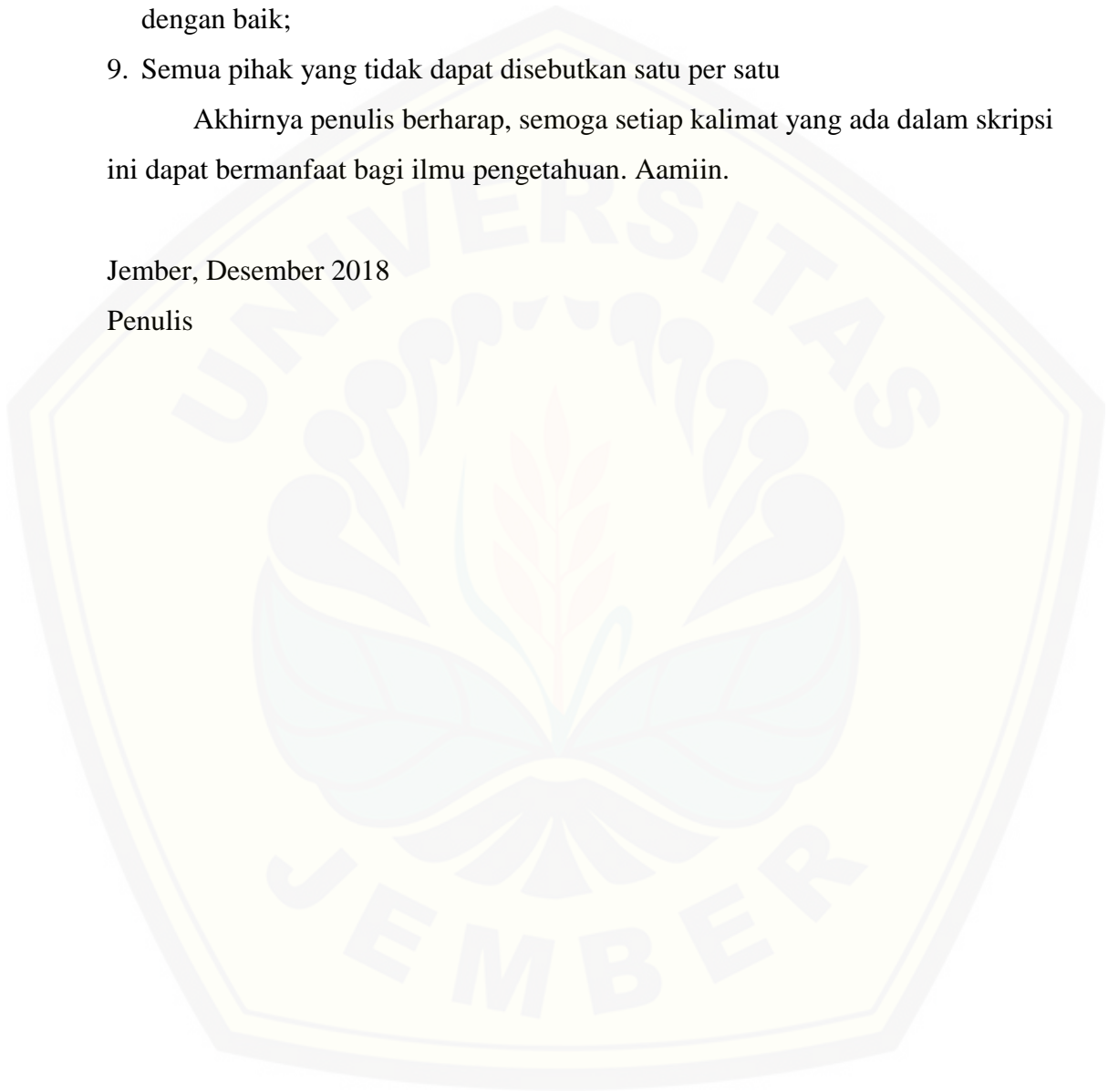
8. Teman-teman Majesty 2014, CIS a.k.a Anugerah Terindah, Pejuang S.Si, Khitab, Kelompok Honai Aksioma 13, Sie Kesehatan Aksioma 14, Pengurus BEM 2017, KKN UMD 53 Jirek Mas dan Coni Retnosari yang selalu memberikan semangat selama masa kuliah hingga studi penulis terselesaikan dengan baik;

9. Semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu

Akhirnya penulis berharap, semoga setiap kalimat yang ada dalam skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan. Aamiin.

Jember, Desember 2018

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN SAMPUL	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN	iii
HALAMAN MOTTO	iv
HALAMAN PERNYATAAN	v
HALAMAN PEMBIMBING	vi
HALAMAN PENGESAHAN	vii
RINGKASAN	viii
PRAKATA	x
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	4
1.4 Tujuan Penelitian	4
1.5 Manfaat Penelitian	4
BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Jagung	5
2.2 Selulosa	6
2.2.1 Struktur Selulosa.....	7
2.2.2 Sifat Fisika-Kimia Selulosa	8
2.3 Nanoselulosa	10
2.4 Karakterisasi Nanoselulosa	18
2.4.1 Titrasi Konduktometri	18
2.4.2 <i>Fourier Transmission Infra Red</i> (FTIR).....	20
2.4.3 <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	22
BAB 3. METODE PENELITIAN	25
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	25
3.2 Alat dan Bahan	25
3.2.1 Alat.....	25
3.2.2 Bahan	25
3.3 Diagram Alir Penelitian	26
3.4 Prosedur Penelitian	27
3.4.1 Isolasi Selulosa dari Tongkol Jagung	27
a. Delignifikasi	27

b. <i>Bleaching</i>	27
3.4.2 Preparasi Nanoselulosa	28
a. Hidrolisis Asam.....	28
b. Sonikasi.....	28
3.4.3 Karakterisasi	29
a. %Padatan Tersuspensi.....	29
b. Titrasi Konduktometri.....	30
c. <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	30
d. <i>Particle Size Analyzer</i> (PSA)	31
3.4.4 Pembuatan Larutan Sediaan.....	31
a. Pembuatan Larutan NaOH 3% b/v.....	31
b. Pembuatan Larutan NaClO 1,4% v/v.....	31
c. Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄ 8,4 M.....	31
d. Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄ 9,4 M.....	32
e. Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄ 10,3 M.....	32
f. Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄ 11,3 M	32
g. Pembuatan Larutan Na ₂ CO ₃ 5% b/v	32
h. Pembuatan Larutan NaCl 0,01 M	32
i. Pembuatan Larutan HCl 0,1 M	33
j. Pembuatan Larutan H ₂ C ₂ O ₄ 0,01 M.....	33
k. Pembuatan Larutan NaOH 0,01 M	33
BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	34
4.1 Perubahan Struktur Selulosa Dari Tongkol Jagung	34
4.1.1 Pengaruh Delignifikasi dan <i>Bleaching</i> Terhadap Perubahan Struktur Selulosa Dari Tongkol Jagung	34
4.1.2 Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat Terhadap Perubahan Struktur Selulosa Dari Tongkol Jagung	39
4.2 Perubahan Ukuran Partikel Dan Jumlah Muatan Permukaan Selulosa Dari Tongkol Jagung	48
4.2.1 Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat Terhadap Perubahan Ukuran Partikel Selulosa Dari Tongkol Jagung	48
4.2.2 Pengaruh Konsentrasi Asam Sulfat Terhadap Perubahan Jumlah Muatan Permukaan Selulosa Dari Tongkol Jagung.....	51
BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	55
5.1 Kesimpulan	55
5.2 Saran	55
DAFTAR PUSTAKA	56
LAMPIRAN	63

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Komposisi Kimia dari Tongkol Jagung Sebagai Sumber Selulosa.....	8
2.2 Mode Vibrasi Dari Gugus Fungsi Tongkol Jagung, Selulosa dan Nanoselulosa	44



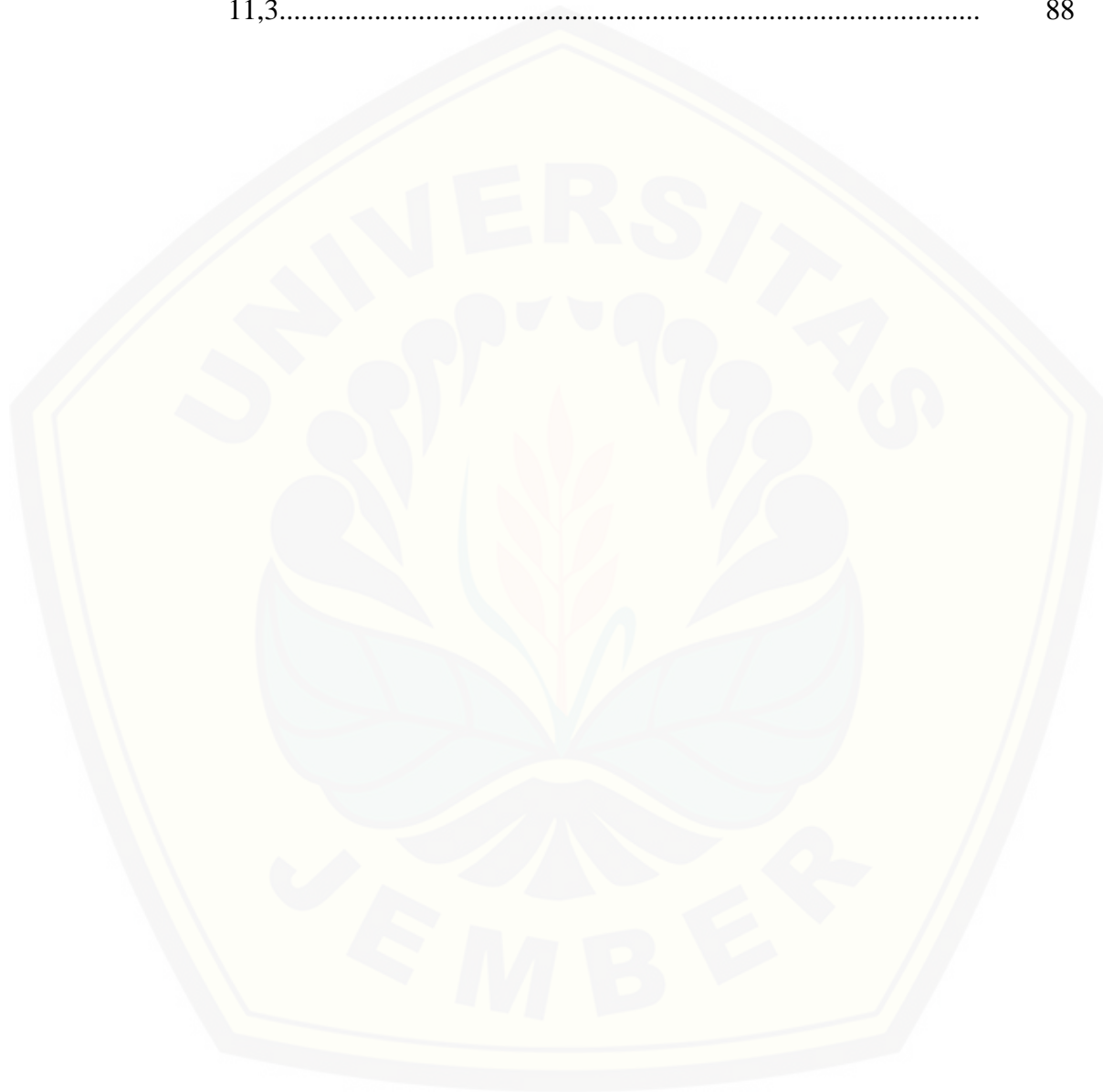
DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur Selulosa.....	7
2.2 Mekanisme Hidrolisis Asam.....	11
2.3 Nanoselulosa Yang Dihasilkan Dari Hidrolisis Asam Menggunakan Jenis Asam Yang Berbeda	13
2.4 Kurva Titrasi Konduktometri.....	19
2.5 Spektra FTIR Tongkol Jagung, Selulosa dan Nanoselulosa	21
2.6 Distribusi Ukuran Partikel Menggunakan PSA	23
3.1 Diagram Alir Penelitian	26
4.1 Hasil Tahapan Isolasi Selulosa	34
4.2 Spektra FTIR Tongkol Jagung dan Selulosa.....	36
4.2a Spektra pada bilangan gelombang 4000-2400 cm ⁻¹	37
4.2b Spektra pada bilangan gelombang 1800-1200 cm ⁻¹	37
4.2c Spektra pada bilangan gelombang 1200-800 cm ⁻¹	38
4.3 Mekanisme reaksi Modifikasi Selulosa Melalui Hidrolisis Asam.....	40
4.4 Hasil Suspensi Nanoselulosa Nanoselulosa Berbagai Variasi.....	41
4.5 Diagram %Padatan Tersuspensi Pada Nanoselulosa Berbagai Variasi	42
4.6 Pelet Hasil Sonikasi Setelah Hidrolisis Asam Sulfat Berbagai Konsentrasi	43
4.7 Spektra FTIR Selulosa dan Nanoselulosa Berbagai Variasi	44
4.7a Spektra pada bilangan gelombang 4000-2400 cm ⁻¹	45
4.7b Spektra pada bilangan gelombang 1800-1200 cm ⁻¹	46
4.7c Spektra pada bilangan gelombang 1200-600 cm ⁻¹	47
4.8 Grafik Ditribusi Diameter Partikel Nanoselulosa	49
4.9 Diagram Rata-Rata Diameter Partikel Nanoselulosa.....	49
4.10 Grafik Titrasi Konduktometri Nanoselulosa.....	52
4.11 Jumlah Muatan -SO ₃ ⁻ Pada Nanoselulosa Berbagai Variasi	53

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.1 Pembuatan Larutan Sediaan.....	63
3.1.1 Pembuatan Larutan NaOH 3% b/v.....	63
3.1.2 Pembuatan Larutan NaClO 1,4% v/v.....	63
3.1.3 Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄	63
3.1.4 Pembuatan Larutan Na ₂ CO ₃ 5% b/v.....	65
3.1.5 Pembuatan Larutan NaCl 0,01 M.....	65
3.1.6 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M.....	66
3.1.7 Pembuatan Larutan NaOH 0,01 M.....	67
3.1.8 Pembuatan Larutan H ₂ C ₂ O ₄ 0,01 M.....	67
4.1 Penentuan %Padatan Tersuspensi Suspensi Nanoselulosa.....	68
4.2 Penentuan Berat Pelet Hasil Sonikasi Setelah Hidrolisis Asam Sulfat Berbagai Konsentrasi.....	69
4.3 Standarisasi Larutan NaOH 0,01 M dengan H ₂ C ₂ O ₄ 0,01 M.....	69
4.4 Penentuan Diameter Nanoselulosa Menggunakan PSA.....	70
4.4.1 NCC 8,4.....	70
4.4.2 NCC 9,4.....	72
4.4.3 NCC 10,3.....	75
4.4.4 NCC 11,3.....	78
4.5 Karakterisasi Menggunakan Titration Konduktometri.....	80
4.4.1 Grafik Hasil Titration Konduktometri.....	80
4.5.2 Data Hasil Olahan Titration Konduktometri.....	84
4.6 Karakterisasi Menggunakan FTIR.....	85
4.6.1 Spektrum IR Tongkol Jagung.....	85
4.6.2 Spektrum IR Selulosa (MCC).....	85
4.6.3 Spektrum IR Gabungan Tongkol Jagung dan MCC.....	86
4.6.4 Spektrum IR NCC 8,4.....	86

4.6.5 Spektrum IR NCC 9,4.....	87
4.6.6 Spektrum IR NCC 10,3.....	87
4.6.7 Spektrum IR NCC 11,3.....	88
4.6.8 Spektrum IR Gabungan NCC 8,4; NCC 9,4; NCC 10,3 dan NCC 11,3.....	88



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan suatu negara dengan hasil panen padi, kayu, jagung dan kapas yang sangat melimpah. Hasil panen jagung yang melimpah, sangat berperan dalam memacu pertumbuhan subsektor tanaman pangan dan perekonomian nasional karena menjadi penyumbang terbesar kedua setelah padi (Zubachtirodin, 2007). Produksi jagung juga terus mengalami peningkatan dari tahun ke tahun. Tercatat dari tahun 2012 hingga 2016 produksi jagung di Indonesia mengalami pertumbuhan sebesar 5,89% dengan peningkatan panen yang didapat sebesar 19,941 ton/tahun. Pada tahun 2016 produksi jagung sebesar 23,19 juta ton (Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian Kementerian Pertanian, 2016).

Produksi jagung yang melimpah juga diiringi dengan banyaknya limbah tongkol jagung yang dihasilkan setelah pasca panen. Sebanyak 30% dari keseluruhan bagian tanaman jagung berupa tongkol jagung dan sisanya adalah kulit dan biji jagung (Shofianto, 2008). Komponen utama dari tongkol jagung yaitu selulosa ($31,2 \pm 3,1\%$), hemiselulosa ($43,10 \pm 4,0\%$), lignin ($16,50 \pm 2,0\%$) dan *ash* ($2,00 \pm 0,26\%$) (Anguiar, 2010). Tongkol jagung merupakan suatu limbah yang memiliki potensi ekonomi jika dimanfaatkan secara tepat. Kandungan selulosa yang tinggi dari tongkol jagung memiliki potensi untuk diolah menjadi material yang memiliki nilai ekonomis (Yueet al., 2007).

Modifikasi selulosa yang sering dimanfaatkan dan bernilai ekonomis tinggi adalah nanoselulosa. Nanoselulosa merupakan material yang memiliki ukuran kurang dari 100 nm (Biao, 2011). Namun Mohanraj dan Chen (2006) mendefinisikan bahwa nanopartikel merupakan partikel terdispersi yang memiliki ukuran kurang dari 1000 nm. Dibandingkan dengan selulosa, nanoselulosa memiliki luas permukaan, kekuatan tarik (*Tensile strength*) dan kestabilan suspensi yang tinggi. Nanoselulosa juga bersifat *biodegradable* sehingga ramah lingkungan. Dengan kemampuan tersebut maka partikel nanoselulosa dapat

dimanfaatkan sebagai *filter* penguat dari suatu polimer, penguat membran, media pembawa obat serta implan, dan sebagai pengental untuk dispersi (Ioelovich, 2012). Ditinjau dari sisi nilai ekonomisnya, nanoselulosa memiliki harga jual US\$20-100 /kg, jauh diatas harga selulosa yang hanya US\$0,6-0,8 /kg (Nugroho, 2016).

Sifat-sifat nanoselulosa yang didapat dipengaruhi oleh beberapa faktor yaitu sumber selulosa dan metode pembuatan. Berdasarkan metodenya, nanoselulosa dapat dibuat dengan berbagai metode yaitu metode mekanik (ultrasonifikasi), metode enzimatik dan metode kimia. Metode kimia yang sering digunakan yaitu hidrolisis asam dan oksidasi menggunakan 2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oksil (TEMPO). Metode hidrolisis menggunakan asam kuat akan memecah ikatan β -1,4 glikosidik daerah amorf pada selulosa (Lee *et al.*, 2014). Beberapa asam yang telah digunakan untuk hidrolisis yaitu asam sulfat, asam bromida, asam fosfat dan lain-lain. Secara umum, metode hidrolisis asam menggunakan asam sulfat (Börjesson dan Westman, 2015). Kelebihan dari asam sulfat yaitu menghasilkan suspensi yang stabil dari nanoselulosa yang bermuatan negatif, dengan demikian tidak cenderung beragregat (Silverio *et al.*, 2013).

Nanoselulosa yang diperoleh menggunakan metode hidrolisis asam dipengaruhi beberapa faktor, antara lain suhu, konsentrasi asam dan waktu hidrolisis. Semakin besar konsentrasi asam sulfat yang digunakan, maka akan membuat jumlah gugus bermuatan (SO_3^-) pada nanoselulosa semakin banyak namun apabila konsentrasinya terlalu besar akan menurunkan kristanilitasnya (Ioelovich, 2012). Menurut Ioelovich (2012) hasil optimum dalam isolasi nanoselulosa dari sumber selulosa mikrokristalin (MCC) didapat dengan perlakuan konsentrasi asam sulfat 57% sampai 60%, suhu 45°C sampai 55°C, dan waktu hidrolisis 40 menit sampai 60 menit. Dengan melakukan kombinasi ultrasonikasi maka didapat nanoselulosa dengan panjang 50 nm hingga 200 nm dan diameter 10 nm hingga 20 nm. Penelitian ini menunjukkan bahwa konsentrasi asam sangat berpengaruh terhadap sifat-sifat nanoselulosa yang didapat.

Metode hidrolisis juga pernah dilakukan untuk preparasi nanoselulosa dari tongkol jagung. Penelitian ini menggunakan asam sulfat 48,84% pada suhu

hidrolisis 45°C dengan variasi waktu hidrolisis selama 30 menit, 60 menit dan 90 menit. Dengan kombinasi ultrasonikasi, diperoleh kristal nanoselulosa paling optimal pada waktu hidrolisis 60 menit yaitu berukuran 3,07 nm hingga 5,23 nm dengan struktur kristalin yang diperoleh paling banyak (Silverio *et al.*, 2013). Penelitian lain mengenai pembuatan nanoselulosa dari tongkol jagung juga dilakukan oleh Liu *et al.* (2016) menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi tinggi yaitu 64%. Proses hidrolisis dilakukan selama 60 menit pada suhu 45°C. Nanoselulosa yang diperoleh memiliki diameter sekitar 60 nm hingga 330 nm.

Penggunaan metode asam tanpa adanya penggabungan dengan metode mekanik seperti ultrasonikasi akan menghasilkan ukuran partikel lebih dari 100 nm dan dengan range yang besar. Hal tersebut dikarenakan penggunaan metode asam akan menghasilkan nanopartikel yang cenderung beragregat. Untuk memecah agregat atau memisahkan nanopartikel perlu dilakukan ultrasonikasi yang diterapkan dalam bentuk suspensi (Hee *et al.*, 2013). Menurut Sulistiyowati (2017) menyatakan bahwa proses sonikasi menggunakan daya 250 Watt selama 15 menit masih kurang mampu memecah agregat sehingga perlu dilakukan penambahan waktu sonikasi.

Beberapa penelitian mengenai pengaruh konsentrasi asam sulfat pada sifat-sifat nanoselulosa yang dihasilkan telah dilakukan. Namun pengaruh konsentrasi ini akan menghasilkan sifat yang berbeda pada sumber selulosa yang berbeda. Oleh karena itu, dalam penelitian ini akan dilakukan preparasi nanoselulosa dari tongkol jagung menggunakan hidrolisis asam. Konsentrasi asam sulfat digunakan sebagai variabel untuk mengetahui pengaruh konsentrasi asam terhadap sifat nanoselulosa yang dihasilkan.

1.2 Rumusan Masalah

Konsentrasi asam sulfat merupakan faktor penting dalam pembuatan nanoselulosa, oleh karena itu penulis merumuskan permasalahan penelitian sebagai berikut:

1. Bagaimana pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap perubahan struktur selulosa dari tongkol jagung?

2. Bagaimana pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap perubahan ukuran partikel dan jumlah muatan permukaan selulosa dari tongkol jagung?

1.3 Batasan Masalah

Agar penelitian lebih terarah, terfokus dan tidak meluas, maka penulis membatasi penelitian pada:

1. Serbuk tongkol jagung dan selulosa diayak menggunakan ayakan 60 mesh.
2. Metode hidrolisis asam dilakukan menggunakan asam sulfat dengan variasi konsentrasi 8,4 M; 9,4 M; 10,3 M dan 11,3 M selama 60 menit dengan suhu 45⁰C.
3. Proses sonikasi dilakukan selama 30 menit dengan daya 250 Watt.
4. Perubahan struktur selulosa dari tongkol jagung ditentukan menggunakan *Fourier Transmission Infra Red* (FTIR).
5. Perubahan ukuran partikel selulosa dari tongkol jagung ditentukan menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA).
6. Perubahan jumlah muatan permukaan selulosa dari tongkol jagung ditentukan menggunakan titrasi konduktometri.

1.4 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai dalam penelitian ini adalah:

1. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap perubahan struktur selulosa dari tongkol jagung.
2. Mengetahui pengaruh konsentrasi asam sulfat terhadap perubahan ukuran partikel dan muatan permukaan selulosa dari tongkol jagung.

1.5 Manfaat

Penelitian ini diharapkan dapat meningkatkan nilai tambah dari limbah tongkol jagung yang keberadaannya melimpah di Indonesia. Penelitian ini juga diharapkan dapat memberikan informasi bagi penelitian selanjutnya tentang pengembangan pembuatan nanoselulosa dari tongkol jagung.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jagung

Jagung merupakan salah satu bahan makanan pokok yang paling banyak dikonsumsi oleh masyarakat Indonesia. Banyak daerah berbudaya di Indonesia yang mengkonsumsi jagung, antara lain Madura, Jawa Timur, Yogyakarta, Sulawesi Selatan, Maluku Utara, Nusa Tenggara Timur (Richana dan Suarni, 2004). Produksi jagung di Indonesia pada tahun 2016 sudah mencapai 23,19 juta ton. Pada tahun sebelumnya yaitu tahun 2015 produksi jagung masih 19.612.435 ton pipilan kering. Produksi jagung dari tahun ke tahun terus mengalami peningkatan, tercatat pada tahun 2012 hingga 2016 produksi jagung mengalami pertumbuhan sebesar 7,54%. Produksi jagung di Jawa Timur saja pada tahun 2015 sudah mencapai 6.131.163 ton. Produksi jagung pada tahun 2017 diproyeksikan sebesar 24,84 juta ton (Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian Kementerian Pertanian, 2016).

Taksonomi jagung dalam sistematika tumbuhan diklasifikasikan sebagai berikut:

Kingdom	: <i>Plantae</i>
Division	: <i>Spermatophyta</i>
Subdivision	: <i>Agiospermae</i>
Kelas	: <i>Monocotyledoneae</i>
Ordo	: <i>Poales</i>
Family	: <i>Poaceae (Graminae)</i>
Genus	: <i>Zea</i>
Spesies	: <i>Zea Mays L</i>

(Iriany *et al.*, 2007).

Kebutuhan jagung yang cukup tinggi menyebabkan limbah yang dihasilkan dari industri pangan dan pakan berbahan baku jagung juga semakin bertambah. Limbah merupakan hasil dari aktivitas manusia atau proses-proses alam yang tidak dipergunakan kembali sehingga mempunyai nilai ekonomi sangat

rendah. Bagian jagung yang diambil oleh kebanyakan masyarakat yaitu dagingnya padahal jagung memiliki bagian lain seperti tongkol jagung dan daun yang dapat dimanfaatkan. Tongkol jagung merupakan limbah pertanian di Indonesia yang keberadaannya sangat melimpah sehingga memiliki potensi tinggi untuk dimanfaatkan kembali menjadi produk baru bernilai ekonomi tinggi. Limbah-limbah pertanian tersebut tergolong kedalam limbah lignoselulosa. Limbah lignoselulosa adalah limbah yang mengandung selulosa, hemiselulosa dan lignin. Tanaman jagung termasuk jenis tanaman pangan yang diketahui banyak mengandung serat kasar yang terdiri dari senyawa kompleks selulosa, hemiselulosa dan lignin. Selulosa merupakan serat yang memiliki banyak manfaat dimana selulosa banyak ditemukan pada jagung yaitu pada bagian tongkol jagung. Tongkol jagung merupakan limbah sehingga seharusnya dapat dimanfaatkan dengan maksimal (Richana dan Suarni, 2004).

Limbah dari tongkol jagung ternyata dapat dimanfaatkan dalam berbagai bidang nanoteknologi diantaranya bidang pertanian, pengolahan pangan, dan suplemen. Dalam bidang pertanian, tongkol jagung yang telah diisolasi nanoselulosanya dapat dimanfaatkan sebagai molekul tunggal pendeteksi untuk menentukan interaksi enzim dan substrat, nanokapsul untuk mengirimkan pestisida, pupuk, dan bahan lainnya agar lebih efisien. Pemanfaatannya juga sebagai *nanohips* untuk identitas pelestarian dan nanosensor untuk deteksi hewan dan tanaman patogen, nanokapsul untuk mengirimkan vaksin, nanopartikel untuk mengirimkan DNA ke tanaman (target rekayasa genetika) (Winarno dan Fernandez, 2010).

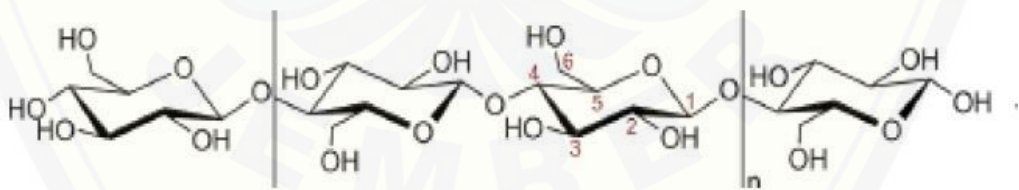
2.2 Selulosa

Selulosa adalah polimer utama di permukaan bumi sehingga menempati kedudukan penting dalam perkembangan ekonomi dunia. Selulosa yang murni memiliki peluang yang sangat besar dalam berbagai bidang. Dengan ilmu pengetahuan yang saat ini sudah mulai berkembang pesat, tidak menutup kemungkinan bahwa di masa yang akan datang selulosa sangat dibutuhkan sebagai bahan baku industri makanan modern, industri kesehatan, dan sektor

industri lainnya termasuk industri material maju. Sumber utama dari selulosa yaitu tanaman. Selulosa yang berasal dari tanaman masih berikatan dengan lignin dalam bentuk lignonoselulosa. Selain itu selulosa juga masih diselubungi oleh hemiselulosa. Untuk itu perlu proses isolasi untuk mendapatkan selulosa yang murni (Sukara dan Meliawati, 2014).

2.2.1 Struktur Selulosa

Selulosa merupakan biopolimer alami dari monomer-monomer glukosa yang menjadi komponen utama biomassa tumbuhan dan keberadaannya melimpah di muka bumi. Selulosa merupakan homo-polisakarida linear dengan rumus kimia $(C_6H_{10}O_5)_n$ dimana n merupakan Derajat Polimerisasi (DP) dari selulosa. Nilai derajat polimerisasi dari selulosa yang berada di kayu sebesar 10.000 sedangkan selulosa bakteri memiliki DP sekitar 8000. Selulosa tersusun atas unit-unit D-anhidroglukopiranososa yang saling terikat dengan ikatan β -1,4-glikosida. Satu unit D-anhidroglukopiranososa dari selulosa memiliki tiga gugus hidroksi. Gugus hidroksi tersebut menunjukkan adanya gugus alkohol dengan posisi yang tidak sama. Gugus hidroksi pada C2 dan C3 dengan posisi alkohol sekunder sedangkan gugus hidroksi C6 dengan posisi alkohol primer. Gugus hidroksi pada posisi primer, yaitu pada C6 merupakan yang paling reaktif sehingga memungkinkan untuk dilakukan modifikasi kimia (Börjesson dan Westman, 2015). Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.1,



Gambar 2.1 Struktur selulosa (Sumber: Börjesson dan Westman, 2015)

Selulosa merupakan komponen terbesar penyusun suatu tumbuhan yang berfungsi sebagai unsur penyusun dinding sel. Selulosa banyak ditemukan pada tanaman-tanaman berserat seperti kapas dan kayu. Kapas merupakan tanaman dengan kandungan selulosa tertinggi, yaitu sekitar 90%. Suatu tumbuhan juga mengandung polisakarida jenis lainnya seperti hemiselulosa dan lignin. Selulosa

dalam suatu tumbuhan biasanya berasosiasi dengan hemiselulosa dan lignin untuk membentuk kerangka utama struktur tumbuhan. Oleh sebab itu, untuk pemurnian selulosa perlu dilakukan penghapusan hemiselulosa dan lignin (Zugenmaier *et al.*, 2008). Komposisi kimia dari tongkol jagung sebagai sumber selulosa ditunjukkan dalam Tabel 2.1,

Tabel 2.1 Komposisi Kimia dari Tongkol Jagung Sebagai Sumber Selulosa

Komposisi	Kandungan (%)	
	Sebelum Diisolasi	Setelah Diisolasi
Selulosa	31,2 ± 3,1	65,5 ± 4,2
Hemiselulosa	43,10 ± 4,0	25,3 ± 4,0
Lignin	16,50 ± 2,0	3,40 ± 1,33
Ash	2,00 ± 0,26	1,30 ± 0,11

Sumber: Aguiar, 2010

2.2.2 Sifat Fisika-Kimia Selulosa

Selulosa yang didapat dari sumber berbeda akan memiliki panjang rantai polimer yang berbeda pula. Perbedaan panjang rantai polimer akan menunjukkan nilai derajat polimerisasinya yang berbeda. Nilai derajat polimerisasi tidak hanya ditentukan dari panjang rantai polimer tetapi juga dipengaruhi oleh metode dan proses isolasi. Reaktivitas dari selulosa dapat dilihat dari ketiga posisi gugus hidroksinya dalam anhidroglukopiranos. Gugus hidroksi dari selulosa berada dalam posisi primer dan posisi sekunder. Gugus hidroksi yang berada pada daerah amorf lebih reaktif sehingga sangat mudah bereaksi. Gugus hidroksi juga menentukan kelarutan dari selulosa. Adanya gugus hidroksil menyebabkan selulosa tidak dapat larut dalam pelarut organik umum dan air karena akan membentuk ikatan hidrogen intra dan antarmolekul. Selulosa dapat larut apabila jaringan ikatan hidrogen diputus. Selulosa mengandung monomer-monomer glukosa melalui ikatan β -glikosidik yang mudah putus dengan adanya asam. Selulosa bersifat semi-fleksibel, kaku, memiliki viskositas yang tinggi dalam larutan, dan kemampuan untuk membentuk helai fibrik. Selulosa bersifat kaku karena strukturnya membentuk ikatan hidrogen intramolekul dan berikatan pada

β -glukosida serta konformasi kursi dari cincin D-anhidropiranos (Granström, 2009).

Selulosa memiliki nilai kristalin indeks yang tinggi serta elastis. Sifat selulosa yang aman sehingga polisakarida ini banyak digunakan diberbagai bidang industri. Industri yang paling banyak memanfaatkan selulosa yaitu industri tekstil, kertas, pembuatan alat kesehatan dan kosmetik. Industri yang bergerak dibidang kesehatan banyak memanfaatkan selulosa sebagai bahan penyerap pada popok dan pembalut serta digunakan dalam biosensor untuk menguji kadar gula darah. Selulosa pada biosensor tersebut difungsikan sebagai membran tambahan untuk melindungi glukosa oksidasi terimobilisasi. Hal tersebut karena selulosa bersifat elastis, memiliki kekuatan tarik yang tinggi dan permeabel terhadap cairan dan udara (Bielecki, 2005).

Derajat polimerisasi dapat digunakan untuk menentukan kelarutan selulosa. Berdasarkan derajat polimerisasi dan kelarutannya dalam natrium hidroksida, selulosa dibagi menjadi tiga jenis, yaitu selulosa α , selulosa β , dan selulosa γ . Selulosa α memiliki derajat polimerisasi sebesar 600-1500 sehingga apabila diproses menggunakan larutan NaOH 17,5% (basa kuat) tidak akan larut. Kandungan selulosa α paling banyak dibanding dengan selulosa β dan selulosa γ , yaitu >92%. Kandungannya yang sangat besar maka selulosa α memiliki tingkat kemurnian yang paling tinggi dan digunakan pada penentuan tingkat kemurnian dari selulosa. Sehingga selulosa α banyak digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan propelan dan atau bahan peledak. Selulosa β memiliki derajat polimerisasi sebesar 15-90 sehingga dapat larut dalam larutan NaOH 17,5%. Selulosa β juga disebut sebagai selulosa α yang terdegradasi. Selulosa γ memiliki derajat polimerisasi paling kecil yaitu kurang dari 15 sehingga sudah dipastikan dapat larut dalam larutan NaOH 17,5% . Selulosa yang tergolong dalam selulosa γ merupakan hemiselulosa. Hemiselulosa memiliki struktur yang bersifat amorf dan bercabang sehingga mudah larut dalam larutan basa (Sjostrom, 1995).

2.3 Nanoselulosa

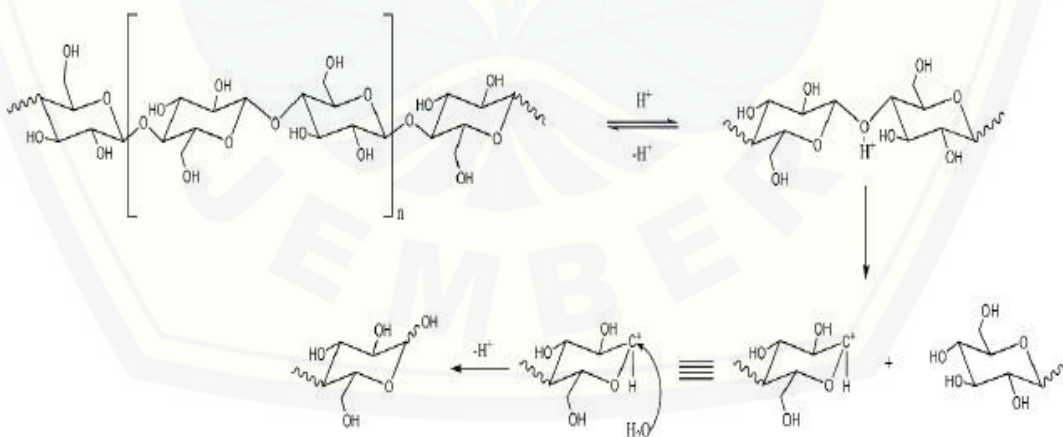
Nanoselulosa merupakan suatu selulosa dengan ukuran nano. Hal tersebut ditandai dengan adanya peningkatan kemampuan dispersi serta biodegradasi dan peningkatan kristalinitas, aspek rasio dan luas permukaannya. Dengan kemampuan dari nanoselulosa tersebut, maka partikel dari nanoselulosa dimanfaatkan sebagai *filler* penguat dari suatu polimer. Nanoselulosa juga dimanfaatkan sebagai aditif untuk produk-produk *biodegradable*, penguat membran, media pembawa obat serta implan, dan sebagai pengental untuk dispersi (Ioelovich, 2012). Nanoselulosa memiliki ukuran kurang dari 100 nm (Biao *et al.*, 2011). Namun Mohanraj dan Chen (2006) mendefinisikan bahwa nanopartikel merupakan partikel terdispersi yang memiliki ukuran kurang dari 1000 nm.

Nanoselulosa merupakan suatu material yang dapat diaplikasikan dalam beberapa bidang aplikasi yang berbeda. Nanoselulosa banyak diaplikasikan dalam bidang kimia dan farmasi. Nanoselulosa telah diteliti dan dilakukan berbagai modifikasi untuk difungsikan sebagai nanomaterial yang berkaitan dengan fisika, kimia, dan biologi. Modifikasi kimia sederhana dalam permukaan selulosa menyebabkan nanoselulosa tersebut mengalami dispersibilitas dalam pelarut yang berbeda. Selulosa yang didapat dari proses isolasi kemudian dihidrolisis untuk memperoleh nanoselulosa dengan metode asam menggunakan asam kuat (Habibi *et al.*, 2010).

Sifat fisik dari nanoselulosa diantaranya yaitu memiliki nilai kekuatan tarik yang tinggi yaitu 7,5 Gpa, koefisien ekspansi termal rendah sebesar 1 ppm.K^{-1} , nilai stabilitas termal yang sampai dengan 300°C , nilai rasio aspek tinggi dengan kisaran sebesar 10-100, dan nilai densitas rendah sebesar $1,6 \text{ g.cm}^{-3}$. Nanokristal dapat diperoleh dari serat asli hasil dari hidrolisis asam. Hasil dari proses hidrolisis asam berupa nanopartikel yang sangat kristal dan bertekstur kaku. Sifatnya yang kaku sehingga disebut dengan *nanowhiskers*. Nanopartikel yang dihasilkan memiliki ukuran yang lebih pendek, yaitu berkisar antara 100 sampai 1000 nanometer. Nanopartikel yang didapat dari proses hidrolisis asam selanjutnya dikenal sebagai selulosa nanokristalin (Nugroho, 2016).

Selulosa dapat didegradasi menjadi nanoselulosa dengan menggunakan beberapa metode, diantaranya metode kimia, mekanik dan enzimatik. Preparasi nanoselulosa dengan menggunakan metode kimia dapat dilakukan dengan menggunakan metode asam, metode organosolv, metode pelarut alkali, metode oksidasi 2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oksil (TEMPO), dan metode cairan ionik. Metode yang umum digunakan yaitu metode asam dengan hidrolisis menggunakan asam kuat. Metode hidrolisis asam sering digunakan karena mampu memecah ikatan β -1,4 glikosidik pada daerah amorf selulosa dengan energi yang dibutuhkan sangat rendah (Lee *et al.*, 2014).

Serat selulosa memiliki struktur yang tidak seragam dimana terdapat daerah yang tidak teratur yaitu daerah amorf dan daerah teratur yaitu daerah kristalin. Hal tersebut yang menyebabkan selulosa memiliki struktur yang bersifat semikristalin. Daerah yang dibutuhkan dalam proses isolasi yaitu daerah kristalin sehingga perlu pemisahan dari daerah amorf. Metode yang umum digunakan yaitu hidrolisis asam menggunakan asam kuat. Hal tersebut dikarenakan asam kuat mampu memotong daerah amorf dari rantai selulosa sehingga didapat daerah kristalin yang lebih banyak (Effendi *et al.*, 2015). Mekanisme hidrolisis asam untuk menghilangkan bagian amorf dari selulosa dapat dilihat pada Gambar 2.2,



Gambar 2.2 Mekanisme hidrolisis asam (Sumber: Yue *et al.*, 2007)

Selulosa terdiri dari daerah amorf dan daerah kristalin. Daerah amorf pada selulosa memiliki nilai densitas yang kecil dibandingkan dengan daerah kristalin. Perbedaan densitas tersebut menyebabkan daerah amorf akan terputus dengan

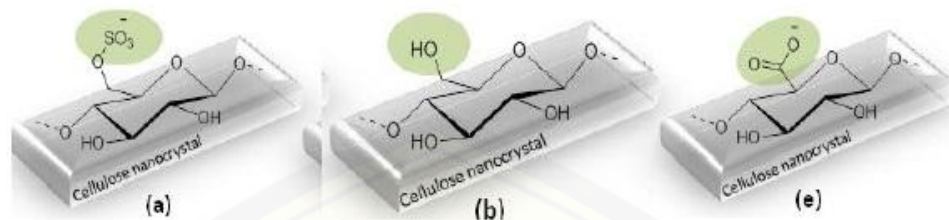
daerah kristalin ketika diberi perlakuan dengan asam keras. Hidrolisis asam merupakan proses yang awal dalam produksi nanokristal selulosa. Nanokristal selulosa yang dihasilkan dari proses hidrolisis asam menggunakan asam yang berbeda akan memiliki sifat yang berbeda pula. Selain itu, ada beberapa faktor lain yang menyebabkan perbedaan sifat nanokristal selulosa diantaranya yaitu sumber selulosa, waktu reaksi, dan suhu yang digunakan (Liu *et al.*, 2016).

Asam yang sering digunakan dalam memproduksi nanokristal selulosa yaitu asam sulfat dan asam klorida. Nanokristal selulosa dari kedua asam tersebut menunjukkan hasil yang berbeda dalam uji kelarutan dalam air. Hidrolisis menggunakan asam sulfat menunjukkan nanokristal selulosa dapat terdispersi dengan mudah dalam air sedangkan untuk nanokristal selulosa hasil hidrolisis dengan asam klorida tidak terdispersi dengan mudah dalam air dan membentuk suspensi larutan yang cenderung terflokulasi (Liu *et al.*, 2016).

Jenis asam kuat yang berbeda pada proses hidrolisis asam akan menghasilkan nanoselulosa yang sifatnya berbeda pula. Asam yang digunakan pada proses hidrolisis dalam isolasi nanoselulosa akan berpengaruh terhadap gugus muatan pada permukaan selulosa nanokristal yang dihasilkan. Hidrolisis selulosa biasanya menggunakan asam kuat seperti asam sulfat dan asam klorida. Hidrolisis selulosa menggunakan asam sulfat akan menghasilkan gugus yang bermuatan sulfat, (OSO_3^-) pada permukaan dari nanokristal yang dihasilkan (Börjesson dan Westman, 2015).

Proses hidrolisis yang menggunakan asam klorida akan mempertahankan struktur selulosa. Suhu juga sangat menentukan struktur nanoselulosa yang dihasilkan. Kondisi suhu tertentu pada proses hidrolisis menggunakan asam klorida dapat memungkinkan terbentuknya sedikit gugus karboksil (COO^-) pada permukaannya. Hal tersebut dikarenakan pada suhu tertentu akan terjadi proses oksidasi selama hidrolisis sedang berlangsung. Proses hidrolisis menggunakan asam klorida yang diikuti dengan adanya oksidasi pada saat hidrolisis akan menghasilkan gugus karboksil yang memiliki jumlah muatan sekitar 2 mmol.Kg^{-1} (Kalashnikova *et al.*, 2013). Perbedaan permukaan selulosa nanokristal yang

dihasilkan dari hidrolisis asam dengan tipe asam yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 2.3,



Gambar 2.3 Nanoselulosa dihasilkan dari hidrolisis asam menggunakan jenis asam yang berbeda (a) hasil hidrolisis asam sulfat; (b) hasil hidrolisis asam klorida; (c) hasil hidrolisis asam klorida dengan adanya oksidasi (Sumber: Börjesson dan Westman, 2015).

Penelitian mengenai isolasi nanoselulosa sebagian besar menggunakan hidrolisis dengan asam sulfat untuk menghasilkan selulosa nanokristal. Menurut Nor *et al.* (2014) yang telah melakukan preparasi nanoselulosa dengan metode asam menggunakan H_2SO_4 65% selama 45 menit pada 45°C menghasilkan nanoselulosa dengan diameter 100-150 nm. Selain menggunakan hidrolisis dengan asam sulfat, selulosa nanokristal juga dapat dihasilkan dari proses oksidasi dengan menggunakan amonium persulfat. Permukaan selulosa yang dihasilkan dari oksidasi ini mengandung gugus muatan karboksilat. Metode oksidasi juga bisa dilakukan menggunakan senyawa lain, seperti 2,2,6,6-tetrametilpiperidin-1-oksil (TEMPO). Hasil oksidasi ini merupakan selulosa nanokristal yang stabil dalam suspensi. Hal tersebut dikarenakan pada permukaan selulosa nanokristal mengandung gugus muatan karboksilat. Derajat oksidasi dari TEMPO sangat mempengaruhi derajat kristalinitas selulosa yang dihasilkan pada proses oksidasi. Keuntungan dari metode oksidasi selulosa tanpa adanya perlakuan asam yaitu berhasil menurunkan ukuran fibril-fibril pada selulosa. Kekurangan dari metode oksidasi asam yaitu tidak dapat menghilangkan daerah amorf. Kekurangan tersebut dapat diatasi dengan mengkombinasikan metode oksidasi dengan metode lain seperti metode hidrolisis asam (Reiniati *et al.*, 2016).

Metode oksidasi juga dapat dilakukan dengan mengkombinasikannya dengan metode pelarut alkali. Metode pelarut alkali bisa diimplementasikan setelah perlakuan dengan metode hidrolisis asam. Metode ini umumnya

menggunakan NaOH sebagai pelarutnya dan menghasilkan nanoselulosa yang memiliki derajat polimerisasi dengan rentang nilai 290 sampai 405. Metode alkali ini difungsikan untuk menghilangkan hemiselulosa dari material lignoselulosa. Metode oksidasi biasanya difungsikan untuk meningkatkan kinerja dari pelarut alkali. Proses yang terjadi pada perlakuan $\text{pH} > 12$ yaitu reduksi radikal super ($-\text{O}_2^*$) oleh pelarut. Akibatnya cincin aromatik dari lignin dan sebagian dari polimer hemiselulosa akan terserang dan berubah menjadi senyawa dengan gugus asam karboksilat (Sanches *et al.*, 2011).

Nanoselulosa yang diperoleh dengan metode asam tidak hanya dipengaruhi oleh jenis asam kuat yang digunakan tetapi juga dipengaruhi oleh waktu hidrolisis dan konsentrasi dari asam yang digunakan. Proses hidrolisis yang menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi tinggi akan menyebabkan jumlah gugus bermuatan pada nanoselulosa menjadi semakin banyak. Konsentrasi dari asam sulfat harus diperhitungkan karena jika konsentrasinya terlalu besar maka dapat menurunkan kekristalannya. Pengaruh konsentrasi asam sulfat, temperatur dan waktu hidrolisis telah diteliti untuk mempelajari proses yang optimal dalam isolasi nanoselulosa (Ioelovich, 2012).

Penelitian mengenai preparasi nanoselulosa telah banyak dilakukan dengan menggunakan sumber selulosa mikrokristalin (MCC). Penelitian tersebut menggunakan variasi konsentrasi asam sulfat yaitu 50% sampai 67%, variasi suhu 40°C sampai 60°C dan variasi waktu hidrolisis 30 menit hingga 3 jam. Hasil optimum didapat dengan perlakuan konsentasi asam sulfat 57% b/b sampai 60%, suhu 45°C sampai 55°C , dan waktu hidrolisis 40 menit sampai 60 menit. Kombinasi dengan ultrasonikasi maka didapat nanoselulosa dengan ukuran $150\text{-}200 \times 10\text{-}20$ nm dan randemennya tinggi yaitu 70-75%. Konsentrasi asam sulfat yang mencapai 63% akan menyebabkan sampel selulosa yang ditambahkan larut dan memiliki randemen rendah sekitar 30-40%. Konsentrasi yang lebih besar dari 63% akan membuat nanoselulosa yang dihasilkan bersifat amorf dengan modulus Young 0,5-0,7 Gpa (Ioelovich, 2012).

Proses hidrolisis menggunakan asam sulfat dengan konsentrasi 60% dalam beberapa menit menghasilkan suspensi berwarna hitam. Hal tersebut menandakan

terjadinya dehidrasi dan karbonisasi selulosa. Sifat asam sulfat sebagai oksidator kuat akan menyebabkan reaksinya dengan air sangat kuat dan menimbulkan panas yang tinggi. Asam sulfat dengan konsentrasi tinggi apabila direaksikan dengan selulosa akan mengusir atom oksigen dan hidrogen dari senyawa tersebut karena afinitas asam sulfat yang tinggi. Selulosa terbakar menjadi karbon yang ditandai dengan berubahnya warna suspensi menjadi hitam pekat serta serbuk yang dihasilkan berwarna hitam yang merupakan warna khas dari karbon (Pratama, 2016).

Penelitian mengenai pembuatan nanoselulosa memang sudah banyak dilakukan menggunakan selulosa komersil (MCC) seperti oleh Ioelovich (2012). Namun nanoselulosa dari sumber yang berbeda akan menunjukkan sifat-sifat yang berbeda pula. Salah satu sumber nanoselulosa yaitu tongkol jagung. Penelitian mengenai pembuatan nanoselulosa dari tongkol jagung juga pernah dilakukan oleh Silverio *et al.* (2013) dengan optimalisasi waktu hidrolisis. Proses hidrolisis menggunakan asam sulfat 9,17 M (48,84%) pada suhu 45°C. Variasi waktu hidrolisis dilakukan selama 30 menit, 60 menit, dan 90 menit. Perlakuan hidrolisis asam juga dikombinasikan dengan ultrasonikasi. Kristal yang didapat dengan hidrolisis selama 60 menit memberikan hasil terbaik dengan ukuran $4,15 \pm 1,08$ nm. Hidrolisis selama 90 menit menghasilkan nanoselulosa dengan ukuran $4,03 \pm 1,07$ nm. Ukuran nanoselulosa dari hidrolisis selama 90 menit menunjukkan ukuran yang lebih kecil dibanding dengan hidrolisis selama 60 menit namun kristal yang dihasilkan banyak yang mengalami kerusakan. Waktu hidrolisis yang terlalu lama dapat menurunkan dimensi dan aspek rasio (L/D) dari nanoselulosa yang dihasilkan.

Liu *et al.* (2016) telah melakukan penelitian menggunakan tongkol jagung sebagai sumber selulosa. Dalam penelitiannya, dilakukan proses isolasi selulosa dari tongkol jagung hingga didapat nanoselulosa dengan menggunakan berbagai metode, salah satunya yaitu metode hidrolisis asam yang dikombinasikan dengan ultrasonikasi. Konsentrasi H₂SO₄ yang digunakan juga tinggi yaitu 64%. Proses hidrolisis dilakukan selama 60 menit pada suhu 45°C. Hasil analisis menggunakan

SEM menunjukkan bahwa nanoselulosa yang diperoleh memiliki diameter sekitar 60 nm hingga 330 nm.

Penggunaan metode asam tanpa adanya penggabungan dengan metode mekanik seperti ultrasonikasi akan menghasilkan ukuran partikel lebih dari 100 nm dan dengan range yang besar. Hal tersebut dikarenakan penggunaan metode asam akan menghasilkan nanopartikel yang cenderung beragregat. Untuk memecah agregat atau memisahkan nanopartikel perlu dilakukan ultrasonikasi yang diterapkan dalam bentuk suspensi (Hee *et al.*, 2013). Menurut Sulistiyowati (2017) menyatakan bahwa proses sonikasi menggunakan daya 250 Watt selama 15 menit masih kurang mampu memecah agregat sehingga perlu dilakukan penambahan waktu sonikasi.

Metode mekanik dilakukan dengan ultrasonikasi dan homogenasi dengan tekanan tinggi untuk memperoleh nanoselulosa. Metode Mekanik yang umum dilakukan yaitu ultrasonikasi. Ultrasonikasi merupakan proses yang sangat efektif dalam isolasi partikel yang berukuran nano. Ultrasonikasi dilakukan dengan pemberian gelombang ultrasonik pada suatu materi. Gelombang ultrasonik merupakan sebuah rambatan energi dan momentum mekanik. Oleh karenanya suatu ultrasonikasi membutuhkan medium untuk merambat. Medium yang dapat digunakan untuk proses ultrasonikasi dapat berupa padat, gas, maupun cair (Safitri, 2012). Fenomena yang terjadi pada proses ultrasonikasi yaitu kavitasi akustik. Kavitasi akustik merupakan proses pembentukan, pertumbuhan dan meledaknya suatu gelembung yang terdapat dalam cairan dengan energi sebesar 10-100 Kj.mol^{-1} . Efek yang ditimbulkan yaitu selulosa akan dipecah dari ukuran mikro menjadi berukuran nano (Rosazley *et al.*, 2016).

Ultrasonikasi juga dipengaruhi oleh daya yang digunakan. Daya ultrasonikasi yang tinggi akan meningkatkan energi untuk memecah gelombang kavitasi sehingga mampu memutus ikatan glikosidik dan ikatan hidrogen pada selulosa. Daya ultrasonikasi yang rendah hanya mampu memutus daerah amorf pada selulosa (Rosazley *et al.*, 2016). Ultrasonikasi juga dipengaruhi oleh waktu. Waktu ultrasonikasi yang semakin lama akan menghasilkan nanoselulosa dengan ukuran yang semakin kecil. Hal tersebut menyebabkan kekristalannya menurun

(Li *et al.*, 2012). Faktor lain yang mempengaruhi ukuran nanoselulosa pada proses ultrasonikasi yaitu suhu. Penggunaan suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan terjadinya desulfatasi dari gugus sulfat pada selulosa. Untuk menghindari hal tersebut maka proses ultrasonikasi dilakukan di dalam *icebath* (Lee *et al.*, 2014).

Ultrasonikasi untuk isolasi nanoselulosa dilakukan menggunakan daya sebesar 1500W. Perlakuan dengan ultrasonikasi akan menghasilkan nanoselulosa dengan ukuran berkisar 50-250 x 10-20 nm. Ukuran dari nanoselulosa yang dihasilkan akan berbanding terbalik dengan waktu ultrasonikasi. Penambahan durasi waktu dalam ultrasonikasi akan mengurangi atau memperkecil ukuran dari nanoselulosa yang dihasilkan. Namun, ukuran nanoselulosa yang semakin kecil akan menyebabkan penurunan kekristalan dari nanoselulosa karena ikatan hidrogen dalam nanoselulosa juga akan semakin sedikit (Li *et al.*, 2012).

Metode mekanik ini tentunya juga memiliki kekurangan dan kelebihan. Kekurangan dari metode mekanik seperti biaya produksi yang tinggi dalam penggunaan alat dan bahan dan metode ini juga kurang efisien karena membutuhkan energi yang lebih besar dibanding dengan penggunaan metode kimia (Liu *et al.*, 2016). Kelebihan dari proses ultrasonikasi dapat dilihat dari nanoselulosa yang didapat. Nanoselulosa yang didapat tidak mengalami perubahan yang secara signifikan pada struktur kimia, partikel, dan senyawa-senyawa dari bahan yang digunakan (Williams, 1983). Oleh karenanya, penelitian mengenai isolasi nanoselulosa biasanya dilakukan dengan menggabungkan metode kimia secara hidrolisis asam dan ultrasonikasi. Isolasi nanoselulosa dengan perlakuan asam yang dilanjutkan dengan ultrasonikasi pada 2 kGz selama 30 menit menghasilkan nanoselulosa dengan ukuran 10-40 nm (Barbash *et al.*, 2017).

Metode isolasi nanoselulosa secara biologis dapat dilakukan menggunakan cara enzimatik dengan mikroorganisme. Metode enzimatik dilakukan dengan pemotongan yang spesifik di bagian amorf dari suatu rantai selulosa sehingga nanoselulosanya dapat diisolasi (George *et al.*, 2011). Enzim yang digunakan dalam metode enzimatik yaitu enzim *Trichoderma reesei*. Enzim ini digunakan untuk mengurangi ukuran dari mikrokristalin selulosa (MCC). Penggunaan enzim

ini akan menghasilkan selulosa dengan ukuran 313.0 ± 49.6 nm dan 1209 ± 155.8 nm (Nadanathangam *et al.*, 2011).

2.4 Karakterisasi Nanoselulosa

2.4.1 Titrasi Konduktometri

Titration konduktometri merupakan metode analisa kuantitatif yang didasarkan pada perbedaan harga konduktansi masing-masing ion. Proses konduktometri memerlukan suatu sel konduktometrinya, yaitu alat ukur tahanan sel. Titrasi konduktometri digunakan untuk menentukan daya hantar larutan sampel setelah ditambahkan titran. Dasar pengukuran dari metode titrasi yaitu perbedaan antara konduktansi sebelum dan sesudah penambahan reagen yang cukup besar. Titrasi konduktometri memiliki merupakan titrasi yang berbeda dengan titrasi pada umumnya karena tidak memerlukan adanya suatu indikator, karena yang diukur hanya daya hantar larutan. Sehingga di dalam titrasi konduktometri ini titik ekuivalen tidak didapat dari pengamatan adanya perubahan warna (Sukardjo, 1989). Titrasi konduktometri memiliki kelebihan dalam hal membedakan gugus asam kuat dan asam lemah (Beck *et al.*, 2014). Titrasi konduktometri juga memiliki beberapa kekurangan, diantaranya yaitu kekurangan dalam analisis pada larutan yang memiliki konsentrasi ionik terlalu tinggi, hanya terbatas untuk larutan yang tergolong ke dalam larutan elektrolit saja sedangkan untuk larutan yang tergolong ke dalam non elektrolit tidak dapat diukur daya hantarnya menggunakan titrasi konduktometri (Sukardjo, 1989).

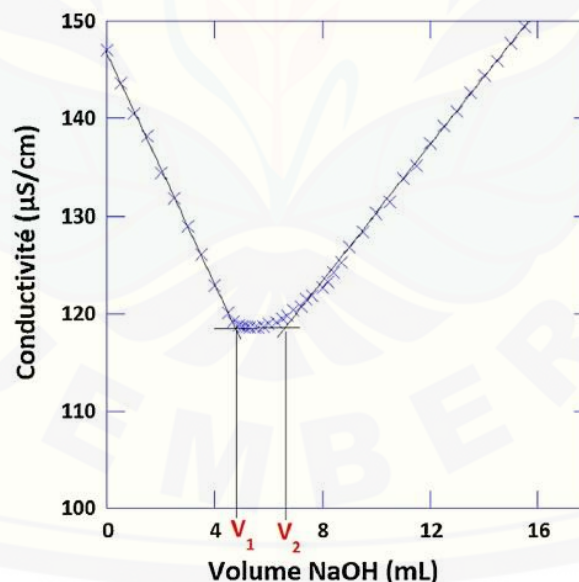
Titik ekuivalen pada titrasi konduktometri tidak diamati berdasarkan perubahan warna pada titran karena memang tidak menggunakan suatu larutan indikator warna. Titik ekivalen pada titrasi konduktometri dapat diketahui berdasarkan daya hantar larutan yang diukur, dimana apabila daya hantar sudah konstan maka titrasi sudah mencapai titik ekivalen. Titrasi konduktometri dapat dilakukan untuk menentukan kadar ion. Ion yang akan diukur kadarnya harus terlibat dalam reaksi kimia sehingga terjadi penggantian satu jenis ion dengan yang lain yang menunjukkan adanya perubahan konduktivitas (Romdhane *et al.*, 2014).

Titration konduktometri digunakan untuk menentukan jumlah gugus muatan pada suatu polimer. Proses hidrolisis selulosa menjadi nanoselulosa yang menggunakan asam sulfat akan menghasilkan gugus yang bermuatan sulfat, yaitu $-\text{OSO}_3^-$ pada permukaan dari nanokristal yang dihasilkan (Börjesson dan Westman, 2015). Sampel yang akan dianalisis menggunakan titration konduktometri harus dalam bentuk suspensinya. Suspensi nanoselulosa mengandung massa serbuk nano kristal sedangkan pelarut mengandung kekuatan ionik. Gugus yang mengandung sulfat dalam nanoselulosa dapat diidentifikasi menggunakan NaOH untuk melarutkan partikel asam (Abitbol dan Kloser, 2013).

Serat nanoselulosa dikonversikan dalam bentuk proton kemudian gugus asam akan menerima H^+ sebagai *counter-ion* dan kemudian dilakukan titration menggunakan natrium hidroksida. Gugus tiosulfat bereaksi dengan natrium hidroksida seperti persamaan 2.1,



Bentuk kurva titration konduktometri dapat dilihat pada Gambar 2.4,



Gambar 2.4 Kurva titration konduktometri (Sumber: Romdhane *et al.*, 2014)

Gambar 2.4 tersebut menunjukkan konduktivitas yang menurun ketika penambahan NaOH menetralkan kelompok asam kuat yang berada dalam larutan. Pada daerah V_1 dan V_2 memiliki nilai konduktivitas yang tetap karena merupakan netralisasi kelompok asam lemah oleh NaOH. Setelah itu konduktivitasnya akan

semakin meningkat karena merupakan akumulasi dari NaOH (Romdhane *et al.*, 2014).

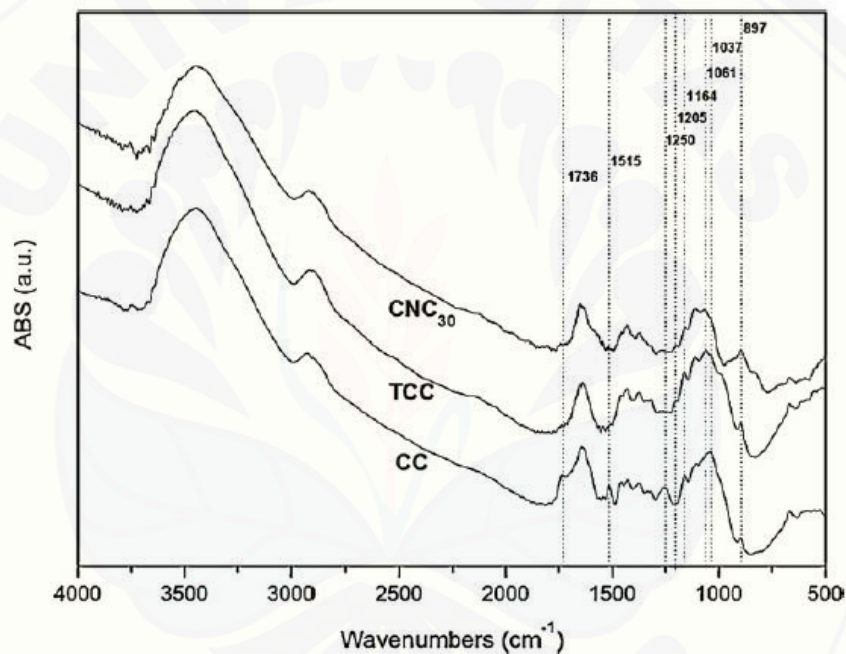
2.4.2 *Fourier Transmission Infra Red* (FTIR)

Spektroskopi Infra merah (IR) merupakan salah satu teknik identifikasi yang digunakan untuk analisis senyawa baik secara kuantitatif maupun secara kualitatif. Analisis kualitatif dilakukan dalam penentuan struktur polimer dan kopolimer sedangkan analisis kuantitatif ditentukan berdasarkan hukum Lambert Beer. Spektrum sidik jari FTIR menghasilkan suatu informasi data yang sangat kompleks sehingga dapat menggambarkan secara menyeluruh dari karakteristik suatu bahan. Perubahan yang terjadi pada posisi pita dan intensitasnya dalam spektrum FTIR akan berhubungan dengan perubahan komposisi kimia dalam suatu bahan (Skoog, 2004). Menurut Silverstein *et al.* (1984), keuntungan terbesar dari analisis menggunakan spektroskopi inframerah adalah bahwa hampir semua sampel dalam fasa apapun dapat dianalisis. Misalnya, cairan, larutan, pasta, bubuk, film, serat, dan gas.

Spektrofotometer *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) merupakan alat yang digunakan untuk menentukan gugus fungsional dalam suatu senyawa. Gugus fungsi dari suatu sampel diidentifikasi dengan membandingkan pita adsorpsi yang dihasilkan pada spektrum inframerah dengan data tabel pembanding. Spektrum yang dihasilkan dari analisis senyawa menggunakan spektrometri FTIR yaitu intensitas dan bilangan gelombang. Intensitas tersebut menunjukkan banyaknya senyawa yang diidentifikasi sedangkan bilangan gelombang menunjukkan gugus fungsi dari sampel (Silverstein *et al.*, 1984). Bilangan gelombang yang dihasilkan pada spektrum FTIR akan berbeda-beda berdasarkan pada gugus fungsinya. Gugus fungsi yang umumnya dapat dideteksi menggunakan FTIR diantaranya yaitu eter (C-O), hidroksil (-OH), keton (C=O), aldehid (-CHO), amina (-NH₂), dan hidrokarbon lainnya (Afrizal, 2008).

Spektrometri FTIR menggunakan radiasi elektromagnetik dengan rentang panjang gelombang 400-4000 cm⁻¹. FTIR merupakan suatu metode analisis yang mengamati interaksi antar atom-atom dalam molekul berdasarkan perubahan

vibrasi-vibrasi yang terbentuk pada saat sampel teradsorpsi dengan energi khusus dan dilewati oleh sinar inframerah (Ayyad, 2011). Intensitas absorpsi bergantung pada seberapa efektif energi foton inframerah dipindahkan ke molekul, yang dipengaruhi oleh perubahan momen dipol yang terjadi akibat vibrasi molekul (Tullinet al., 1999). Vibrasi tersebut menunjukkan keberadaan gugus fungsi dalam suatu molekul kimia yang akan menghasilkan suatu pita serapan pada bilangan gelombang tertentu. Besar kecilnya vibrasi molekul yang dianalisis bergantung pada kuatnya ikatan atom dalam molekul (Rahayu dan Rohaeti, 2014). Data spektrum FTIR tersebut dapat dilihat pada Gambar 2.5,



Gambar 2.5 Spektra FTIR untuk tongkol jagung (CC), selulosa tongkol jagung (TCC) dan nanoselulosa dari tongkol jagung hidrolisis 30 menit (CNC) (Sumber: Silverioet al., 2013)

Hasil spektrometri FTIR dari nanoselulosa yang didapat dari tongkol jagung di atas menunjukkan adanya pita serapan di daerah 1736 yang menunjukkan sinyal C=O *stretching* dari gugus karbonil dan asetil pada komponen xylan hemiselulosa dan pada lignin. Bilangan gelombang 1250 cm⁻¹ menunjukkan aksial asimetris dari =C-O-C yang umum diamati pada kelompok eter, ester dan fenol. Pada 1515 cm⁻¹ adalah indikasi dari adanya lignin dan dikaitkan dengan vibrasi dari aromatik. Puncak ini mengalami penurunan secara

signifikan karena adanya eliminasi lignin dari beberapa perlakuan kimia yang dilakukan. Pada 1205 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi dari S=O dari reaksi esterifikasi. Pada 1164 cm^{-1} menunjukkan *stretching* C-O-C asimetris dari hemiselulosa dan lignin. Data yang ditunjukkan pada bilangan gelombang 1061 dan 897 cm^{-1} menunjukkan adanya selulosa (Silverioet *al.*, 2013).

2.4.3 Particle Size Analyzer (PSA)

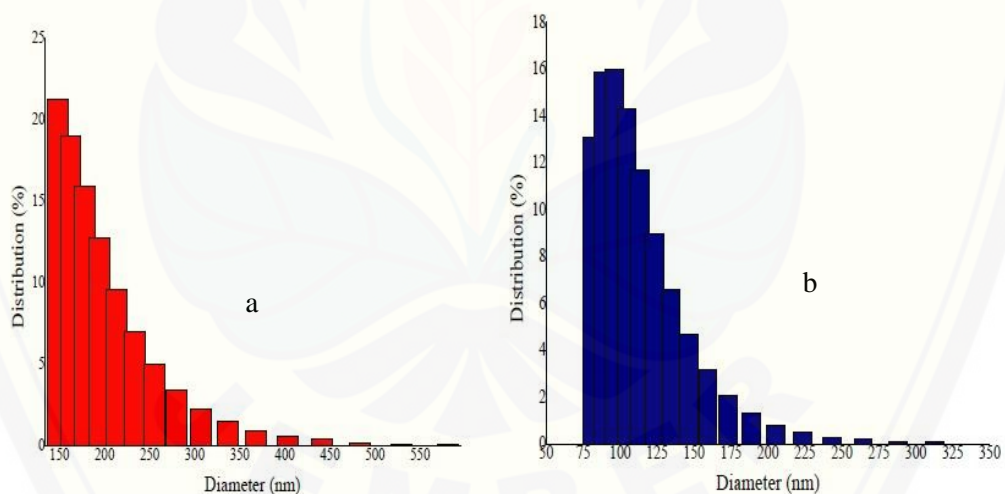
Particle Size Analyzer (PSA) merupakan suatu instrumentasi yang memiliki beberapa tipe dengan sistem karakterisasi partikel yang berbeda. Tipe dari PSA diantaranya yaitu *Laser Diffraction* (LA-960 dan LA-350), *Dynamic Light Scattering* (SZ-100), *Image Analysis* (CAMSIZER P4 dan CAMSIZER X2), dan ViewSizer® 3000. Tipe tersebut dapat digunakan berdasarkan aplikasi spesifik yang berdasarkan pada kisaran ukuran partikel yang dapat dianalisis. Instrumen yang umum digunakan yaitu *Laser Diffraction* karena teknologi ini berdasarkan difraksi laser dan hamburan cahaya yang dinamis (Horbia, 2017).

Pengukuran partikel dengan menggunakan PSA dilakukan dengan menggunakan metode basah. Metode basah menggunakan suatu media pendispersi yang digunakan untuk mendispersikan material uji. Sampel-sampel yang diukur menggunakan PSA berukuran nanometer dan cenderung memiliki aglomerasi yang tinggi. Oleh karenanya partikel akan didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak akan saling aglomerasi dan ukuran partikel yang terukur berupa ukuran dari *single particle*. Hasil pengukuran menggunakan PSA juga ditampilkan dalam bentuk distribusi, sehingga hasil dapat diasumsikan sudah menggambarkan keseluruhan kondisi sampel. Sampel yang akan dianalisis menggunakan PSA dimasukkan kedalam suspensi yang telah diinduksi oleh penambahan molekul pelarut. Hal ini menyebabkan partikel dari material akan bergerak bebas secara acak dan bersamaan dengan molekul pelarut yang didasarkan pada aturan gerak Brown. Ketika partikel yang bergerak ditembakkan cahaya maka kecepatan gerak partikel akan berfluktuasi, karena adanya intensitas cahaya yang dihamburkan oleh partikel tersebut. Kecepatan gerak ini bergantung pada besarnya ukuran partikel. Pada prinsip pengukuran yang dilakukan

menunjukkan bahwa partikel-partikel yang lebih kecil akan bergerak lebih cepat daripada partikel-partikel yang lebih besar (Skoog et al., 1992).

Pengukuran menggunakan instrumen PSA merupakan suatu pengukuran dengan tehnik yang canggih untuk mengukur ukuran dan bentuk dari sejumlah partikel yang cukup untuk menjamin keakuratan dari data statistik dengan hasil akhir. Analisis yang melakukan mikroskop manual cenderung menggambarkan bentuk partikel menggunakan bahasa seperti bulat, *blocky*, tajam, berserat, dll. Sehingga pengukuran menggunakan PSA dapat dianalogikan bahwa partikel yang terukur berbentuk bulat dan data yang didapat berupa diameter (Horbia, 2017).

Data yang didapat pada penentuan ukuran partikel menggunakan *Particle Size Analyzer* berupa grafik distribusi jumlah partikel dalam frekuensi terhadap ukuran yang dicatat. Penelitian dari Wulandari *et al.*(2016) mengenai isolasi nanoselulosa dengan karakterisasi menggunakan PSA dengan konsentrasi H_2SO_4 yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 2.6,



Gambar 2.6 Distribusi ukuran partikel menggunakan PSA (a) nanoselulosa A; (b) nanoselulosa B (Sumber: Wulandari *et al.*, 2016)

Nanoselulosa A merupakan nanoselulosa yang dihasilkan melalui proses hidrolisis asam menggunakan H_2SO_4 60% selama 5 menit pada suhu $40^{\circ}C$. Hasil pengukuran menggunakan PSA menunjukkan bahwa rata-rata diameter partikel yaitu 196,7 nm dengan distribusi maksimal pada 148,4 nm. Nanoselulosa B merupakan nanoselulosa yang dihasilkan melalui proses hidrolisis asam menggunakan H_2SO_4 50% selama 10 menit pada suhu $40^{\circ}C$. Hasil pengukuran

menggunakan PSA menunjukkan bahwa rata-rata diameter partikel yaitu 111 nm dengan distribusi maksimal pada 95,9 nm. Hasil tersebut menunjukkan bahwa diameter nanoselulosa A lebih besar dibanding dengan nanoselulosa B (Wulandari *et al.*, 2016).



BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Penelitian

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Kimia Fisik, dan Laboratorium Kimia Instrumentasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Laboratorium Instrumentasi Fakultas Farmasi dan Laboratorium *Center for Development of Advanced Science and Technology* (CDAST) Universitas Jember serta Laboratorium Fisika Bahan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Surabaya. Pelaksanaan penelitian pada bulan April 2018 sampai Agustus 2018.

3.2 Alat dan Bahan

3.2.1 Alat Penelitian

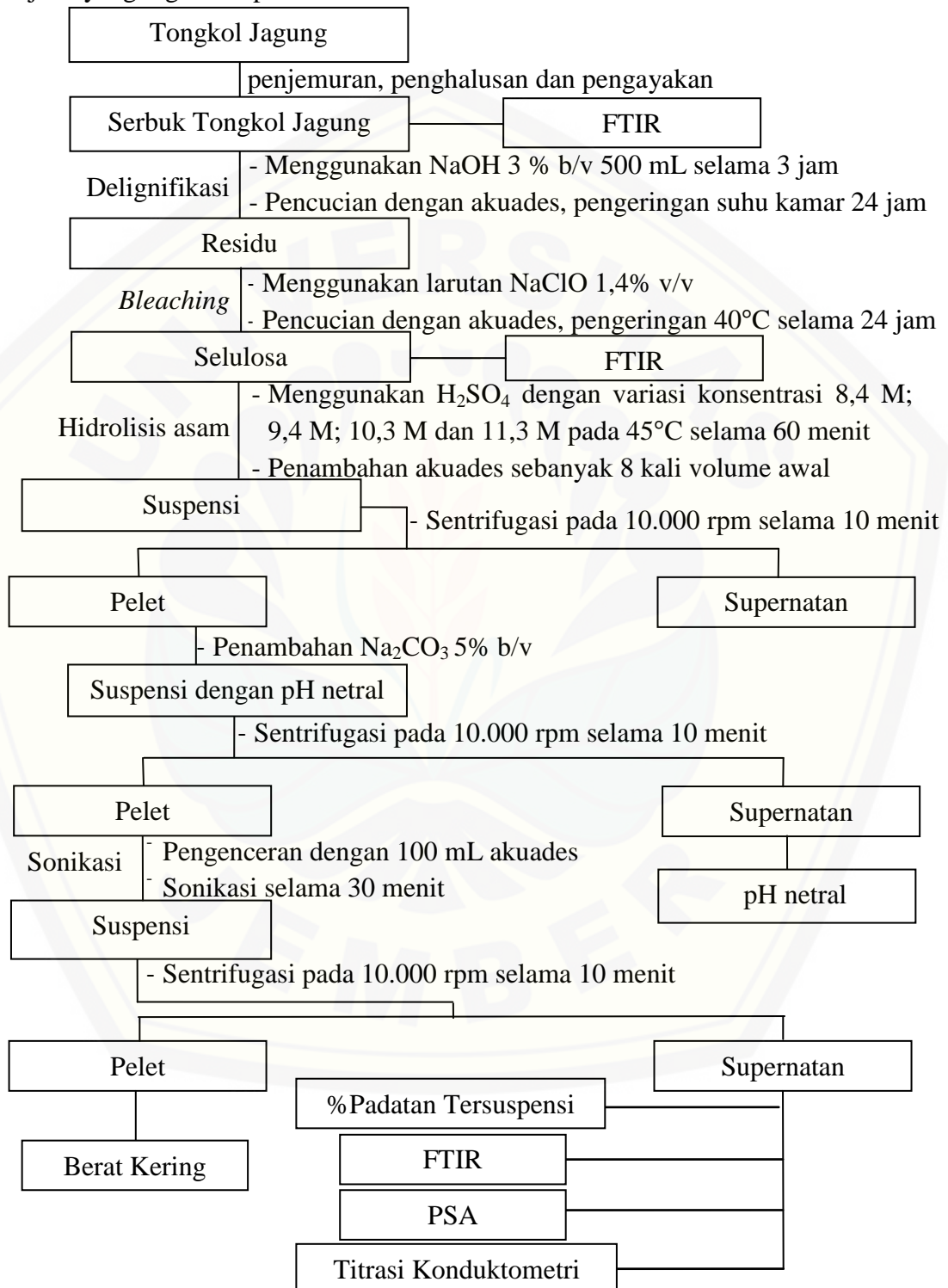
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu labu ukur, gelas kimia, gelas ukur, pipet mohr, erlenmeyer, labu leher tiga, ayakan 60 mesh, pipet volume, kaca arloji, neraca analitik digital, spatula, batang pengaduk, botol semprot, pipet tetes, *ball* pipet, blender, kondensor refluks, *stopwatch*, termometer, kertas saring, corong gelas, tabung gas nitrogen, *Hot Plate Stirrer*, oven, mortal dan alu, pipet mikro, pH indikator universal, pH meter, selang, statif, buret, sentrifuge dan tabungnya, penangas, sonikator, konduktometer, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR), dan *Particle Size Analyzer* (PSA).

3.2.2 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah tongkol jagung, akuades, asam sulfat (H_2SO_4) 97% b/b (ρ : 1,84 g/mL) (pa. Merck), sodium hidroksida (NaOH), sodium hipoklorit (NaClO) 11% (*technical grade*), Sodium bikarbonat (Na_2CO_3), sodium klorida (NaCl), hidrogen klorida (HCl) 37% b/b (ρ : 1,19 g/mL), asam oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$), indikator phenolphthalein ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$).

3.3 Diagram Alir Penelitian

Penelitian dilakukan dengan diagram alir pada Gambar 3.1 sesuai dengan tujuan yang ingin dicapai:



Gambar 3.1 Diagram alir penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Isolasi Selulosa dari Tongkol Jagung

Tahapan isolasi selulosa dibagi dalam dua tahap yaitu delignifikasi dan *bleaching*, untuk detailnya diuraikan sebagai berikut:

a. Delignifikasi

Selulosa didapat dari tongkol jagung dengan cara delignifikasi dan *bleaching*. Sebelumnya, tongkol jagung dijemur di bawah sinar matahari selama satu hari dan dihancurkan menggunakan *grinder* sampai halus. Serbuk tongkol jagung kemudian diayak menggunakan ayakan 60 mesh. Proses delignifikasi dilakukan dengan memasukkan larutan sodium hidroksida 3% b/v sebanyak 500 mL ke dalam labu leher tiga 1000 mL bersih. Larutan dipanaskan dan diaduk menggunakan *hot plate stirrer* sampai suhunya 100°C. Selanjutnya ditambahkan 20 g serbuk tongkol jagung untuk didelignifikasi selama 3 jam pada suhu 100°C dengan pengadukan menggunakan *hot plate stirrer* (Liu *et al.*, 2016). Larutan disaring kemudian residu dicuci menggunakan akuades. Suspensi hasil pencucian kemudian disaring dan residu yang didapat didiamkan selama 24 jam (Silverio *et al.*, 2013).

b. *Bleaching*

Proses *bleaching* dilakukan dengan memasukkan 500 mL larutan sodium hipoklorit 1,4% v/v ke dalam gelas kimia 1000 mL bersih. Larutan dipanaskan dan diaduk menggunakan *hot plate stirrer* sampai suhunya 80°C. Selanjutnya ditambahkan hasil delignifikasi untuk proses *bleaching* selama 2 jam pada suhu 80°C dengan pengadukan menggunakan *hot plate stirrer* (Liu *et al.*, 2016). Hasil *bleaching* dicuci beberapa kali menggunakan akuades hingga pH menjadi netral dan dikeringkan dalam oven pada suhu 40°C hingga beratnya konstan (Silverio *et al.*, 2013).

3.4.2 Preparasi Nanoselulosa

Tahapan preparasi nanoselulosa dibagi dalam dua tahap yaitu hidrolisis asam dan sonikasi, untuk lebih detailnya diuraikan sebagai berikut:

a. Hidrolisis Asam

Preparasi nanoselulosa dilakukan dengan variasi konsentrasi asam sulfat pada proses hidrolisis. Konsentrasi H_2SO_4 yang digunakan yaitu 8,4 M; 9,4 M; 10,3 M dan 11,3 M. Larutan asam sulfat dengan variasi konsentrasi 8,4 M; 9,4 M; 10,3 M dan 11,3 Masing-masing sebanyak 200 mL (1 g/ 20 mL) dimasukkan ke dalam labu leher tiga 500 mL bersih. Larutan dipanaskan dan diaduk hingga suhunya $45^\circ C$ menggunakan *hot plate stirrer*. Selanjutnya ditambahkan 10 g serbuk selulosa hasil delignifikasi dan *bleaching* untuk dihidrolisis selama 60 menit pada suhu $45^\circ C$. Proses hidrolisis dilakukan dengan pengadukan menggunakan *hot plate stirrer*. Campuran yang dihasilkan kemudian ditambahkan akuades dingin ($9^\circ C$) sebanyak delapan kali volume awal (1600 mL) untuk menghentikan proses hidrolisis (Liu *et al.*, 2016). Suspensi yang dihasilkan disentrifugasi pada 10.000 rpm selama 10 menit kemudian bagian pelet ditambah dengan sedikit akuades dan Na_2CO_3 5% b/v hingga nilai pH nya mendekati netral (Ioelovic, 2012). Campuran kemudian disentrifugasi pada 10.000 rpm selama 10 menit untuk memisahkan bagian pelet dan supernatannya (Liu *et al.*, 2016). Bagian supernatan diuji lagi nilai pH nya menggunakan pH meter untuk memastikan bahwa supernatan telah netral. Bagian pelet ditambah dengan akuades 100 mL untuk proses sonikasi (Ioelovic, 2012).

b. Sonikasi

Sonikasi dilakukan dengan menambahkan akuades kedalam pelet yang dihasilkan pada pH supernatan yang sudah netral. Suspensi kemudian disonikasi pada daya 250 Watt selama 30 menit menggunakan sonikator. Suspensi kemudian disentrifugasi lagi pada 10.000 rpm selama 10 menit sehingga bagian pelet dan supernatannya terpisah (Anna *et al.*, 2017). Bagian pelet dioven dengan suhu $50^\circ C$ sampai beratnya konstant untuk menentukan berat keringnya (Silverio *et al.*, 2013). Bagian supernatan juga ditentukan % padatan tersuspensi dan karakterisasi

gugus fungsi menggunakan FTIR, ukuran partikel menggunakan PSA dan jumlah gugus muatan menggunakan titrasi konduktometri.

3.4.3 Karakterisasi

Proses sentrifugasi setelah perlakuan sonikasi dilakukan untuk memisahkan pelet dan suspensi nanoselulosa. Pelet yang dihasilkan ditentukan berat keringnya dengan mengoven pelet pada suhu 50°C sampai diperoleh berat yang konstant. Suspensi nanoselulosa yang dihasilkan ditentukan nilai %padatan tersuspensi dan dikarakterisasi menggunakan titrasi konduktometri, PSA dan FTIR, untuk lebih jelasnya sebagai berikut:

a. %Padatan Tersuspensi

%Padatan tersuspensi ditentukan pada supernatan yang dihasilkan. Bagian supernatan ditentukan %padatan tersuspensi dengan menimbang cawan yang telah diukur beratnya hingga konstant. Cawan yang digunakan terbuat dari aluminium sehingga beratnya hanya sekitar 1-2 gram. Suspensi kemudian ditambahkan ke dalam cawan dan ditentukan beratnya. Cawan berisi suspensi kemudian dioven pada suhu 102-105°C selama 3 jam. Selanjutnya cawan berisi sampel dipindahkan ke dalam desikator selama 15 menit. Cawan berisi padatan kemudian ditimbang dan diulangi tahap pengeringan hingga didapat berat padatan tersuspensi yang konstant. Pengulangan dilakukan dengan durasi pengovenan selama 1 jam. %padatan tersuspensi dihitung sesuai dengan rumus 3.1.

$$\% \text{Padatan tersuspensi} = \left(\frac{(W_{kering} + wada\ h) - W_0}{(W_{basa\ h} + wada\ h) - W_0} \right) \times 100 \quad (3.1)$$

Keterangan:

W = Berat sampel

W_0 = Berat wadah kosong

(ASTM D2974, 1995).

b. Titrasi Konduktometri

Titration konduktometri dilakukan untuk menentukan banyaknya muatan dalam nanoselulosa. NaCl 0,01 M sebanyak 10 mL dan sejumlah volume suspensi nanoselulosa dengan %padatan tersuspensi 0,05% pada Rumus 3.1 ditambahkan akuades hingga volumenya 100 mL. Suspensi kemudian dimasukkan ke gelas kimia 250 mL dan dihomogenkan menggunakan pengaduk magnetik. Suspensi kemudian ditambah dengan HCl 0,1 M hingga nilai pH nya menjadi 2,5 hingga 3. Pengukuran konduktivitasnya menggunakan konduktometer sambil dihomogenkan dengan pengaduk magnetik. Proses titrasi dilakukan dengan penambahan larutan NaOH 0,01 M sebagai titran (Masruchinet *et al.*, 2015). NaOH 0,01 M yang digunakan telah distandarisasi menggunakan H₂C₂O₄ 0,01 M. Larutan NaOH 0,01 M ditambahkan setiap durasi 1 menit dengan penambahan masing-masing larutan NaOH 0,01 M sebanyak 0,5 mL sampai diperoleh titik ekuivalen seperti yang ditunjukkan dalam Gambar 2.4 (Romdhane *et al.*, 2015). Titrasi konduktometri dihentikan ketika pH larutan mencapai 11. Pengukuran jumlah muatan SO₃⁻ menggunakan titrasi konduktometri dilakukan secara duplo.

Banyaknya muatan dalam nanoselulosa dihitung sesuai dengan rumus 3.2.

$$\text{Gugus } SO_3^- \text{ (mmol kg}^{-1}\text{)} = \frac{Cx (V_2 - V_1)}{m} \quad (3.2)$$

Keterangan:

C = Konsentrasi larutan NaOH (mmol L⁻¹)

M = Berat kering sampel (kg)

V₁ = Volume NaOH dikonsumsi pada titik persimpangan pertama (L)

V₂ = Volume NaOH dikonsumsi pada titik persimpangan kedua (L)

(Romdhane *et al.*, 2015).

c. Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Serbuk tongkol jagung, selulosa dan nanoselulosa yang dihasilkan kemudian diidentifikasi gugus fungsi menggunakan instrumen FTIR. Preparasi serbuk nanoselulosa dilakukan seperti Tahapan 3.4.3a untuk sampel analisis FTIR. Sampel yang digunakan sebanyak 0,1 g dan dikirim ke Fakultas Farmasi

Universitas Jember untuk analisis FTIR. Sampel dianalisis dengan FTIR pada bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} (Rozenberga *et al.*, 2016).

d. *Particle Size Analyzer* (PSA)

Nanoselulosa yang dihasilkan dari tongkol jagung dilakukan identifikasi diameter partikelnya menggunakan instrumen PSA. Suspensi hasil sonikasi dikirim ke Fakultas Institut Teknologi Sepuluh November untuk analisis menggunakan PSA.

3.4.4 Pembuatan Larutan Sediaan

Larutan sediaan yang disiapkan yaitu larutan yang digunakan mulai proses delignifikasi hingga proses pembuatan nanoselulosa. Pembuatan larutan sediaan diuraikan sebagai berikut:

a. Pembuatan Larutan NaOH 3% b/v

Kristal NaOH ditimbang sebanyak 15 gram menggunakan neraca analitik digital. Kristal NaOH kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan dilarutkan dengan akuades secukupnya sampai homogen. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

b. Pembuatan Larutan NaClO₂ 1,4% v/v

Larutan NaClO₂ 11% v/v dipipet sebanyak 64 mL menggunakan pipet mohr. Larutan tersebut kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan dengan akuades secukupnya sampai homogen. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

c. Pembuatan Larutan H₂SO₄ 8,4 M

Larutan H₂SO₄ 97% b/b diambil sebanyak 46,4 mL. Larutan H₂SO₄ dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL yang telah berisi sedikit akuades. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

d. Pembuatan Larutan H_2SO_4 9,4 M

Larutan H_2SO_4 97% b/b diambil sebanyak 51,5 mL. Larutan H_2SO_4 dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL yang telah berisi sedikit akuades. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

e. Pembuatan Larutan H_2SO_4 10,3 M

Larutan H_2SO_4 97% b/b diambil sebanyak 56,7 mL. Larutan H_2SO_4 dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL yang telah berisi sedikit akuades. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

f. Pembuatan Larutan H_2SO_4 11,3 M

Larutan H_2SO_4 97% b/b diambil sebanyak 61,9 mL. Larutan H_2SO_4 dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL yang telah berisi sedikit akuades. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

g. Pembuatan Larutan Na_2CO_3 5% b/v

Kristal Na_2CO_3 ditimbang sebanyak 5 gram menggunakan neraca analitik digital. Kristal NaOH kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dengan akuades secukupnya sampai homogen. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

h. Pembuatan Larutan NaCl 0,01 M

Kristal NaCl ditimbang sebanyak 0,3 gram menggunakan neraca analitik digital. Kristal NaOH kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dengan akuades secukupnya sampai homogen. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

i. Pembuatan Larutan HCl 0,1 M

Larutan HCl 0,1 M dibuat dengan mengambil larutan HCl (37%) sebanyak 0,8 mL dengan pipet mohr 1 mL. Larutan asam klorida dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan menambahkan akuades hingga tanda batas.

j. Pembuatan Larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,01 M

Kristal $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ditimbang sebanyak 0,063 gram menggunakan neraca analitik digital. Kristal $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dengan akuades secukupnya sampai homogen. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas.

k. Pembuatan Larutan NaOH 0,01 M

Kristal NaOH ditimbang sebanyak 0,40 gram menggunakan neraca analitik digital. Selanjutnya kristal tersebut dimasukkan dalam gelas kimia 50 mL dan dilarutkan dengan akuades secukupnya hingga homogen. Setelah itu dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan diencerkan dengan akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan NaOH 0,1 M. Selanjutnya larutan tersebut diambil sebanyak 10 mL dengan pipet volume 10 mL dan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas untuk membuat larutan NaOH 0,01 M

BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Kesimpulan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Hasil hidrolisis selulosa dengan asam sulfat menghasilkan perubahan struktur pada selulosa dengan masuknya gugus sulfat. Perubahan struktur tersebut tampak pada bilangan gelombang sekitar 700 cm^{-1} pada semua variasi NCC.
2. Perbedaan ukuran partikel setelah hidrolisis selulosa dengan asam sulfat tampak pada analisis ukuran partikel (PSA) yaitu semakin kecil rata-rata ukuran partikel akibat peningkatan konsentrasi asam sulfat. Namun demikian berbanding terbalik dengan jumlah gugus sulfatnya. Peningkatan konsentrasi asam sulfat untuk menghidrolisis selulosa menghasilkan jumlah gugus sulfat pada permukaan nanoselulosa semakin meningkat pula.

5.2 Saran

Penelitian lebih lanjut dalam penyempurnaan penelitian ini dapat dilakukan kembali dengan menentukan berat molekul hasil hidrolisis. Selain itu juga diperlukan analisis TEM (*Scanning Electron Microscope*) sehingga dapat diamati panjang dan lebar dari partikelnya.

DAFTAR PUSTAKA

- Abitbol, T., E. Kloser, dan D. G. Gray. 2013, Estimation of the Surface Sulfur Content of Cellulose Nanocrystals Prepared by Sulfuric Acid Hydrolysis. *Journal of Cellulose* 20: 785–794.
- Afrizal. 2008. Selulosa Bakteri Nata de Coco Sebagai Adsorben pada Proses Adsorpsi Logam Cr(III). *Jurnal Gradien* 4 (1): 308-313.
- Aguiar, C. M. 2010. Hidrolise Enzimatica De Residuos Lignocelulosicos Utilizando Celulases Produzidas Pelo Fungo *Aspergillus niger*. *Master Thesis*. Brazil: Universidade Estadual do Oeste do Parana.
- Anna, L. M. P. L., D. Z. Caroline, dan C. C.Florencia. 2017. Isolation and Characterization of Cellulose Nanofibers From Cassava Root Bagasse and Peelings. *Journal of CarbohydratePolymers* 157: 962-970.
- ASTM D2974. 1995. Total Solid (Dry Matter Content). Standard Method 2540C.
- Ayyad, O. D. 2011 . Novel Strategies The Synthesis of Metal Nanoparticle and Nanostructure. *Thesis*. Spain: Universitat de Barcelona.
- Barbash, V. A., O. V. Yaschenko, dan O. M. Shniruk. 2017. Preparation and Properties of Nanocellulose From Organosolv Straw Pulp. *Nanoscale Research Letters* 12: 241.
- Beck, S., M. Methot, dan J. Bouchard. 2014. General Procedure for Determining Cellulose Nanocrystal Sulfate Half-Ester Content by Conductometry Titration. *Journal of Cellulose* 22 (1): 101-116.
- Biao, H., L. Tang, D. Dai, W. Ou, T. Li, dan X. Chen. 2011. *Preparation of Nanocellulose With Cation-Exchange Resin Catalysed Hydrolysis*. China: Fujian Agriculture and Forestry University.

- Bielecki, S., A. Krystynowicz, M. Turkiewicz, dan H. Kalinowska. 2005. *Bacterial Cellulose*. Institute of Technical Biochemistry. Poland: Technical University of Lódz.
- Bondeson, D., A. Mathew, dan K. Oksman. 2006. Optimization of the Isolation of Nanocrystals From Microcrystalline Cellulose by Acid Hydrolysis. *Cellulose* 13: 171-180.
- Börjesson, M., dan G. Westman. 2015. *Crystalline Nanocellulose-Preparation, Modification, and Properties, Chapter 7*. Spain: INTECH.
- Bykov, Ivan. 2008. Characterization of Natural and Thecnical Lignins Using FTIR Spectroscopy. *Thesis*. Republik Komi: Lulea University of Technology.
- Chieng, B. W., S. H. Lee, N. A. Ibrahim, Y. Y. Then, dan Y. Y Loo. 2017. Isolation and Characterization of Cellulose Nnanocrystals from Oil Palm Mesocarp Fiber. *Polymers Article* 9: 355.
- Ciolacu, D., C. Florin, dan V. I. Popa. 2010. Amorphous Cellulose Structure and Characterization. *Cellulose Chemistry and Technology*. Romania: Technical University Iasi.
- Effendi, D. B., H. N. Rosyid, A. B. D. Nandiyanto, dan A. Mudzakir. 2015. Sintesis Nanoselulosa. *Journal Reviews* 5 (2): 61-74.
- George, J., K. V. Ramana, A. S. Bawa, dan Siddaramaiah. 2011. Bacterial Cellulose Nanochrystals Exhibiting High Thermal Stability dan Their Polymer Nanocomposites. *International Journal of Biological Macromolecules* 48: 50-57.
- Granström, M. 2009. Cellulose Derivatives: Synthesis, Properties and Applications. *Disertasi*. Finlandia: University of Helsinki.
- Habibi, Y., L. A. Lucia, dan O. J. Rojas. 2010. Cellulose Nanocrystals: Chemistry Self-Assembly, and Applications. *Chemical Reviews* 110 (6): 3479–3500.

- Hee, Y. K., J.A. Han, D. K. Kweon, J. D. Park, dan S. T. Lim. 2013. Effect of Ultrasonic Treatments on Nanoparticle Preparation of Acid-Hydrolyzed Waxy Maize Starch. *Journal of Carbohydrate Polymers* 93: 582-588.
- Heggset, E. B., G. C. Carrasco, dan K. Syverud. 2016. Temperature Stability of Nanocellulose Dispersions. *Journal of Carbohydrate Polymers* 157: 114-121.
- Horbia Scientific Instruments, Inc. 2017. A Guidebook to Particle Size Analysis. *Horbia Scientific Instruments, Inc Bulletin*. Halaman 25.
- Hosseinidoust, Z., M. N. Alam., G. Sim., N. Tufenkji, dan T. G. M. V. De Ven. 2015. Cellulose Nanocrystals With Tunable Surface Charge for Nanomedicine. *The Royal Society of Chemistry* 7- 16647.
- Ioelovich, Michael. 2012. Optimal Conditions for Isolation of Nanocrystalline Cellulose Particles. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 2 (2): 9-13.
- Ioelovich, Michael. 2012. Study of Cellulose Interaction With Concentrated Solutions of Sulfuric Acid. *Research Article*. Israel: Chemical Department.
- Iriany, N. R., M. H. G. Yasin, dan M. A. Takdir. 2007. *Asal, Sejarah, Evolusi, dan Taksonomi Tanaman Jagung. Litbang Pertanian*. Maros: Balai Penelitian Tanaman Serealia.
- Kalashnikova, I., H. Bizot, P. Bertoncini, B. Cathala, dan I. Capron. 2013. *Cellulosic nanorods of various aspect ratios for oil in water Pickering emulsions*. Hong Kong: University of Hong Kong Libraries.
- Lee, H. V., S. B. A. Hamid, dan S. K. Zain. 2014. Conversion of Lignocellulosic Biomass to Nanocellulose: Structure dan Chemical Process. *The Scientific World Journal*. 1-20.
- Li, W., J. Yue, dan S. Liu. 2012. Preparation of Nanocrystalline Cellulose Via Ultrasound and Its Reinforcement Capability For Poly(Vinyl Alcohol) Composites. *Ultrasonics Sonochemistry* 19: 479-485.

- Liu, C., B. Li, H. Du, L. Dong, Y. Zhang, G. Yu, X. Mu, dan H. Peng. 2016. Properties of Nanocellulose Isolated From Corn cob Residue Using Sulfuric Acid, Formic Acid, Oxidative and Mechanical Methods. *Carbohydrate Polimers*. China: University of Chinese.
- Malvern Instruments Ltd. 2003. *Zetasizer Nano Series User Manual*. Inggris: Enigma Business Park.
- Masruchin, N., B. Park, dan V. Causin. 2015. Influence of Sonication Treatment on Supramolecular Cellulose Microfibril-Based Hydrogels Induced by Ionic Interaction. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 29: 265-272.
- Mohan, A. N., dan B. Manoj. 2012. Synthesis and Characterization of Carbon Nanospheres from Hydrocarbon Soot. *Journal Electrochem Sci* 7: 9537-9549
- Mohanraj, V.J., dan Y. Chen. 2006. Nanoparticles- A Review. *Journal of Pharmaceutical Research* 5(1): 561-573
- Munajad, A., C. Subroto, dan Suwarno. 2018. Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy Analysis of Transformer Paper in Mineral Oil-Paper Composite Insulation Under Accelerated Thermal Aging. *Article Energies* 11: 364.
- Nadanathangam, V., dan P. Satyamurthy. 2011. Preparation of Spherical Nanocellulose by Anaerobic Microbial Consortium. *Biotechnology and Food Science IPCBEE* 7: 181-183.
- Nor F. M. Z., S. Mohamad, dan I. Ahmad. 2014. Preparation and Characterization of Cellulose and Nanocellulose From Pomelo (*Citrus grandis*) Albedo. *Journal of Nutrition & Food Sciences* 5:1.
- Nugroho, W. 2016. Pembuatan Cellulose Powder dari Ampas Tebu dengan Variasi Konsentraasi dan Volume Larutan H₂SO₄. *Skripsi*. Yogyakarta: UGM.
- Pratama, A.W. 2016. Preparasi Dan Karakterisasi Nanoselulosa Secara Hidrolisis Dengan Variasi Konsentrasi Asam. *Skripsi*. Jember: Universitas Jember

- Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian Kementerian Pertanian. 2016. *OUTLOK Komoditas Pertanian Sub Sektor Tanaman Pangan Jangung*. ISSN: 1907 – 1507.
- Rahayu, T., dan E. Rohaeti. 2014. Sifat Mekanik Selulosa Bakteri dari Air Kelapa dengan Penambahan Kitosan. *Jurnal Penelitian Saintek* 19 (2): 1-13.
- Reiniati, I., A. N. Hrymak, dan A. Margaritis. 2016. Recent Developments in the Production and Applications of Bacterial Cellulose Fibers and Nanocrystals. *Critical Review in Biotechnology*. ISSN: 0738-8551.
- Richana, N., dan Suarni. 2004. *Teknologi Pengolahan Jagung*. Balai Besar Pengembangan dan Penelitian Pascapanen. Bogor.
- Roman, M., dan W. T. Winter. 2004. Effect of Sulfate Groups From Sulfuric Acid Hydrolysis on the Thermal Degradation Behavior of Bacterial Cellulose. *Journal of Biomacromolecules* 5: 1671-1677.
- Romdhane, A., M. Aourousseau, A. Guillet, dan E. Mauret. 2014. Effect of pH and Ionic Strength On The Electrical Charge and Particle Size Distribution Of Starch Nanocrystal Suspensions. *Starch/Stärke* 67 (3-4): 319–327.
- Rosazley, R., M. Z. Shazana, M. A. Izzati, A. W. Fareezal, I. Rushdan, dan Z. M. A. Ainun. 2016. Characterization of Nanofibrillated Cellulose Produced From Oil Palm Empty Fruit Bunch Fibers (OPEFB) Using Ultrasound. *Journal of Contemporary Issues and Thought* 6(1): 28-35.
- Rozenberga, L., M. Skute, L. Belkova, I. Sable, L. Vikele, P. Semjonovs, M. Saka, M. Ruklisha, dan L. Paegle. 2016. Characterisation of Films and Nanopaper Obtained From Cellulose Synthesised by Acetic Acid Bacteria. *Carbohydrat Polymer* 144 (1): 33-40.
- Safitri, D. K. 2012. *Sintesis Nanopartikel Serat Kulit Rotan dengan Metode Ultrasonikasi*. Skripsi. Bogor: Departemen Fisika Institut Pertanian Bogor.

- Sanchez, O., R. Sierra, dan C. J. Almeciga-Diaz. 2011. *Delignification Process of Agro-Industrial Wastes an Alternative to Obtain Fermentable Carbohydrates for Producing Fuel*.
- Shofianto, M. E. 2008. Hidrolisis Tongkol Jagung oleh Bakteri Selulolitik untuk Produksi Bioetanol dalam Kultur Campuran. *Skripsi*. Bogor: Departemen Teknologi Industri Pertanian-Institut Pertanian Bogor.
- Silverio, H. A., W. P. F. Netoa, N. O. Dantasb, dan D. Pasquinia. 2013. Extraction and Characterization of Cellulose Nanocrystals From Corncob For Application as Reinforcing Agent in Nanocomposites. *Journal of Industrial Crops and Products* 44: 427–436.
- Silverstein, R. M., F. X. Webster, dan D. J. Kiemle. 1984. *Spectrometric Identification of Organic Compounds. Seventh Edition*. United State America: Department, John Wiley & Sons, In.
- Silverstein, T. P, dan Zhang, Y. 1998. Sugar Dehydration Without Sulfuric Acid: No More Choking Fumes in the Classroom!. *Journal of Chemical Education*. 75(6) : 748-749.
- Sjostrom, E. 1995. *Kimia Kayu Dasar-Dasar dan Penggunaannya. Edisi 2*. Yogyakarta: Universitas Gadjah Mada Press.
- Skoog, D. A., D. M. West, F. J. Holler, dan S. R. Crouch. 2004. *Fundamental of Analytical Cemistry, Eight Edition*. Canada: Thomson Learning Inc.
- Solikhin, A., Y. S. Hadi, M. Y. Massijaya, dan S. Nikmatin. 2017. Morphological, Chemical and Thermal Characteristics of Nanofibrillated Cellulose Isolated Using Chemo-Mechanical Methods. *Journal of Science* 21(2) : 59-68.
- Sukara, E, dan M. Ruth. 2014. Nilai Potensi Selulosa Bakteri Untuk Aplikasi Industri. *Research Center for Biotechnology, Indonesian Institute of Sciences (LIPI)*. Bogor.
- Sukardjo. 1989. *Kimia Fisika*. Yogyakarta: Bina Aksara.

- Sulistiyowati, Fitri. 2017. Adsorpsi Bovine Serum Albumin (BSA) Pada Selulosa Bakteri Termodifikasi Secara Hidrolisis Asam: Studi Pengaruh Waktu Kontak dan pH. *Skripsi*. Jember: Universitas Jember.
- Summerscales, Dissanayake, N., Virk, A.S., Hall, W., 2010. A review of bast fibres and their composites. Part 1 – Fibres as reinforcements. *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.* 41, 1329–1335.
- Tullin, C. J., dan L. A. Amand. 1999. *The Theory Behind FTIR Analysis: Application Examples from Measurement at The 12 MW Circulating Fluidized Bed Boiler at Chalmers*. Sweden: Department of Energy Conversion Chalmers University of Technology.
- Wang, B., M. Sain, dan K. Oksman. 2007. Study of Morphology of Hemp Fiber. *Appl Compos Mater* 14: 89-103
- William, A. R. 1983. Ultrasound: Biological Effect and Potential Hazards. *Journal of Clinical Ultrasound* 13 (1): 73.
- Winarno, F. G., dan I. E. Fernandez. 2010. *Nanoteknologi bagi Industri Pangan dan Kemasan*. Bogor: M-BRIO PRESS.
- Wulandari, W. T., A. Rochliadi, dan I. M. Arcana. 2016. Nanocellulose Preparation by Acid Hydrolysis of Isolated Cellulose from Sugarcane Bagasse. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 107 012045.
- Yue, Y. 2007. *A Comparative Study of Cellulose I and II Fibers and Nanocrystals*. Louisiana: Heilongjiang Institute of Science and Technology.
- Zugeinmaier, P. 2008. *Crystalline Cellulose and Derivatives Characterization and Structures*. Germany: Clausthal-Zellerfeld.

LAMPIRAN

Lampiran 3.1 Pembuatan Larutan Sediaan

3.1.1 Pembuatan Larutan NaOH 3% b/v

Pembuatan larutan NaOH 3%, dibuat dari perbandingan masa zat terlarut dengan larutan.

$$\text{Massa NaOH} = 15 \text{ g}$$

$$\text{Volume larutan} = 500 \text{ mL}$$

Volume larutan merupakan campuran dari 15 g kristal NaOH dan akuades di dalam labu ukur 500 mL.

3.1.2 Pembuatan Larutan Sodium Hipoklorit 1,4% v/v

Pengenceran NaClO 1,4% dari larutan induk (NaClO 10-13% v/v), dimana volume yang diambil dalam pembuatan 500 mL adalah 60 mL.

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

$$11,5\% \times 60 \text{ mL} = M_2 \times 500 \text{ mL}$$

$$M_2 = 1,4\% \text{ v/v}$$

3.1.3 Pembuatan Larutan H₂SO₄

$$\rho \text{ H}_2\text{SO}_4(97\% \text{ b/b}) = 1,84 \text{ g/mL}$$

$$\text{Mr H}_2\text{SO}_4 = 98 \text{ g/mol}$$

a. Pembuatan Larutan H₂SO₄ 8,4 M

Volume larutan induk (H₂SO₄ 97% b/b) yang diambil dalam pembuatan 100 mL adalah 46,4 mL.

$$\rho = \frac{m}{V} \Leftrightarrow m = \rho \times V$$

$$m = 1,84 \text{ g/mol} \times 46,4 \text{ mL} = 85,4 \text{ g}$$

massa pada konsentrasi H₂SO₄ 8,4 Madalah:

$$m = \frac{97}{100} \times 85,4 \text{ g} = 82,8 \text{ g}$$

mol H₂SO₄ 8,4 M

$$n = \frac{m}{Mr} \Leftrightarrow n = \frac{82,8 \text{ g}}{98 \text{ g/mol}} = 0,84 \text{ mol}$$

Sehingga molaritasnya adalah:

$$M = \frac{n}{V} \Leftrightarrow M = \frac{0,84 \text{ mol}}{0,1 \text{ L}} = 8,4 \text{ mol/L}$$

b. Pembuatan Larutan H₂SO₄ 9,4 M

Volume larutan induk (H₂SO₄ 97% b/b) yang diambil dalam pembuatan 100 mL adalah 51,5 mL.

$$\rho = \frac{m}{V} \Leftrightarrow m = \rho \times V$$

$$m = 1,84 \text{ g/mol} \times 51,5 \text{ mL} = 94,8 \text{ g}$$

massa pada konsentrasi H₂SO₄ 9,4 M adalah:

$$m = \frac{97}{100} \times 94,8 \text{ g} = 91,9 \text{ g}$$

mol H₂SO₄ 9,4 M

$$n = \frac{m}{Mr} \Leftrightarrow n = \frac{91,9 \text{ g}}{98 \text{ g/mol}} = 0,94 \text{ mol}$$

Sehingga molaritasnya adalah:

$$M = \frac{n}{V} \Leftrightarrow M = \frac{0,94 \text{ mol}}{0,1 \text{ L}} = 9,4 \text{ mol/L}$$

c. Pembuatan Larutan H₂SO₄ 10,3 M

Volume larutan induk (H₂SO₄ 97% b/b) yang diambil dalam pembuatan 100 mL adalah 56,7 mL.

$$\rho = \frac{m}{V} \Leftrightarrow m = \rho \times V$$

$$m = 1,84 \text{ g/mol} \times 56,7 \text{ mL} = 104,3 \text{ g}$$

massa pada konsentrasi H₂SO₄ 10,3 M adalah:

$$m = \frac{97}{100} \times 104,3 \text{ g} = 101,2 \text{ g}$$

mol H₂SO₄ 10,3 M

$$n = \frac{m}{Mr} \Leftrightarrow n = \frac{101,2 \text{ g}}{98 \text{ g/mol}} = 1,03 \text{ mol}$$

Sehingga molaritasnya adalah:

$$M = \frac{n}{V} \Leftrightarrow M = \frac{1,03 \text{ mol}}{0,1 \text{ L}} = 10,3 \text{ mol/L}$$

d. Pembuatan Larutan H₂SO₄ 11,3 M

Volume larutan induk (H₂SO₄ 97% b/b) yang diambil dalam pembuatan 100 mL adalah 61,9 mL.

$$\rho = \frac{m}{V} \Leftrightarrow m = \rho \times V$$

$$m = 1,84 \text{ g/mol} \times 61,9 \text{ mL} = 113,9 \text{ g}$$

massa pada konsentrasi H₂SO₄ 11,3 M adalah:

$$m = \frac{97}{100} \times 113,9 \text{ g} = 110,5 \text{ g}$$

mol H₂SO₄ 11,3 M

$$n = \frac{m}{Mr} \Leftrightarrow n = \frac{110,5 \text{ g}}{98 \text{ g/mol}} = 1,13 \text{ mol}$$

Sehingga molaritasnya adalah:

$$M = \frac{n}{V} \Leftrightarrow M = \frac{1,13 \text{ mol}}{0,1 \text{ L}} = 11,3 \text{ mol/L}$$

3.1.4 Pembuatan Larutan Na₂CO₃ 5%

Pembuatan larutan Na₂CO₃ 5%, dibuat dari perbandingan masa zat terlarut dengan larutan.

$$\text{Massa Na}_2\text{CO}_3 = 5 \text{ g}$$

$$\text{Volume larutan} = 100 \text{ mL}$$

Volume larutan merupakan campuran dari 5 g kristal Na₂CO₃ dan akuades di dalam labu ukur 500 mL.

3.1.5 Pembuatan Larutan NaCl 0,01 M Volume 100 mL

$$\text{Mr NaCl} = 58,5 \text{ g/mol}$$

M NaCl = 0,0585 g (yang ditimbang)

$$M = \frac{m}{Mr} \times \frac{1}{V(L)}$$

$$M = \frac{0,0585 \text{ g}}{58,5 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,1 \text{ L}} = 0,01 \text{ mol/L}$$

3.1.6 Pembuatan Larutan HCl 0,1 M

Diketahui

$$\rho \text{ HCl}(37\% \text{ b/b}) = 1,19 \text{ g/mL}$$

$$Mr \text{ HCl} = 36,5 \text{ g/mol}$$

a. Penentuan Volume HCl 37% b/b Untuk Pembuatan HCl 0,1 M

Massa HCl 37%

$$\rho = \frac{m}{V} \Leftrightarrow m = \rho \times V$$

Jika dimisalkan volume larutan adalah 100 mL, maka:

$$m = 1,19 \text{ g/mL} \times 100 \text{ mL} = 119 \text{ g}$$

sehingga, pada konsentrasi HCl 37% adalah:

$$m = \frac{37}{100} \times 119 \text{ g} = 44,03 \text{ g}$$

Mol HCl 37%

$$n = \frac{m}{Mr} = \frac{44,03 \text{ g}}{36,5 \text{ g/mol}} = 1,206 \text{ mol}$$

Jadi, molaritas HCl 37%

$$M = \frac{n}{V} = \frac{1,206 \text{ mol}}{0,1 \text{ L}} = 12,06 \text{ mol/L}$$

Pembuatan larutan HCl 0,1 M dari larutan induk (HCl 37% b/b), dimana volume yang diambil dalam pembuatan 100 mL adalah 0,8 mL.

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

$$12,06 \text{ M} \times V_1 = 0,1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{0,1 \text{ M} \times 100 \text{ mL}}{12,06 \text{ M}}$$

$$V_1 = 0,8 \text{ mL}$$

3.1.7 Pembuatan Larutan NaOH 0,01 M Volume 1000 mL

$$\text{Mr NaOH} = 40 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa NaOH} = 0,4 \text{ g (yang ditimbang)}$$

Maka,

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{m}{Mr} \times \frac{1}{V(L)}$$

$$M = \frac{0,4 \text{ g}}{40,0 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{1 \text{ L}}$$

$$M = 0,01 \text{ mol/L}$$

3.1.8 Pembuatan Larutan H₂C₂O₄ 0,01 M

Diketahui:

$$\text{Mr H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 126 \text{ g/mol}$$

$$\text{Massa H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O} = 0,063 \text{ g (yang ditimbang)}$$

$$V. \text{ larutan} = 50 \text{ mL}$$

Maka,

$$M = \frac{n}{V}$$

$$M = \frac{m}{Mr} \times \frac{1}{V(L)}$$

$$M = \frac{0,063 \text{ g}}{126 \text{ g/mol}} \times \frac{1}{0,05 \text{ L}}$$

$$M = 0,01 \text{ mol/L}$$

Lampiran 4.1 Penentuan %Padatan Tersuspensi Suspensi Nanoselulosa

Keterangan	Pengulangan	8,4 M	9,4 M	10,3 M	11,3 M
Berat Cawan Kosong(g)	1	1,9111	2,9258	1,8956	2,0243
	2	1,9373	1,8566	1,9226	1,8570
	3	1,8466	2,0238	1,8552	1,9219
Berat Sampel Basah(g)	1	1,0317	1,0241	0,9966	1,0284
	2	1,0000	1,0232	1,0034	1,0218
	3	1,0041	1,0178	1,0122	1,0748
Berat Cawan Kosong + Berat Sampel Basah (g)	1	2,9428	2,9258	2,8982	3,0527
	2	2,9373	2,8798	2,9260	2,8838
	3	2,8507	3,0416	2,8674	2,9967
Berat Sampel+Cawan Setelah Pengeringan 2 jam (g)	1	1,9266	1,9206	1,9109	2,0255
	2	1,9521	1,8760	1,9366	1,8585
	3	1,8618	2,0434	1,8702	1,9235
Berat Sampel+Cawan Setelah Pengeringan 3 jam (g)	1	1,9261	1,9204	1,9108	2,0253
	2	1,9516	1,8759	1,9364	1,8583
	3	1,8616	2,0432	1,8702	1,9231
Berat Sampel+Cawan Setelah Pengeringan 4 jam (g)	1	1,9261	1,9204	1,9108	2,0253
	2	1,9516	1,8759	1,9364	1,8583
	3	1,8616	2,0432	1,8702	1,9231
Berat Sampel Kering (g)	1	0,0150	0,0187	0,0152	0,0010
	2	0,0143	0,0193	0,0150	0,0013
	3	0,0150	0,0194	0,0138	0,0012
%Padatan tersuspensi	1	1,45%	1,83%	1,53%	0,09%
	2	1,43%	1,88%	1,49%	0,13%
	3	1,49%	1,90%	1,36%	0,11%
<u>%Padatan Tersuspensi</u>		1,45%±	1,87%±	1,46%±	0,11%±
		0,00031	0,00036	0,00089	0,00020
Konsentrasi Awal Sampel Untuk Titrasi Konduktometri		0,5%PT	0,5%PT	0,5%PT	0,5%PT
Volume Suspensi NCC Untuk Titrasi Konduktometri		3,5 mL	2,7 mL	3,5 MI	45,5 mL

*Setiap variasi konsentrasi H₂SO₄ dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali

$$\%PT: \left(\frac{(\text{Berat cawan kosong} + \text{sampel kering}) - \text{Berat cawan kosong}}{(\text{Berat cawan kosong} + \text{sampel basah}) - \text{Berat cawan kosong}} \right) \times 100\%$$

Contoh Perhitungan Untuk Penentuan %Padatan tersuspensi NCC 8,4

$$1. \left(\frac{0,0150 \text{ g}}{1,0317 \text{ g}} \right) \times 100\% = 1,45\%$$

$$2. \left(\frac{0,0143 \text{ g}}{1,0000 \text{ g}} \right) \times 100\% = 1,43\%$$

$$3. \left(\frac{0,0150 \text{ g}}{1,0041 \text{ g}} \right) \times 100\% = 1,49\%$$

$$\%Padatan tersuspensi = \frac{1,45\% + 1,43\% + 1,49\%}{3} = \frac{4,378\%}{3} = 1,45\%$$

Titration konduktometri NCC 8,4 dibutuhkan suspensi sebanyak 3,5 mL

$$M_1 \cdot V_1 = M_2 \cdot V_2$$

$$M_1 \cdot 100 \text{ mL} = 1,45\% \cdot 3,5 \text{ mL}$$

$$M_1 = 0,05 \text{ M}$$

Lampiran 4.2 Penentuan Berat Pelet Hasil Sonikasi Setelah Hidrolisis Asam Sulfat Berbagai Konsentrasi

Keterangan	8,4 M	9,4 M	10,3 M	11,3 M
Berat Cawan Kosong(g)	1,8588	1,8678	1,9090	1,9842
Berat Sampel Basah(g)	30,8223	25,0334	1,9341	0,0042
Berat Cawan Kosong + Berat Sampel Basah (g)	32,6811	26,9012	3,8431	1,9884
Berat Sampel+Cawan Setelah Pengeringan 24 jam (g)	14,2587	10,4215	2,0309	1,9880
Berat Sampel+Cawan Setelah Pengeringan 48 jam (g)	9,2780	6,2800	2,0298	1,9877
Berat Sampel+Cawan Setelah Pengeringan 65 jam (g)	9,2750	6,2773	2,0296	1,9876
Berat Sampel Kering (g)	7,4162	4,4072	0,1206	0,0034

Lampiran 4.3 Standarisasi Larutan NaOH 0,01 M dengan H₂C₂O₄ 0,01 M

Ulangan	V.H ₂ C ₂ O ₄ .H ₂ O	V.NaOH	[H ₂ C ₂ O ₄ .H ₂ O]	[NaOH]	$\overline{[NaOH]}$
Ke-	(mL)	(mL)	(M)	(M)	(M)
1.	10	18,5	0,01	0,01	
2.	10	18,5	0,01	0,01	0,01
3.	10	18,6	0,01	0,01	

$$\text{NaOH } 0,01 \text{ M} : 0,01 \text{ N}$$

$$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \text{ } 0,01 \text{ M} : 0,02 \text{ N}$$

$$V \text{ NaOH} : 18,5 \text{ mL}$$

$$n \text{ NaOH} = n \text{ H}_2\text{C}_2\text{O}_4$$

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

$$N_1 \cdot 18,5 \text{ mL} = 0,02 \text{ N} \cdot 10 \text{ mL}$$

$$N_1 = 0,01 \text{ N}$$

Hasil perhitungan N pengulangan 1= pengulangan 2= pengulangan 3 = 0,01 N

Sehingga, konsentrasi rata-rata NaOH adalah:

$$N \text{ NaOH} = \frac{N_1+N_2+N_3}{3} = \frac{0,01+0,01+0,01}{3} = 0,01 \text{ N}$$

Lampiran 4.4 Penentuan Diameter Nanoselulosa Menggunakan PSA

[H ₂ SO ₄]	Analisis Pada 1-10.000 nm		Analisis Pada 1-100 nm	
	Rata-rata Diameter	Rata – rata Diameter	Rata-rata Diameter	Rata – rata Diameter
8,4 M	418,0	425,0±7,5	78,94	81,7±3,4
	432,9		80,78	
	424,2		85,51	
9,4 M	300,7	318,5±23,1	65,44	67,0±1,4
	310,2		67,91	
	344,6		67,79	
10,3 M	161,3	163,6±3,2	67,31	66,5±0,7
	162,2		65,86	
	167,2		66,49	
11,3 M	255,7	242,3±11,8	74,94	73,4±4,8
	233,3		68,03	
	238,1		77,18	

4.4.1 NCC 8,4

➤ Pengulangan 1

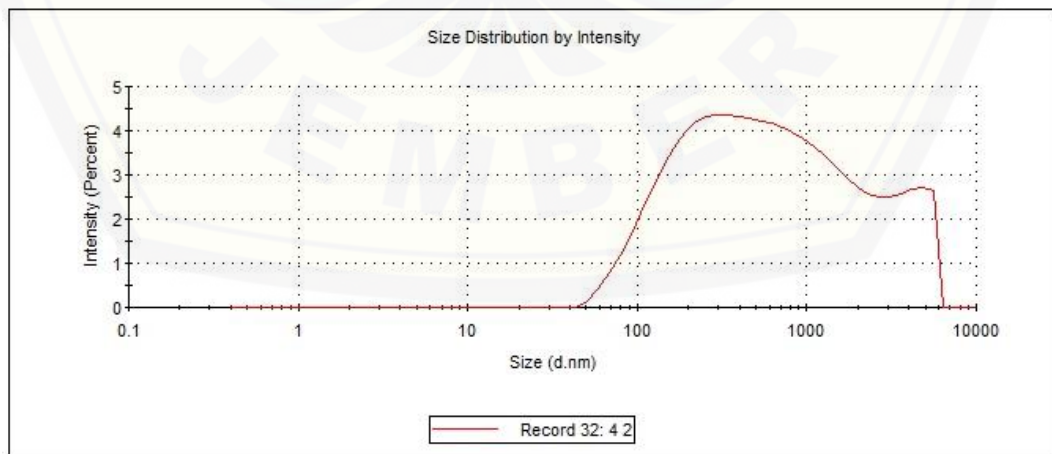
Z-Average (d.nm): 418,0

Pdl: 0,544

Intercept: 0,845

Result quality : Good

Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Peak 1: 713,9	84,8	662,8
Peak 2: 3999	15,2	986,8
Peak 3: 0,000	0,0	0,000

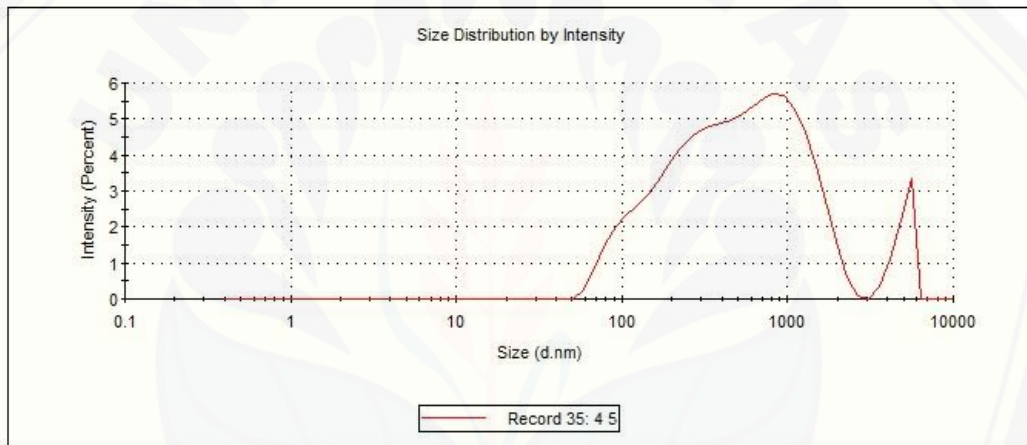


Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata($\frac{a}{b}$)
0	58,77	0			
0,3	68,06	20,418	324,946	3,8	85,51
1,2	78,82	94,584			
2,3	91,28	209,944			

➤ Pengulangan 2

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 423,9	Peak 1: 623,9	93,1	485,5
Pdl: 0,531	Peak 2: 5004	6,9	610,0
Intercept: 0,819	Peak 3: 0,000	0,0	0,000
Result quality : Good			



Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata($\frac{a}{b}$)
0	50,75	0			
0,3	58,77	17,631	379,675	4,7	80,78
0,9	68,06	61,254			
1,5	78,82	118,23			
2	91,28	182,56			

➤ Pengulangan 3

Z-Average (d.nm): 424,2	Peak 1: 678,9	% Intensity: 59,2	St Dev (d.nm): 400,5
Pdl: 0,536	Peak 2: 142,1	21,3	43,18
Intercept: 0,822	Peak 3: 3825	19,6	1132
Result quality : Good			



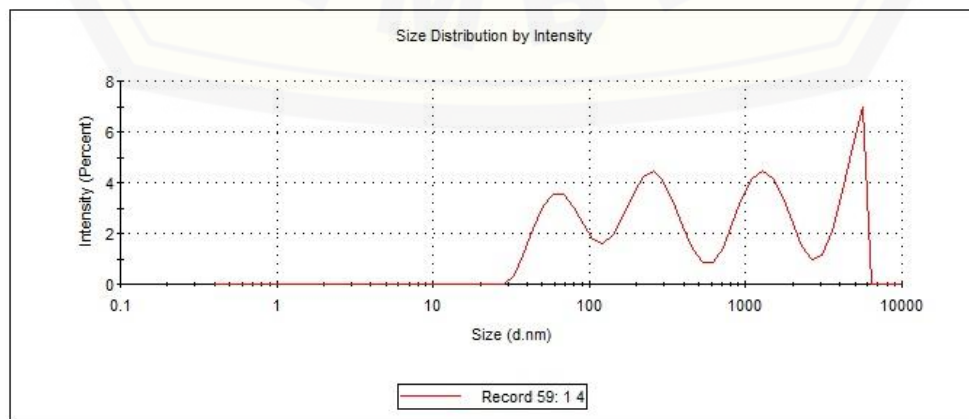
Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	∑ I x D (a)	∑ I (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	58,77	0			
0,3	68,06	20,418	324,946	3,8	85,51
1,2	78,82	94,584			
2,3	91,28	209,944			

4.4.2 NCC 9,4

➤ Pengulangan 1

Z-Average (d.nm): 300,7	Peak 1: 262,1	% Intensity: 29,4	St Dev (d.nm): 97,83
Pdl: 0,890	Peak 2: 1346	29,1	504,0
Intercept: 0,917	Peak 3: 70,60	21,9	23,79
Result quality : Refer to quality report			



Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

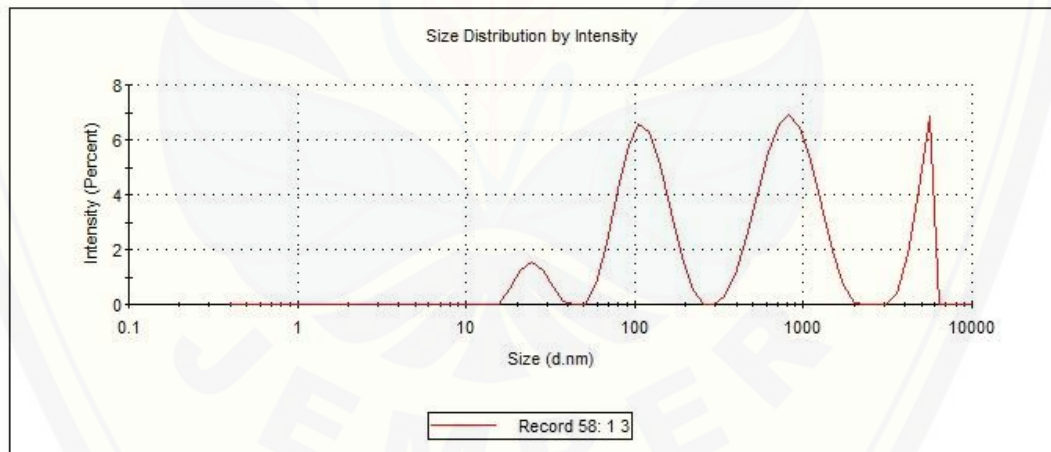
%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	28,21	0			
0,4	32,67	13,068			
1,1	37,84	41,624			
2,2	43,82	96,404			
3,1	50,75	157,325			
3,6	58,77	211,572	1446,303	22,1	65,44
3,5	68,06	238,21			
3	78,82	236,46			
2,8	83,06	232,568			
2,4	91,28	219,072			

➤ Pengulangan 2

Z-Average (d.nm): 310,2
Pdl: 0,789
Intercept: 0,910

Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Peak 1: 854,4	44,8	296,3
Peak 2: 116,1	36,6	34,75
Peak 3: 5069	13,2	573,4

Result quality : Refer to quality report



Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	15,09	0			
0,5	18,17	9,085			
1,3	21,04	27,352			
1,6	24,36	38,976			
1,3	28,21	36,673			
0,6	32,67	19,602			
0,1	37,84	3,784			
0	43,82	0	1487,295	21,9	67,91
0	50,75	0			
0,7	58,77	41,139			
2,3	68,06	156,538			
3,5	78,82	275,87			
4,2	83,06	348,852			
5,8	91,28	529,424			

➤ Pengulangan 3

Z-Average (d.nm): 344,6	Peak 1: 205,8	Size (d.nm): 205,8	% Intensity: 32,5	St Dev (d.nm): 83,51
Pdl: 0,889	Peak 2: 1598	1598	26,0	530,7
Intercept: 0,912	Peak 3: 4432	4432	25,7	965,1
Result quality : Refer to quality report				



Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	24,36	0			
0,2	28,21	5,642			
0,6	32,67	19,602			
1,2	37,84	45,408			
1,9	43,82	83,258			
2,4	58,77	141,048	1301,584	19,2	67,79
2,6	68,06	176,956			
2,7	70,42	190,134			
2,7	78,82	212,814			
2,5	83,06	207,65			
2,4	91,28	219,072			

4.4.3 NCC 10,3

➤ Pengulangan 1

Z-Average (d.nm): 161,3
Pdl: 0,413
Intercept: 0,934
Result quality : Good

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Peak 1:	231,3	93,7	180,8
Peak 2:	4730	6,3	771,2
Peak 3:	0,000	0,0	0,000



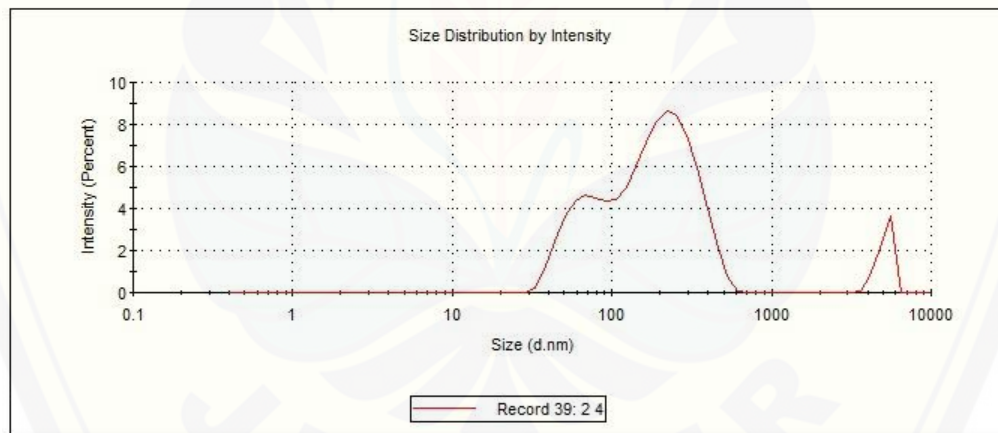
Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	28,21	0			
0,2	32,67	6,534			
0,7	37,84	26,488			
1,6	43,82	70,112			
2,6	50,75	131,95	1642,417	24,4	67,31
3,7	53,77	198,949			
4,6	58,77	270,342			
5,3	78,82	417,746			
5,7	91,28	520,296			

➤ Pengulangan 2

Z-Average (d.nm): 162,2
Pdl: 0,524
Intercept: 0,934
Result quality: Good

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Peak 1:	225,8	69,5	99,54
Peak 2:	65,96	24,1	16,54
Peak 3:	5122	6,4	532,5



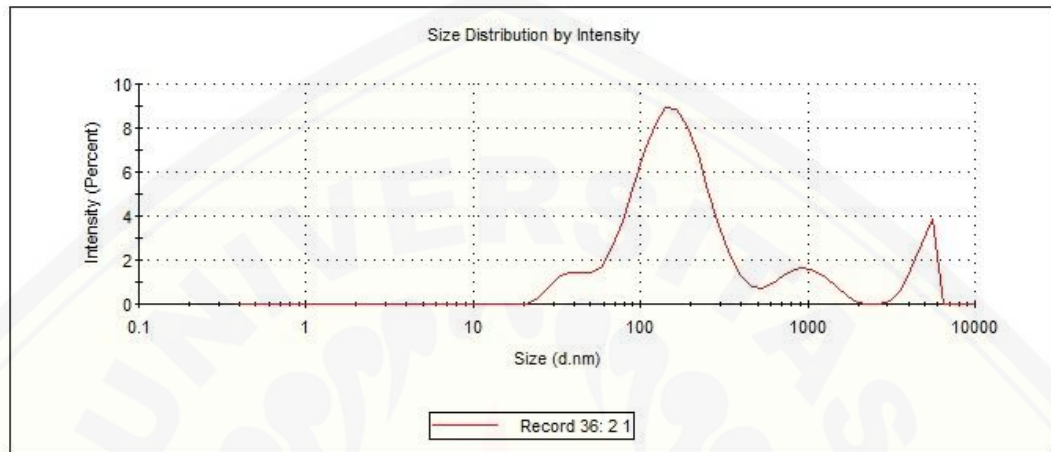
Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	21,04	0			
0,2	24,36	4,872			
1,1	65,86	72,446			
2,4	43,82	105,168			
3,6	50,75	182,7	1684,044	25,1	65,93
4,4	58,77	258,588			
4,6	68,06	313,076			
4,5	78,82	354,69			
4,3	91,28	392,504			

➤ Pengulangan 3

Z-Average (d.nm): 167,2
Pdl: 0,550
Intercept: 0,937
Result quality : Good

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Peak 1:	168,0	76,3	89,14
Peak 2:	978,6	9,9	317,9
Peak 3:	4902	8,7	680,1



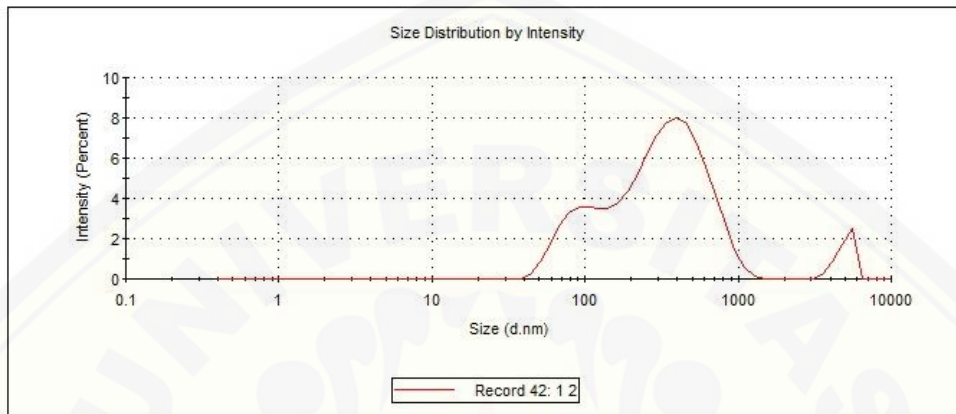
Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	21,04	0			
0,3	24,36	7,308			
0,8	28,21	22,568			
1,3	32,67	42,471			
1,5	37,84	56,76			
1,4	43,82	61,348	1336,592	20,1	66,49
1,4	59,75	83,65			
1,7	58,77	99,909			
2,5	68,06	170,15			
3,8	78,82	299,516			
5,4	91,28	492,912			

4.4.4 NCC 11,3

➤ Pengulangan 1

Z-Average (d.nm): 255,7	Peak 1: 407,0	% Intensity: 72,7	St Dev (d.nm): 204,7
Pdl: 0,425	Peak 2: 97,15	22,1	27,89
Intercept: 0,957	Peak 3: 4976	5,2	625,8
Result quality : Good			

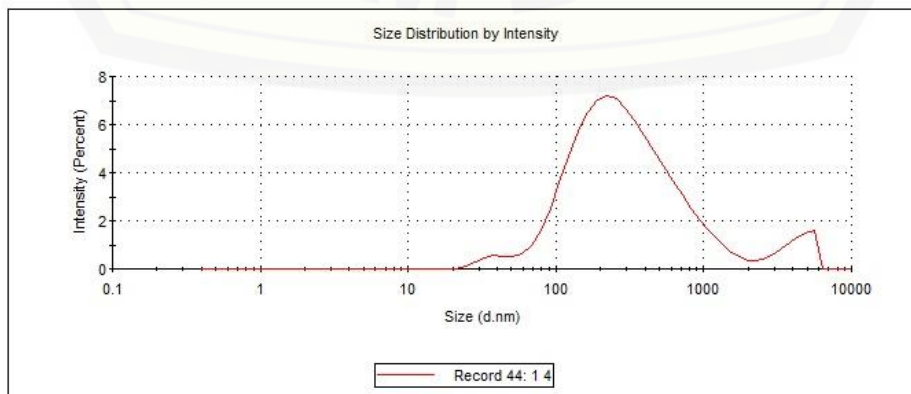


Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	37,84	0			
0,2	43,82	8,764			
0,8	50,75	40,6			
1,7	58,77	99,909	921,749	12,3	74,94
2,7	68,06	183,762			
3,3	78,82	260,106			
3,6	91,28	328,608			

➤ Pengulangan 2

Z-Average (d.nm): 233,2	Peak 1: 370,3	% Intensity: 90,8	St Dev (d.nm): 329,3
Pdl: 0,447	Peak 2: 4255	6,7	1015
Intercept: 0,953	Peak 3: 39,07	2,5	8,091
Result quality : Good			

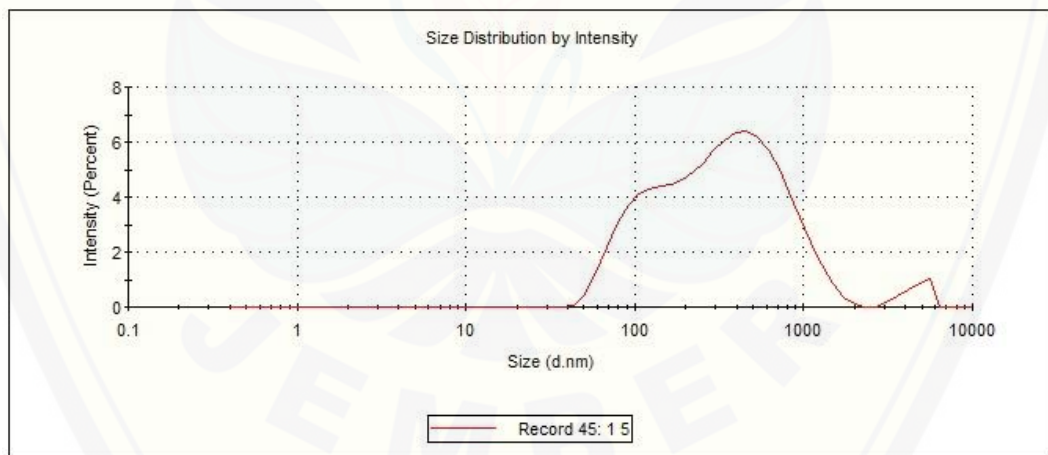


Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	21,04	0			
0,1	24,36	2,436			
0,3	28,21	8,463			
0,5	32,67	16,335			
0,5	37,84	18,92			
0,5	43,82	21,91	551,073	8,1	68,03
0,5	50,75	25,375			
0,6	58,77	35,262			
1	68,06	68,06			
1,6	78,82	126,112			
2,5	91,28	228,2			

➤ Pengulangan 3

Z-Average (d.nm): 238,1	Peak 1: 405,2	% Intensity: 96,9	St Dev (d.nm): 317,8
Pdl: 0,458	Peak 2: 4653	3,1	795,4
Intercept: 0,955	Peak 3: 0,000	0,0	0,000
Result quality: Good			



Analisis partikel pada diameter 1-100 nm

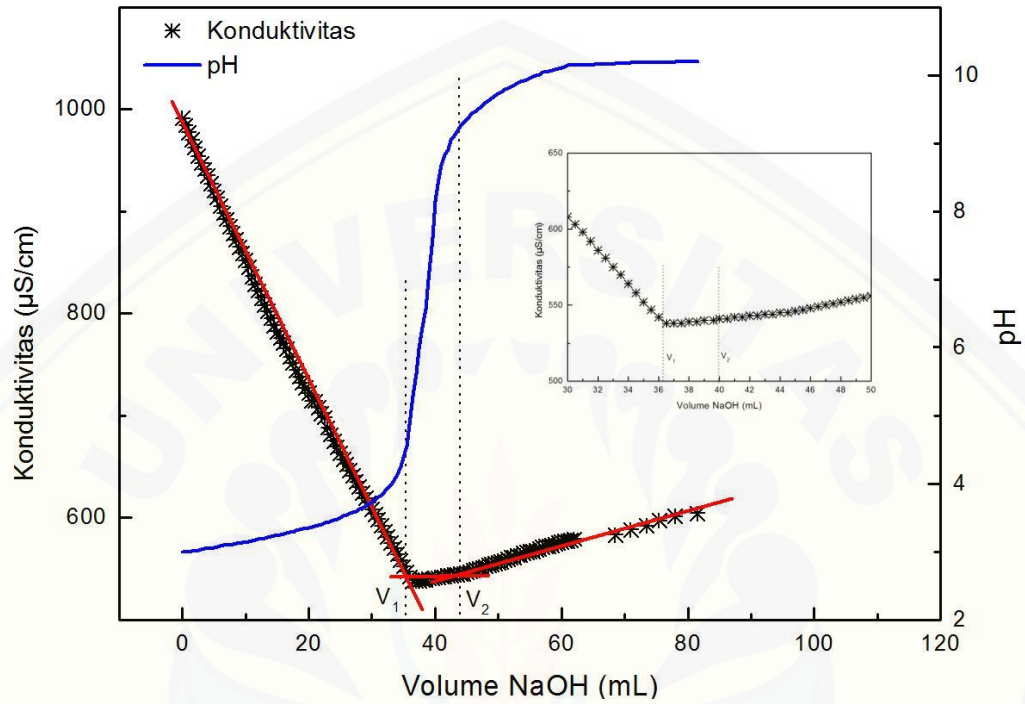
%Intenstas(I) (%)	Diameter (D) (nm)	I x D	$\sum I \times D$ (a)	$\sum I$ (b)	Rata-rata ($\frac{a}{b}$)
0	43,82	0			
0,5	50,75	25,375			
1,3	58,77	76,401			
2,2	68,06	149,732	833,586	10,8	77,18
3,1	78,82	244,342			
3,7	91,28	337,736			

Lampiran 4.5 Karakterisasi Menggunakan Titrasi Konduktometri

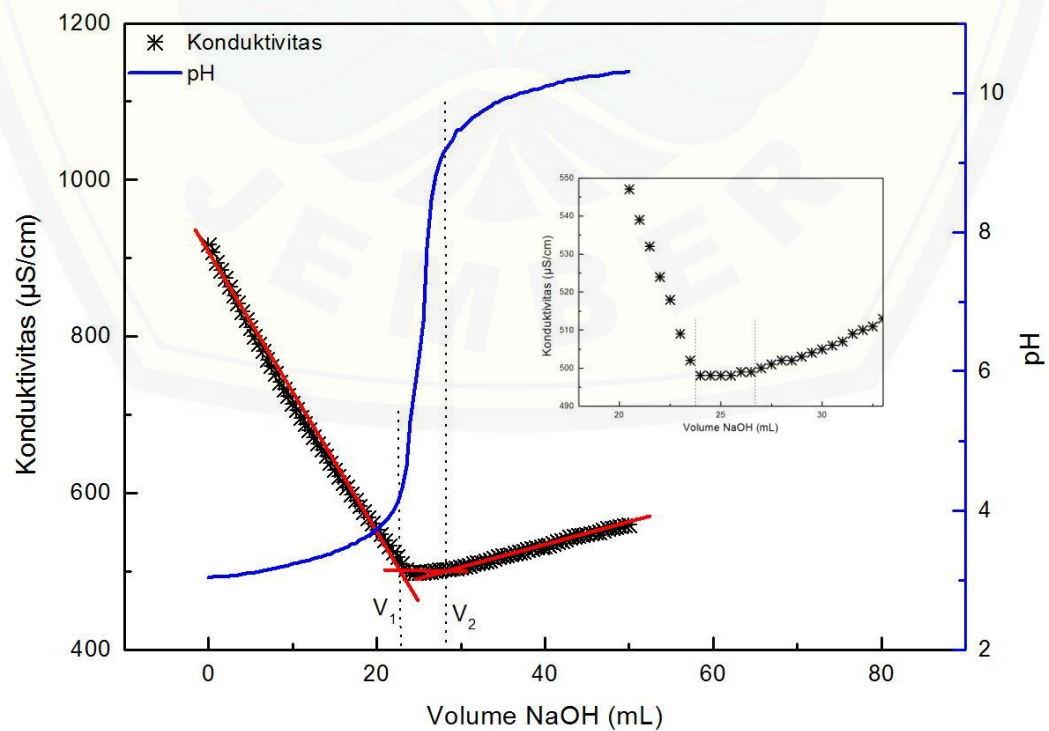
4.5.1 Grafik Hasil Titrasi Konduktometri

a. NCC 8,4

1. Pengulangan 1

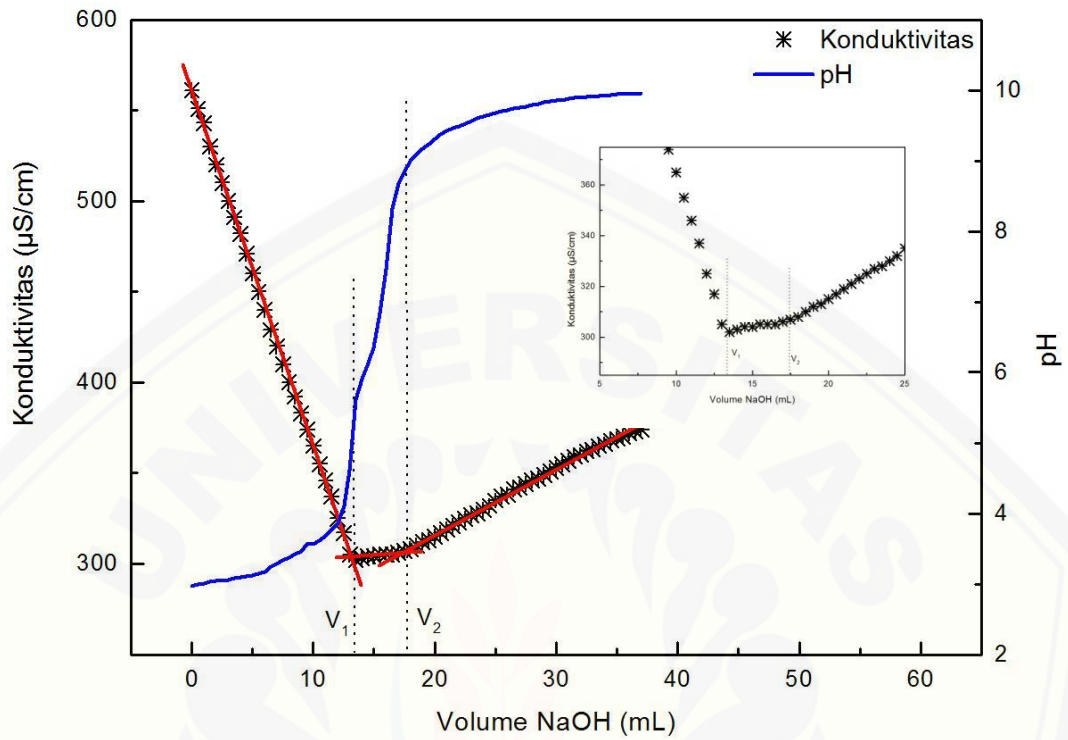


2. Pengulangan 2

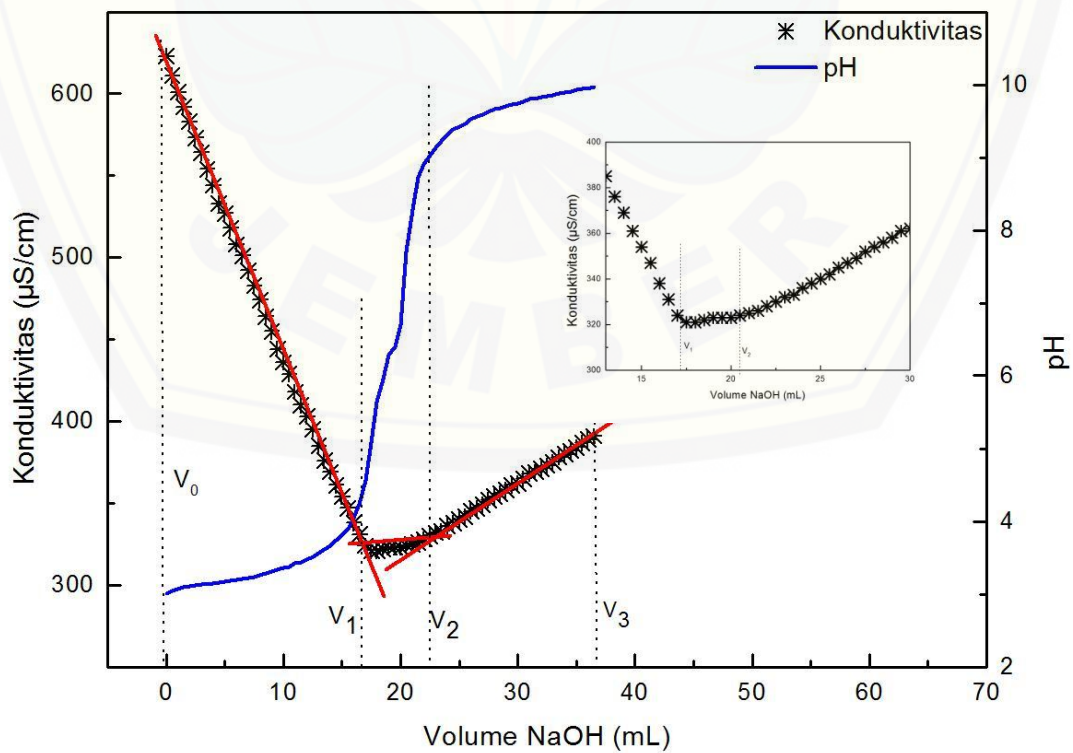


b. NCC 9,4

1. Pengulangan 1

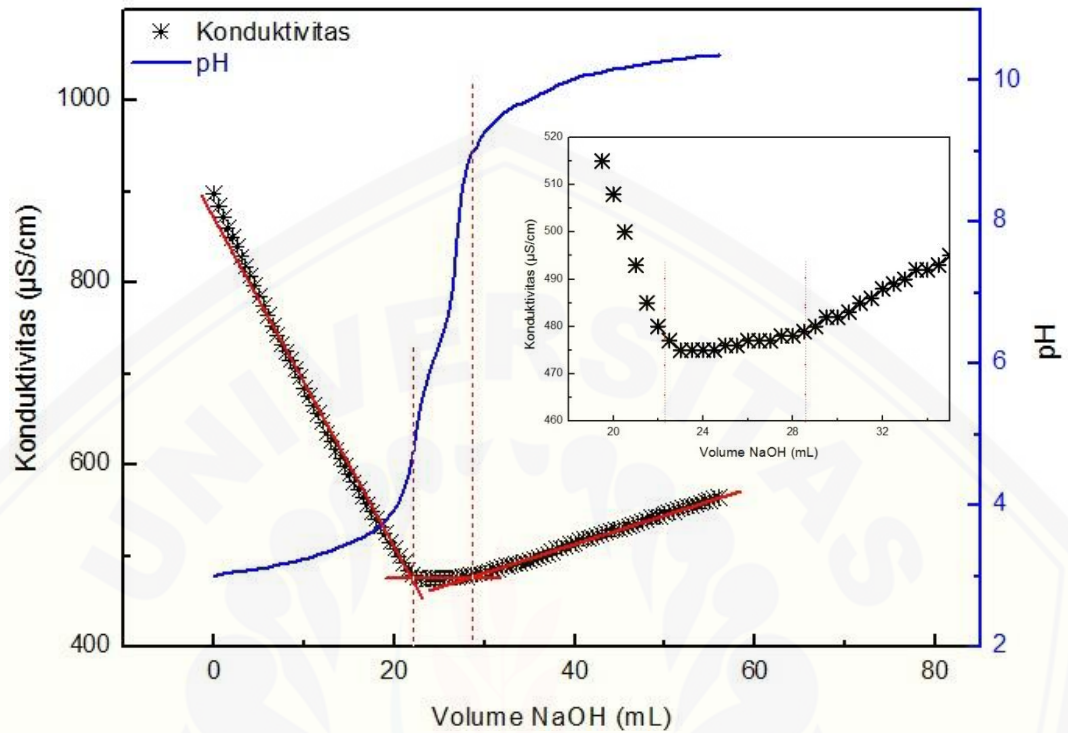


2. Pengulangan 2

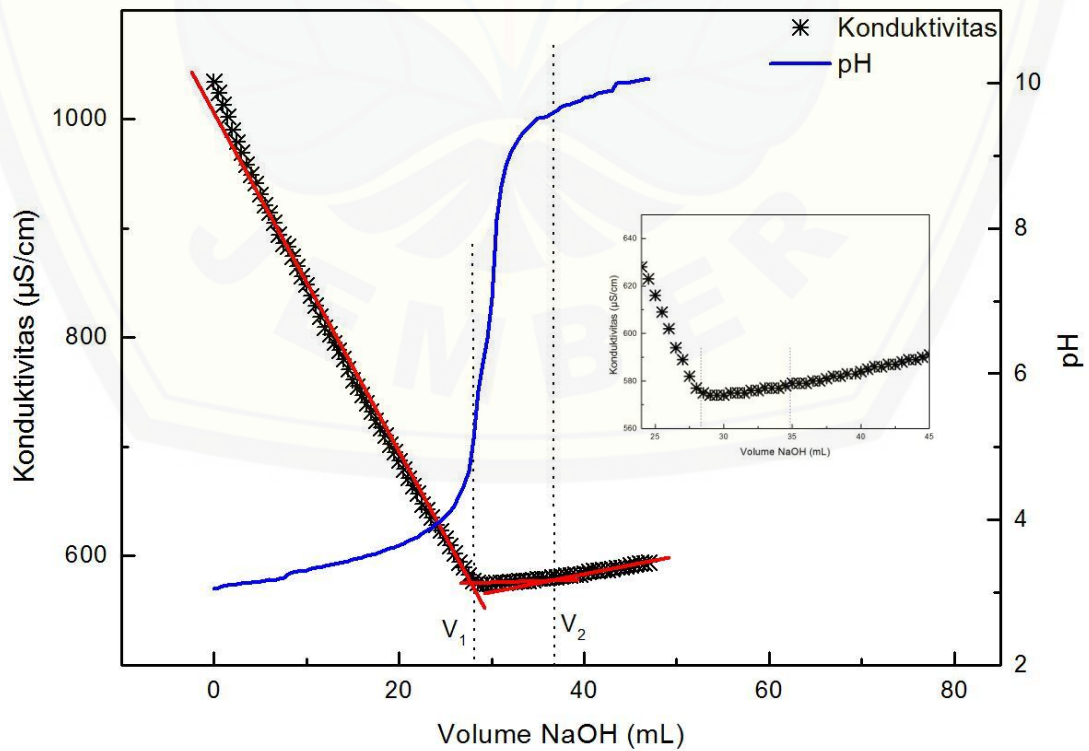


b. NCC 10,3

1. Pengulangan 1

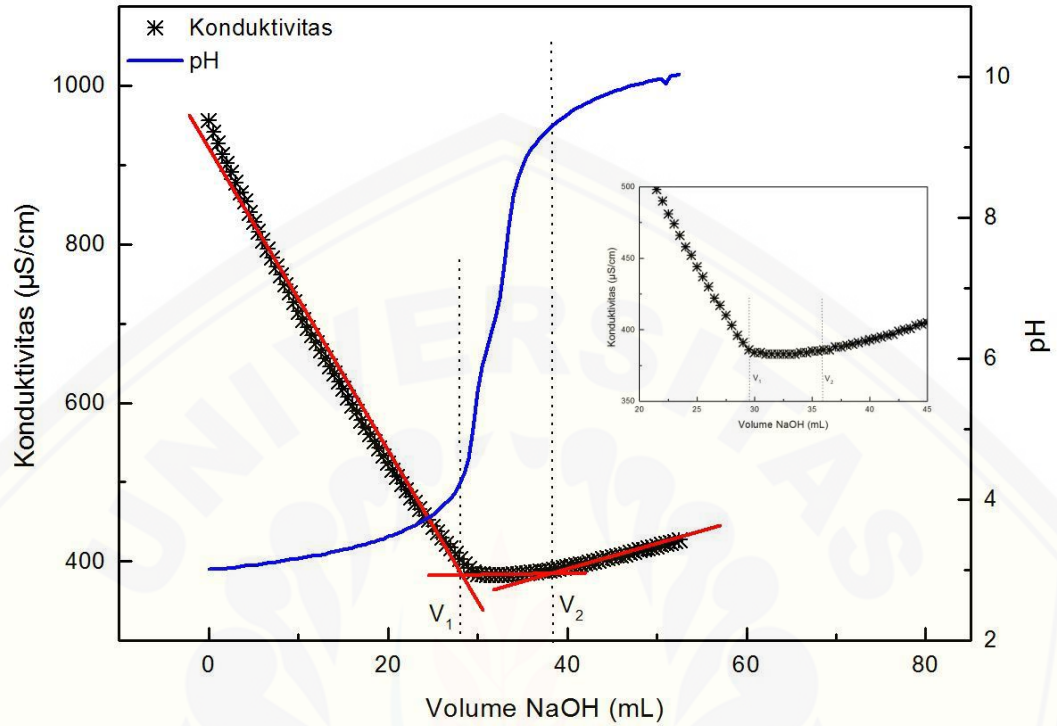


2. Pengulangan 2

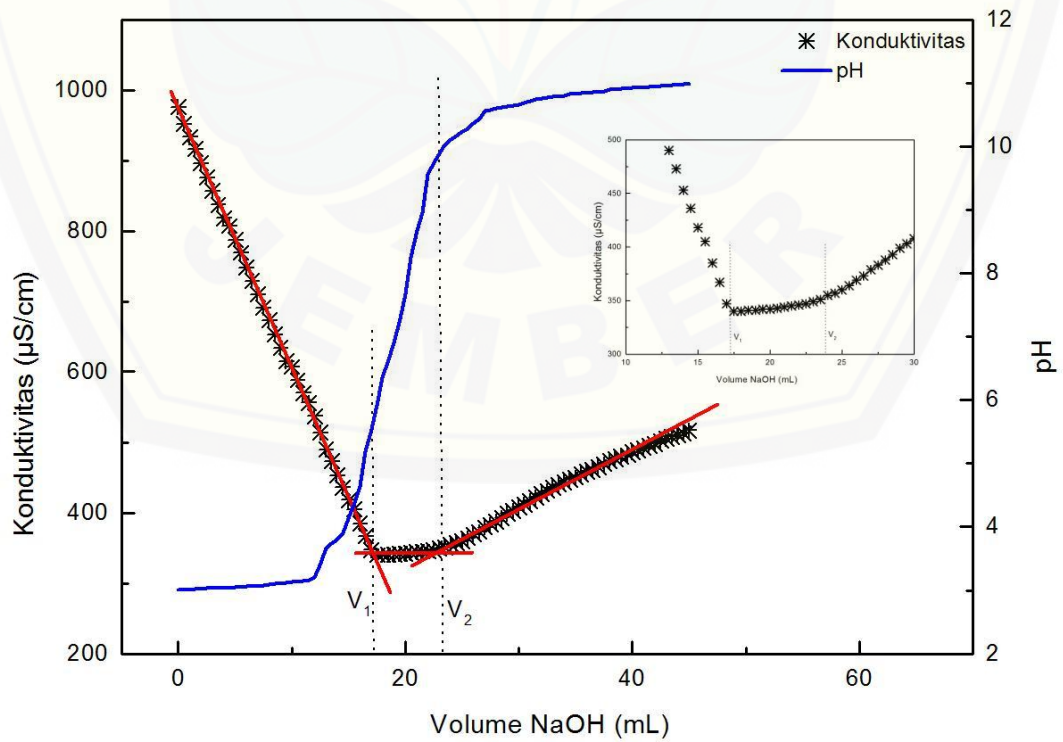


a. NCC 11,3

1. Pengulangan 1



2. Pengulangan 2



4.5.2 Hasil Data Olahan Titrasi Konduktometri

Sampel	C	m	Volume NaOH (mL)			$\Sigma -SO_3^-$ (mmol/Kg)	Rata-rata $\Sigma -SO_3^-$ (mmol/Kg)
			V ₁	V ₂	V ₂ - V ₁		
NCC 8,4			36,15	39,81	3,66	732	672 ± 84,85
			23,71	26,77	3,06	612	
NCC 9,4	10	0,05 g	13,03	16,92	3,88	776	740 ± 50,91
			17,00	20,52	3,52	704	
NCC 10,3	Mmol/L		22,12	28,62	6,50	1300	1313 ± 18,38
			28,04	34,67	6,63	1326	
NCC 11,3			29,20	35,81	6,61	1322	1353 ± 43,84
			16,99	23,91	6,92	1384	

$$\text{Gugus } SO_3^- \text{ (mmol kg}^{-1}\text{)} = \frac{C \times (V_2 - V_1)}{m}$$

C = konsentrasi NaOH
= 0,01 mol/L = 10 mmol/L

Contoh Perhitungan Untuk Penentuan Jumlah Gugus Muatan Pada NCC 8,4

%Padatan tersuspensi= 1,45%

V.suspensi = 3,5 mL

$$\frac{1,45 \text{ g}}{100 \text{ mL}} = \frac{m}{3,5 \text{ mL}} \equiv m = \frac{1,45 \text{ g}}{100 \text{ mL}} \times 3,5 \text{ mL} \equiv m = 0,05 \text{ g}$$

1. Pengulangan 1

$$\begin{aligned} -SO_3^- &= \frac{C \times (V_2 - V_1)}{m} \\ &= \frac{10 \text{ mmol /L} \times (39,81 - 36,15) \times 10^{-3} \text{ L}}{0,05 \times 10^{-3} \text{ g}} \\ &= 732 \text{ mmol.Kg}^{-1} \end{aligned}$$

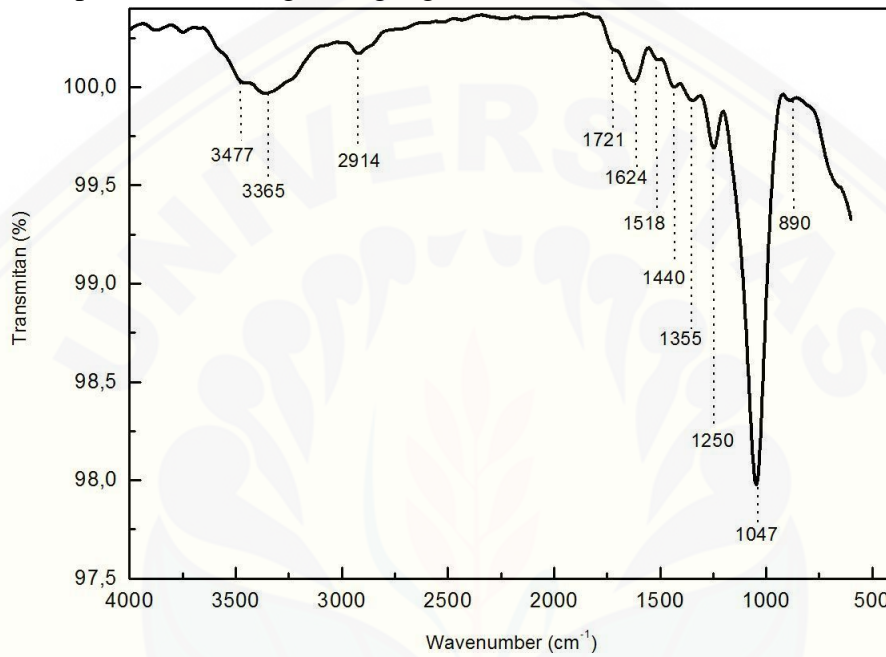
2. Pengulangan 2

$$\begin{aligned} -SO_3^- &= \frac{C \times (V_2 - V_1)}{m} \\ &= \frac{10 \text{ mmol /L} \times (26,77 - 23,71) \times 10^{-3} \text{ L}}{0,05 \times 10^{-3} \text{ g}} \\ &= 616 \text{ mmol.Kg}^{-1} \end{aligned}$$

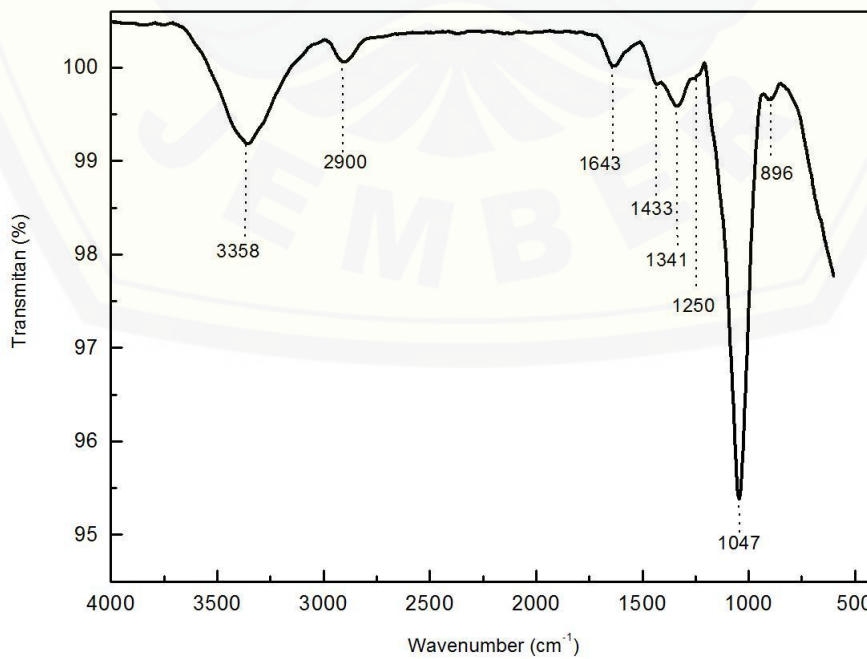
$$\begin{aligned} \text{Rata-rata } -SO_3^- &= \frac{732 \text{ mmol /Kg} + 616 \text{ mmol /Kg}}{2} \\ &= 672 \pm 84,85 \text{ mmol.Kg}^{-1} \end{aligned}$$

Lampiran 4.6 Karakterisasi Menggunakan FTIR

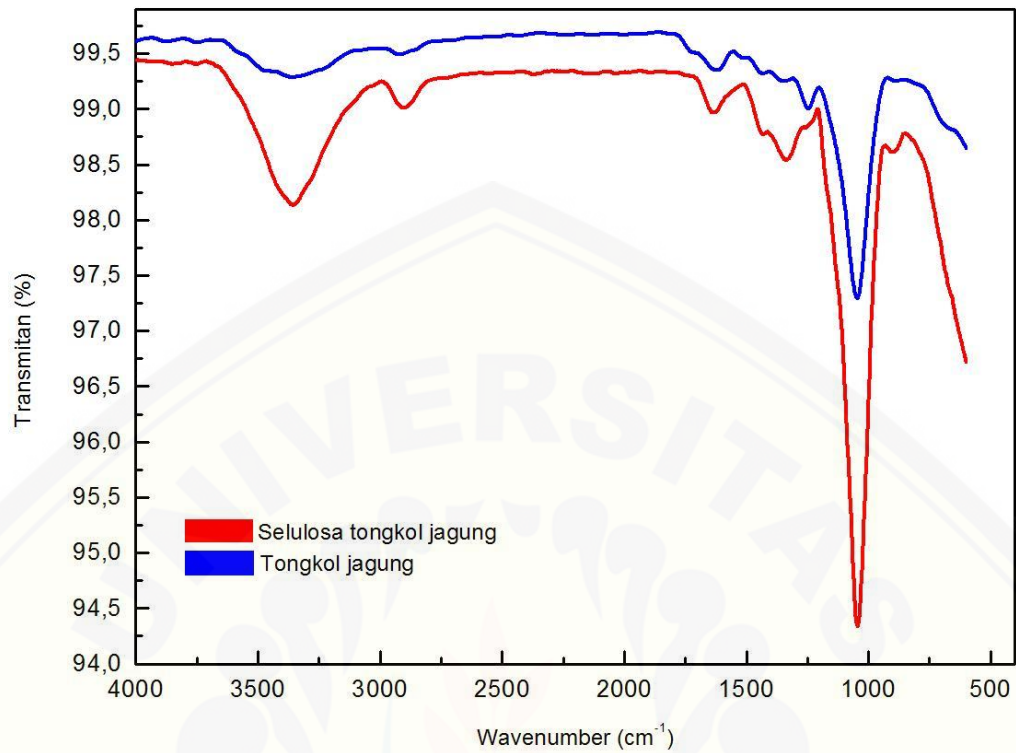
4.6.1 Spektrum IR Tongkol Jagung



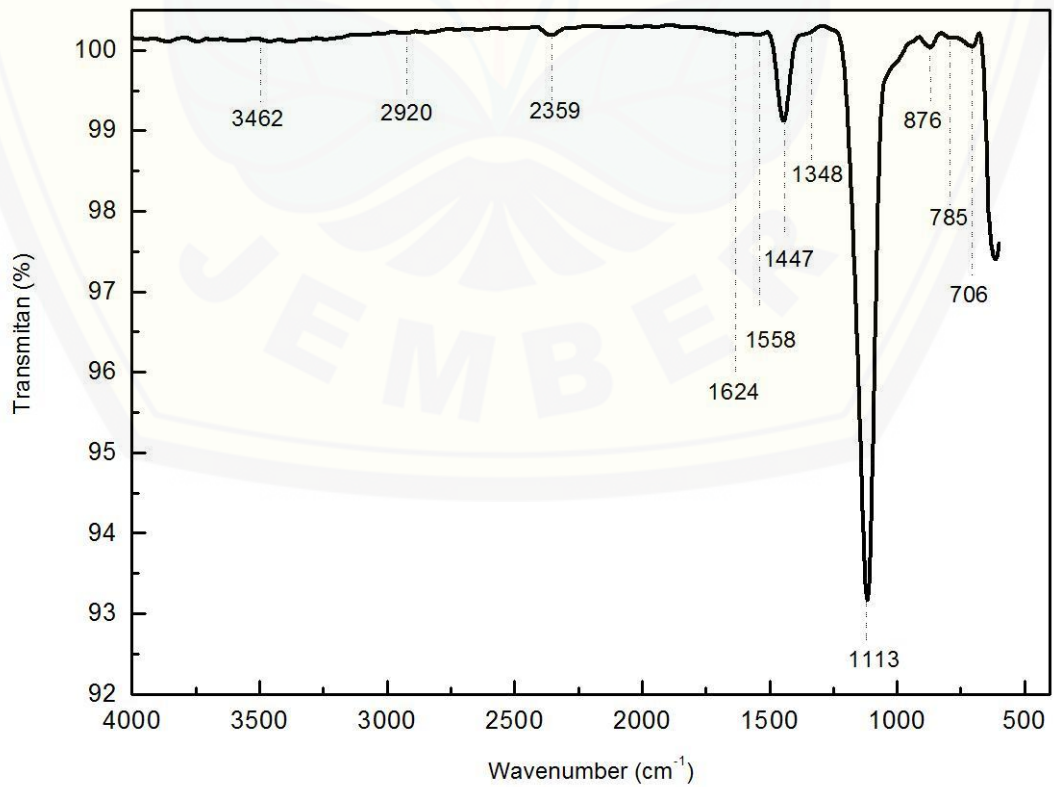
4.6.2 Spektrum IR Selulosa (MCC)



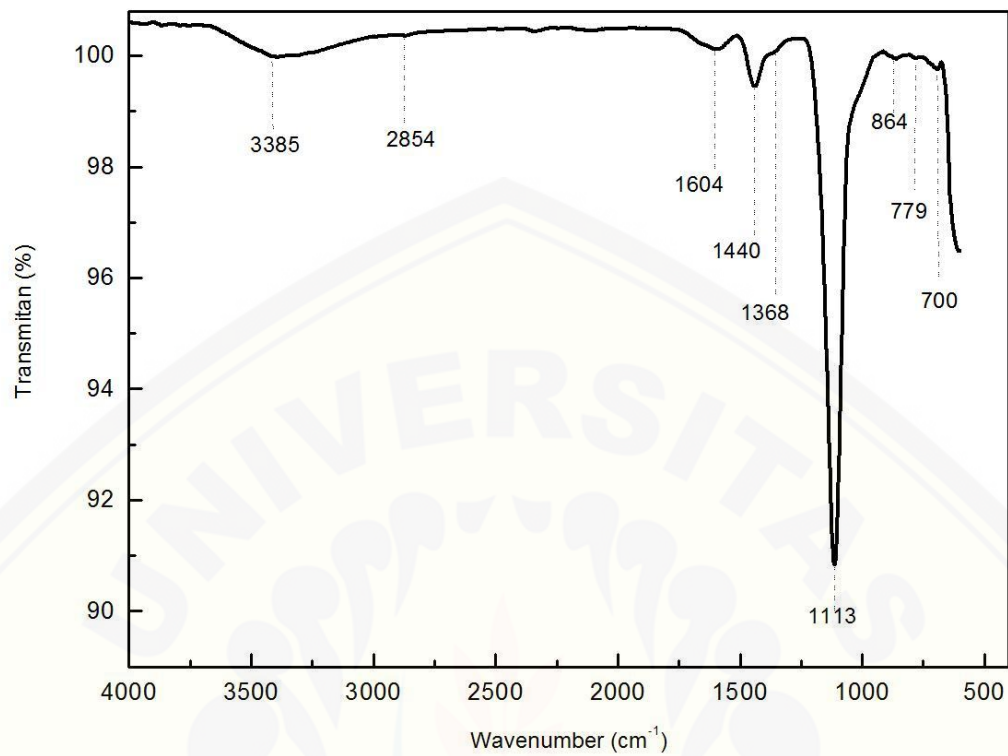
4.6.3 Spektrum IR Gabungan Tongkol Jagung dan MCC



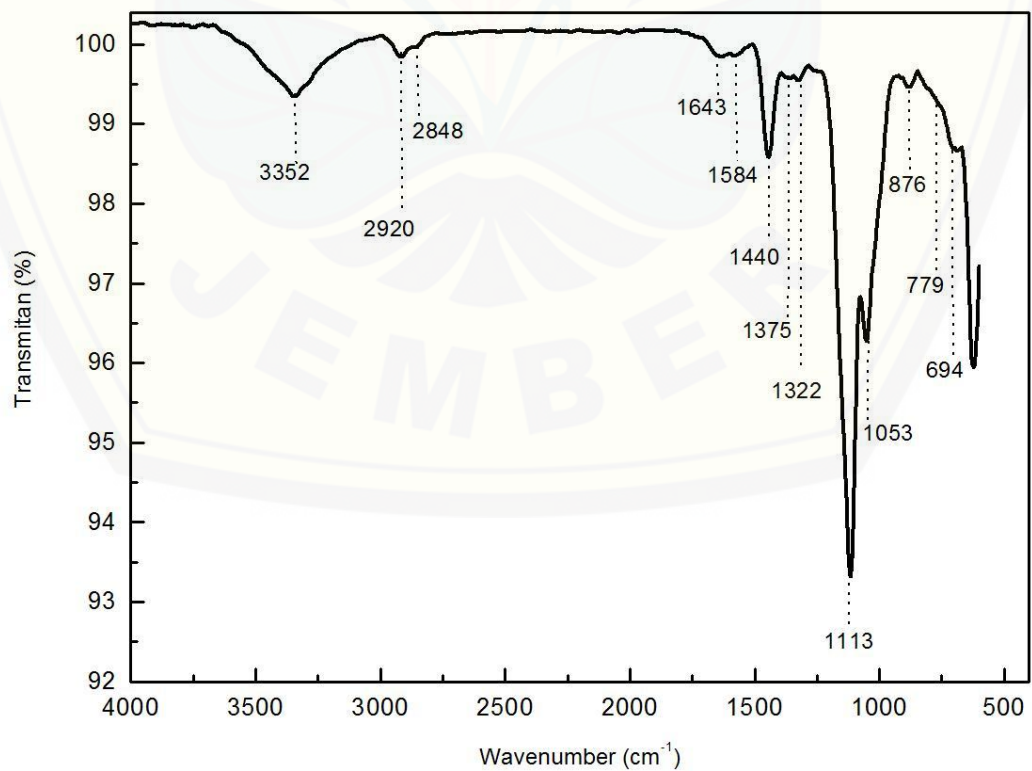
4.6.4 Spektrum IR NCC 8,4



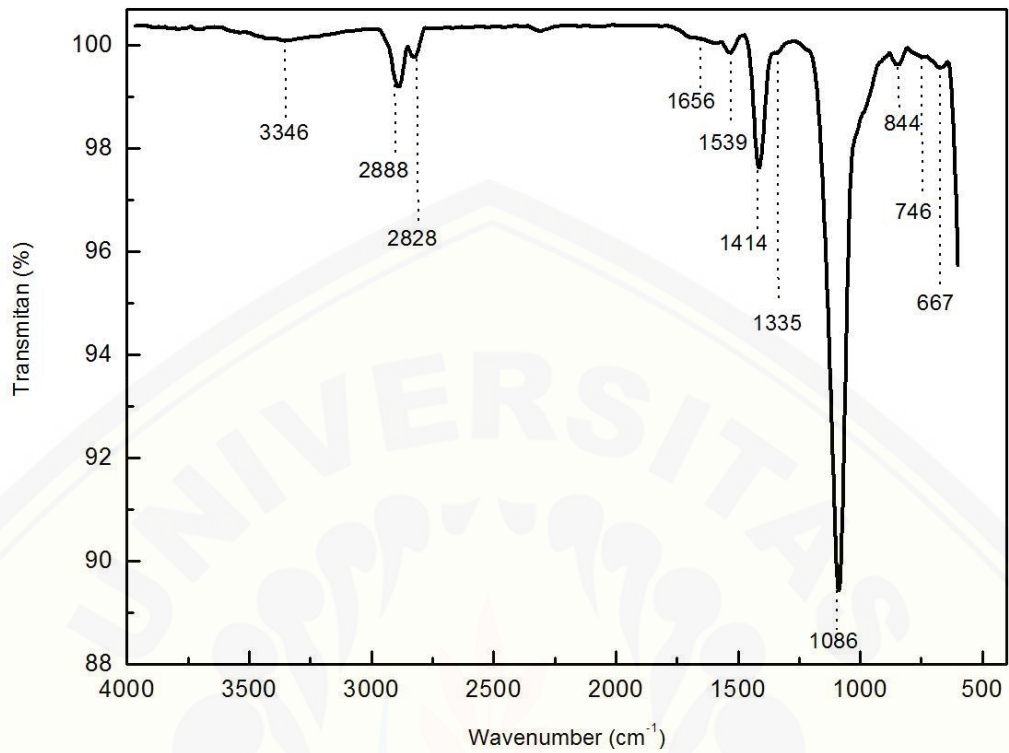
4.6.5 Spektrum IR NCC 9,4



4.6.6 Spektrum IR NCC 10,3



4.6.7 Spektrum IR NCC 11,3



4.6.8 Spektrum IR Gabungan NCC 8,4; NCC 9,4; NCC 10,3 dan NCC 11,3

