



**PREPARASI NANOSELULOSA DARI TONGKOL JAGUNG
DENGAN METODE HIDROLISIS ASAM PADA BERBAGAI
VARIASI WAKTU SONIKASI**

SKRIPSI

Oleh

**Farida Utami
NIM 141810301038**

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



**PREPARASI NANOSELULOSA DARI TONGKOL JAGUNG
DENGAN METODE HIDROLISIS ASAM PADA BERBAGAI
VARIASI WAKTU SONIKASI**

SKRIPSI

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

Oleh

**Farida Utami
NIM 141810301038**

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

PERSEMBAHAN

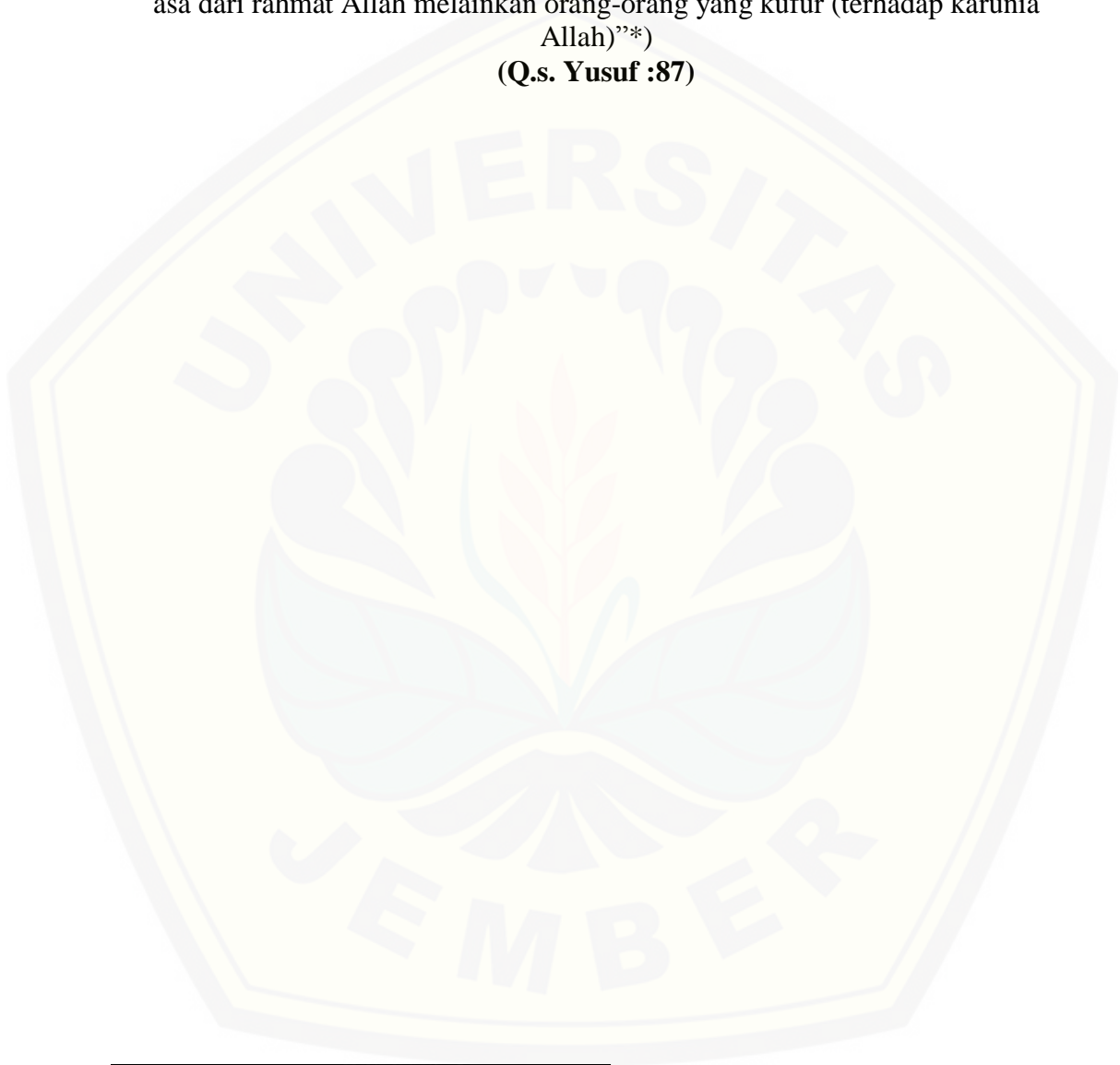
Dengan menyebut nama Allah SWT, skripsi ini saya persembahkan untuk:

1. Kedua orang tua tercinta, ayahanda Abdus Salam dan Ibunda Musrifah. Terima kasih atas segala usaha dan kerja keras yang dilakukan sehingga saya dapat menempuh jenjang pendidikan ini. Terima kasih karena senantiasa mencurahkan kasih sayang, motivasi, dukungan, do'a dan nasehat yang tak terhingga,
2. Adikku tercinta Hofifah Febrianti yang senantiasa menghibur disituasi apapun,
3. Keluarga besar yang senantiasa membantu, mendoakan dan memberikan semangat
4. Dr. Bambang Pilhuharto, S.Si, M.Si dan Tri Mulyono, S.Si, M.Si selaku Dosen Pembimbing, serta Dwi Indarti, S.Si, M.Si dan Novita Andarini S.Si, M.Si selaku Dosen Penguji.
5. Seluruh *civitas* akademika di almamater tercinta, jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

MOTTO

“Dan janganlah kamu berputus asa dari ramat Allah. Sesungguhnya tiada berputus asa dari rahmat Allah melainkan orang-orang yang kufur (terhadap karunia Allah)”*)

(Q.s. Yusuf :87)



*) 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 : Farida Utami

NIM : 141810301038

Menyatakan dengan sesungguhnya bahwa karya ilmiah yang berjudul: “Preparasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung dengan Metode Hidrolisis Asam pada Berbagai Variasi Waktu Sonikasi” adalah benar-benar hasil karya sendiri, kecuali kutipan yang sudah saya sebutkan sebelumnya, belum pernah diajukan pada institusi manapun, 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,

Farida Utami
NIM 141810301038

SKRIPSI

**PREPARASI NANOSELULOSA DARI TONGKOL
JAGUNG DENGAN METODE HIDROLISIS ASAM PADA
BERBAGAI VARIASI WAKTU SONIKASI**

Oleh

Farida Utami
NIM 141810301038

Pembimbing

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

Dosen Pembimbing Anggota : Tri Mulyono, S.Si., M.Si

PENGESAHAN

Skripsi berjudul “Preparasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung dengan Metode Hidrolisis Asam pada Berbagai Variasi Waktu Sonikasi” karya Farida Utami telah diuji dan disahkan pada:

hari, tanggal :

tempat : Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas
Jember

Tim Penguji:

Ketua,

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

Anggota II,

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

Anggota I,

Tri Mulyono, S.Si., M.Si
NIP. 196810021998021001

Anggota III

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

Mengesahkan,
Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam,

Drs. Sujito, Ph.D.
NIP 196102041987111001

RINGKASAN

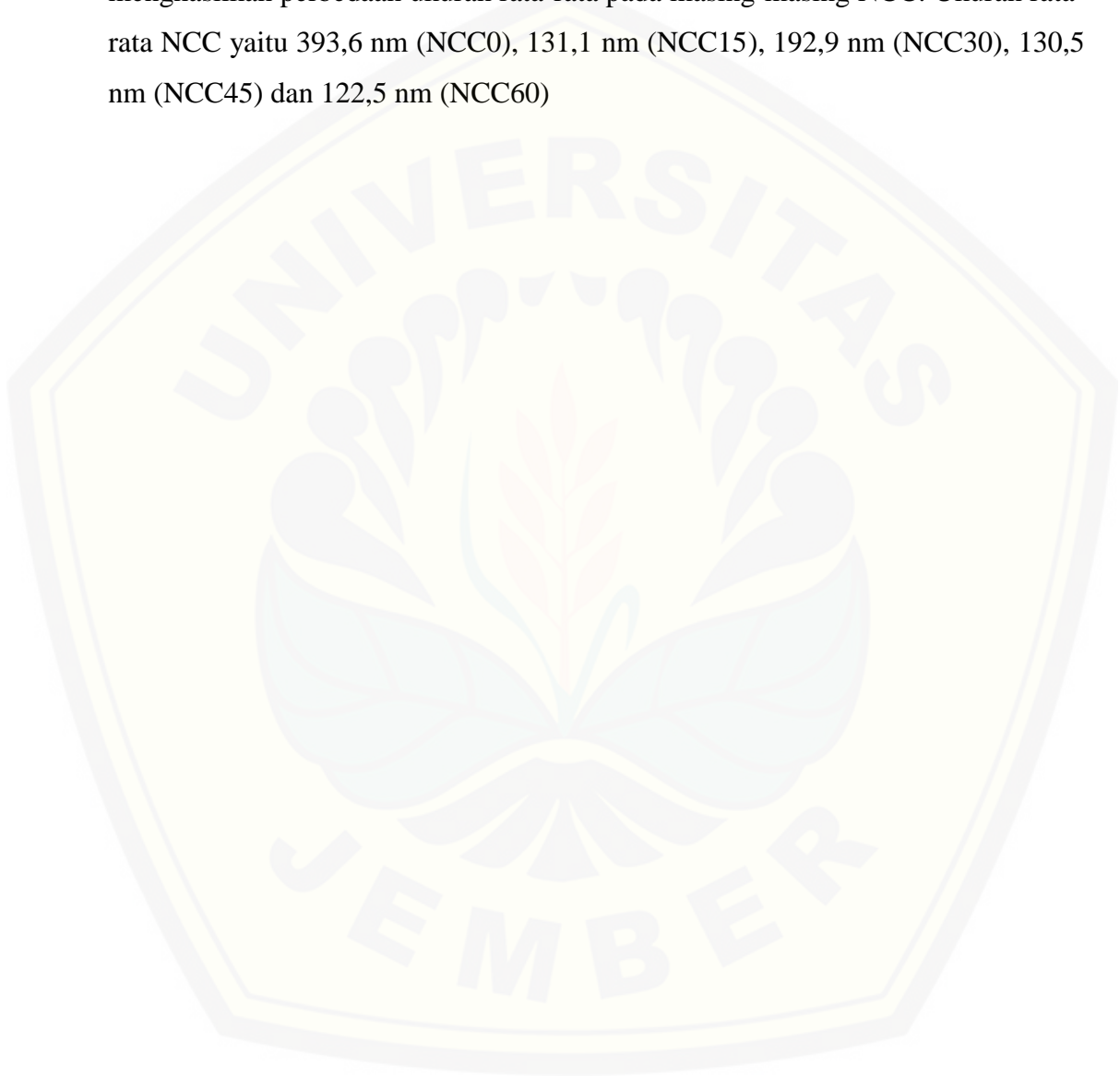
Preparasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung dengan Metode Hidrolisis Asam Pada Berbagai Variasi Waktu Sonikasi; Farida Utami, 141810301038; 2018; 50 halaman; Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

Tongkol jagung (CC) memiliki kandungan kimia seperti selulosa (40-60%), hemiselulosa (20-30%) dan lignin (15-30%). Kandungan selulosa yang tinggi pada tongkol jagung dimanfaatkan dengan mengisolasi selulosa tongkol jagung untuk dimodifikasi menjadi nanoselulosa yang memiliki sifat lebih baik daripada selulosa. Modifikasi selulosa menjadi nanoselulosa dilakukan menggunakan metode hidrolisis asam. Penggunaan metode ini dikarenakan nanoselulosa yang diperoleh memiliki sifat kristalinitas dan luas permukaan yang besar serta memiliki kekuatan mekanik yang tinggi. Metode ini diikuti dengan perlakuan sonikasi yang akan berperan dalam melakukan disintegrasi partikel akibat timbulnya agregat dalam selulosa.

Isolasi selulosa dari tongkol jagung (CCC) dilakukan melalui proses delignifikasi dengan menggunakan larutan NaOH 3% (b/v) selama 3 jam dan diikuti dengan proses *bleaching* menggunakan larutan NaClO 1,4% (b/v) selama 2 jam. Selulosa yang berhasil diisolasi kemudian dihidrolisis menggunakan asam sulfat 48,8% (b/v) selama 1 jam. Proses hidrolisis diikuti sonikasi yang dilakukan menggunakan daya 200 Watt pada berbagai variasi waktu yaitu 0; 15; 30; 45; dan 60 menit. Nanoselulosa tongkol jagung (NCC) dikarakterisasi menggunakan FTIR untuk menentukan perbedaan gugus fungsi. Jumlah gugus bermuatan ($-\text{OSO}_3^-$) pada NCC dihitung menggunakan metode titrasi konduktometri sedangkan ukuran partikel NCC dianalisis menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA).

Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa, NCC yang dibuat dengan variasi waktu sonikasi tidak menghasilkan perbedaan spektrum serapan pada IR. Analisis FTIR menunjukkan bahwa NCC tidak mengalami perubahan struktur seiring dengan bertambahnya waktu sonikasi. Jumlah gugus bermuatan ($-\text{OSO}_3^-$) pada

NCC semakin banyak seiring dengan bertambahnya waktu sonikasi. Jumlah gugus bermuatan ($-\text{OSO}_3^-$) berturut turut yaitu 3505,61 mmol/Kg (NCC0), 6720,43 mmol/Kg (NCC15), 7687,24 mmol/Kg (NCC30), 9828,39 mmol/Kg (NCC45), dan 14.078,84mmol/Kg (NCC60). Analisis ukuran partikel dengan PSA menghasilkan perbedaan ukuran rata-rata pada masing-masing NCC. Ukuran rata-rata NCC yaitu 393,6 nm (NCC0), 131,1 nm (NCC15), 192,9 nm (NCC30), 130,5 nm (NCC45) dan 122,5 nm (NCC60)



PRAKATA

Puji syukur kehadirat Allah SWT. atas segala rahmat dan karunia-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul “Preparasi Nanoselulosa dari Tongkol Jagung dengan Metode Hidrolisis Asam pada Berbagai Variasi Waktu Sonikasi”. Skripsi ini disusun untuk memenuhi salah satu syarat menyelesaikan pendidikan strata satu (S1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Jember.

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

1. Drs. 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. 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 serta memberikan motivasi, bimbingan dan arahan dalam penulisan skripsi ini;
4. Dwi Indarti, S.Si., M.Si dan Novita Andarini, S.Si., M.Si selaku Dosen Penguji yang telah berkenan untuk menguji skripsi ini dan memberikan nasehat, koreksi, kritik dan saran untuk pengembangan diri dan menyempurnakan penyusunan skripsi;
5. Yeni Maulida Muflihah, S.Si., M.Si dan Drs. Busroni, M.Si selaku dosen Pembimbing Akadenik yang telah membimbing selama penulis menjadi mahasiswa;
6. Seluruh dosen, staff, dan karyawan jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas yang telah membantu dan memberikan dukungan selama pengerjaan skripsi ini;
7. Teman-teman kimia angkatan 2014 selaku keluarga diperantauan tempat saling berbagi suka dan duka, berjuang, berbagi pengalaman, terima kasih atas semangat, doa, dan bantuan sejak awal bertemu;

8. Serta orang- orang yang turut membantu dalam penulisan skripsi ini

Akhirnya penulis berharap, semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan.

Jember,Desember 2018

Penulis



DAFTAR ISI

	Halaman
HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSEMBAHAN	ii
HALAMAN MOTTO	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PEMBIMBING	v
HALAMAN PENGESAHAN	vi
RINGKASAN	vii
PRAKATA	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR LAMPIRAN	xv
BAB 1. PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	3
1.3 Batasan Masalah	3
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 Sumber Selulosa.....	7
2.2.2 Isolasi Selulosa.....	9
2.3 Nanoselulosa	10
2.3.1 Sumber Nanoselulosa.....	12
2.3.2 Preparasi Nanoselulosa	12
2.4 Ultrasonikasi	14
2.5 Karakterisasi Nanoselulosa	15
2.5.1 Titrasi Konduktometri	15
2.5.2 <i>Fourier Transmission Infra Red (FTIR)</i>	16
2.5.3 <i>Particle Size Analyzer (PSA)</i>	18
BAB 3. METODE PENELITIAN	20
3.1 Tempat dan Waktu Penelitian	20
3.2 Alat dan Bahan	20
3.2.1 Alat.....	20
3.2.2 Bahan	20
3.3 Diagram Alir	21

3.4 Prosedur Penelitian	22
3.4.1 Isolasi Selulosa	22
a. Delignifikasi	22
b. <i>Bleaching</i>	22
3.4.2 Preparasi Nanoselulosa	22
a. Hidrolisis Asam	22
b. Sonikasi.....	23
3.4.3 Karakterisasi	24
a. Titrasi Konduktometri.....	24
b. <i>Fourier Transform Infra Red</i> (FTIR).....	24
c. <i>Paricle Size Analiyzer</i> (PSA)	25
3.4.4 Preparasi Larutan Sediaan	25
a. Pembuatan Larutan NaOH 3% (b/v).....	25
b. Pembuatan Larutan NaClO 1,4% (b/v).....	25
c. Pembuatan Larutan H ₂ SO ₄ 48,8% (b/b).....	26
d. Pembuatan Larutan Na ₂ CO ₃ 5% (b/v)	26
e. Pembuatan Larutan NaOH 0,01 M	26
f. Pembuatan Larutan NaCl 0,01 M	26
g. Pembuatan Larutan HCl 0,1 M.....	27
h. Pembuatan Larutan Asam Oksalat 0,01 M	27
 BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN	 29
4.1 Pengaruh Waktu Sonikasi Terhadap Perubahan Struktur Nanoselulosa	33
4.2 Pengaruh Waktu Sonikasi Terhadap Jumlah Gugus Bermuatan Nanoselulosa	38
4.3 Pengaruh Waktu Sonikasi Terhadap Ukuran Partikel Nanoselulosa	40
 BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN	 44
5.1 Kesimpulan	44
5.2 Saran	44
 DAFTAR PUSTAKA	 45
LAMPIRAN	51

DAFTAR TABEL

	Halaman
2.1 Sumber-sumber Selulosa Pada Tanaman	8

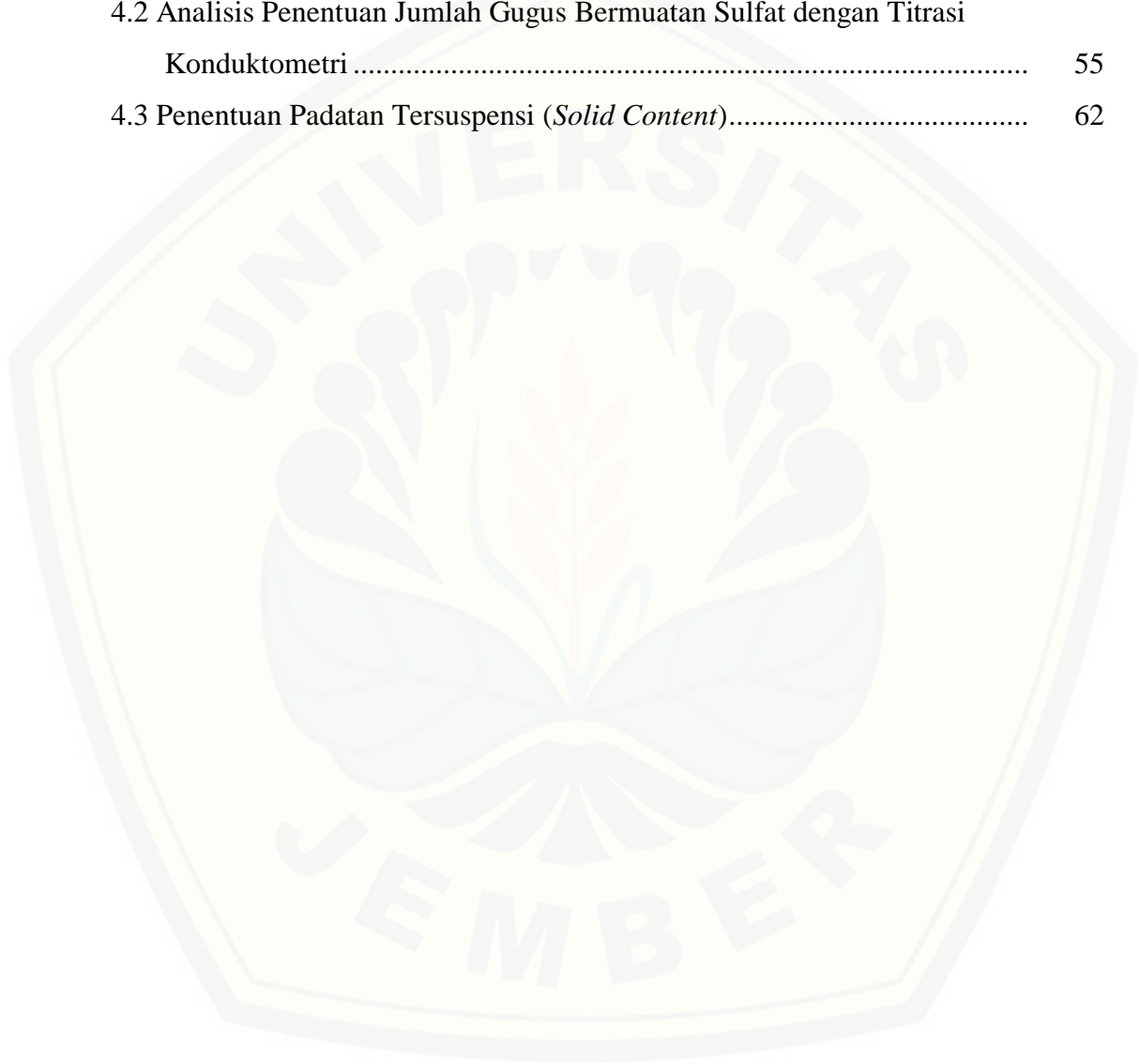


DAFTAR GAMBAR

	Halaman
2.1 Struktur Molekul Selulosa	6
2.2 Selulosa,Lignin dan Hemiselulosa Dalam Biomassa Tanaman	9
2.3 Mekanisme Reaksi Hidrolisis Asam Pada Sselulosa	14
2.4 Pembuatan Nanoselulosa dengan Ultrasonikasi	15
2.5 Kurva Titrasi Konduktometri.....	16
2.6 Spektrum FTIR Serbuk Tongkol Jagung (CC), Selulosa (TCC) dan Nanoselulosa dengan Hidrolisis Asam Selama 30 Menit (CNC)	17
3.1 Diagram Alir Penelitian	21
4.1 Isolasi Selulosa Dari Tongkol Jagung.....	30
4.2 Hasil Preparasi Nanoselulosa.....	31
4.3 Padatan Tersuspensi Nanoselulosa	32
4.4 Mekanisme Hidrolisis Selulosa Menjadi Nanoselulosa	33
4.5 Spektrum FTIR tongkol jagung (CC) dan selulosa tongkol jagung (CCC).....	34
4.6 Spektrum FTIR selulosa tongkol jagung (CCC), nanoselulosa sonikasi 0 menit (NCC0), nanoselulosa sonikasi 15 menit (NCC15), nanoselulosa sonikasi 30 menit (NCC45), nanoselulosa sonikasi 45 menit (NCC45) dan nanoselulosa sonikasi 60 menit (NCC60)	35
4.7 Bagian-bagian Spektrum FTIR Nanoselulosa.....	37
4.8 Kurva Titrasi Konduktometri NCC	38
4.9 Jumlah Gugus Bermuatan Sulfat (-OSO ₃ ⁻) Nanoselulosa Dalam Berbagai Variasi Waktu Sonikasi.....	39
4.10 Kurva Distribusi Ukuran Partikel.....	40
4.11 Hasil Analisis Ukuran Partikel dengan PSA.....	41

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
3.1 Pembuatan Larutan	50
4.1 Penentuan Padatan Tersuspensi (<i>Solid Content</i>).....	54
4.2 Analisis Penentuan Jumlah Gugus Bermuatan Sulfat dengan Titrasi Konduktometri	55
4.3 Penentuan Padatan Tersuspensi (<i>Solid Content</i>).....	62



BAB 1. PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Jagung merupakan komoditas yang cukup penting bagi Indonesia. Komoditas ini merupakan salah satu pangan pokok bagi beberapa penduduk Indonesia. Selain itu, jagung juga merupakan bahan pakan utama peternakan unggas serta bahan baku industri olahan (Badan Pengkajian dan Pengembangan Perdagangan Kementerian Perdagangan Republik Indonesia, 2017). Produksi jagung di Indonesia pada tahun 2016 sebesar 23.578.293 ton. Jumlah tersebut mengalami peningkatan mencapai 20,22% dibandingkan tahun sebelumnya yang hanya mencapai 19.612.435 ton. Produksi jagung ini tersebar di hampir seluruh wilayah Indonesia, terutama di pulau Jawa (Badan Pusat Statistik, 2017).

Pemanfaatan jagung umumnya hanya pada bagian dagingnya saja, sedangkan bagian tongkol dan kulitnya akan menjadi limbah sehingga tidak dimanfaatkan dengan baik. Tongkol jagung memiliki kandungan kimia seperti selulosa (40-60%), hemiselulosa (20-30%) dan sisanya adalah lignin (15-30%). Zat-zat kimia tersebut dapat berguna apabila dimanfaatkan dengan tepat khususnya selulosa (Shofiyanto, 2008). Selulosa dalam tongkol jagung merupakan polisakarida yang memiliki rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$ dan dapat tersusun dari 2000-3000 monomer glukosa (Han *et al.*, 1995). Selulosa sering digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan kertas karena seratnya mempunyai kekuatan dan ketahanan yang tinggi (Zugeinmaier, 2008).

Selulosa dapat dimodifikasi menjadi nanoselulosa yang memiliki sifat yang lebih baik. Nanoselulosa merupakan selulosa dengan ukuran kurang dari 100 nm. Nanoselulosa memiliki keunggulan dibandingkan dengan selulosa, antara lain densitasnya rendah, memiliki reaktivitas kimia yang tinggi, kekuatan dan modulusnya tinggi. Sifat-sifat tersebut membuat nanoselulosa memiliki potensi dengan nilai guna tinggi dan dapat diaplikasikan lebih meluas. Aplikasi nanoselulosa yang akhir-akhir ini banyak diminati, seperti bahan untuk *filler*

nanokomposit, penstabil suspensi, pengental, dan juga sebagai bahan produksi kertas (Biao *et al.*, 2011).

Metode pembuatan selulosa mempengaruhi sifat dari nanoselulosa. Berbagai metode telah digunakan dalam pembuatan nanoselulosa, seperti metode mekanik (tekanan tinggi), kimia (hidrolisis asam dan oksidasi 2,2,6,6-tetramethylpiperidine 1-oxyl (TEMPO) dan enzimatik (Effendi *et al.*, 2015). Metode yang banyak digunakan dalam pembuatan nanoselulosa adalah metode kimia dengan hidrolisis asam. Metode ini akan menghilangkan bagian amorf selulosa dan nanoselulosa yang diperoleh memiliki sifat kristalinitas, luas permukaan yang besar dan kekuatan mekanik yang tinggi (Biao *et al.*, 2011). Selain metode pembuatan, faktor yang mempengaruhi sifat nanoselulosa adalah sumber selulosa. Selulosa dapat diperoleh dari berbagai sumber tanaman antara lain tebu, kapas, jerami dan tongkol jagung (Zugeinmaier, 2008).

Penelitian tentang nanoselulosa yang bersumber dari tongkol jagung telah dilakukan oleh Silverio (2013) secara hidrolisis asam menggunakan asam sulfat 48,84% pada suhu 45 °C. Penelitian ini menggunakan variasi waktu hidrolisis yaitu 30, 60 dan 90 menit. Hasilnya menunjukkan bahwa waktu optimum untuk hidrolisis adalah 60 menit dengan kristalinitas (83,7%) dan memiliki panjang 210 ± 44,2 nm serta diameter 4,15 ± 1,08 nm. Sementara waktu hidrolisis 90 menit menyebabkan kerusakan struktur dibagian kristalinnnya walaupun ukuran nanoselulosa yang dihasilkan lebih kecil.

Secara umum, metode kimia juga diikuti dengan perlakuan sonikasi untuk melengkapi metode hidrolisis asam. Sonikasi berperan dalam melakukan disintegrasi partikel akibat timbulnya agregat dalam selulosa (Chen *et al.*, 2011). Penelitian tentang sonikasi telah dilakukan oleh Yan *et al.*, (2014) menggunakan sonikator dengan daya 600 W dan 900 W dengan waktu sonikasi 10, 20 dan 30 menit. Nanoselulosa yang dihasilkan memiliki ukuran terkecil 28,7 nm pada waktu sonikasi 30 menit. Sonikasi juga dapat mempengaruhi ukuran partikel kaolin. Franco (2004) telah melakukan penelitian tentang pengaruh waktu sonikasi terhadap ukuran partikel kaolin. Kaolin disonikasi selama 0, 10 dan 20 jam menggunakan sonikator dengan daya 750 W. Ukuran partikel yang didapat

mencapai 360 nm. Hasil penelitian menyebutkan bahwa kaolin mengalami pengurangan ukuran partikel seiring dengan bertambahnya waktu sonikasi.

Berdasarkan uraian tersebut, penelitian ini akan mempreparasi nanoselulosa dari tongkol jagung menggunakan metode hidrolisis asam disertai sonikasi. Dalam penelitian ini, akan dikaji pengaruh waktu sonikasi terhadap nanoselulosa yang dihasilkan. Dalam penelitian ini, sonikasi yang digunakan memiliki daya 200 Watt dengan variasi waktu 0, 15, 30, 45 dan 60 menit.

1.2 Rumusan masalah

Metode sonikasi sering digunakan bersama dengan metode hidrolisis dalam pembuatan nanoselulosa. Sonikasi berperan untuk mendisintegrasi partikel selulosa sehingga menghasilkan partikel dengan ukuran nano. Dengan demikian, rumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Bagaimana pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap perubahan struktur dan jumlah gugus bermuatan pada nanoselulosa
2. Bagaimana pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap perubahan ukuran partikel dari nanoselulosa

1.3 Batasan Masalah

Adapun batasan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Serbuk tongkol jagung diayak dengan ayakan 60 mesh
2. Proses hidrolisis dilakukan menggunakan asam sulfat (H_2SO_4) 48,8% (b/v) selama 60 menit pada suhu 45 °C
3. Waktu sonikasi yang digunakan yaitu 0 menit, 15 menit, 30 menit, 45 menit dan 60 menit
4. Sonikasi menggunakan sonikator dengan daya 200 Watt
5. Jumlah gugus bermuatan diukur menggunakan metode titrasi konduktometri
6. Analisis gugus fungsi diukur menggunakan *Fourier Transmission Infra Red* (FTIR)

7. Ukuran partikel nanoselulosa diukur menggunakan *Particle Size Analyzer* (PSA)

1.4 Tujuan penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Mengkaji pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap perubahan struktur dan jumlah gugus bermuatan pada nanoselulosa
2. Mengkaji pengaruh variasi waktu sonikasi terhadap perubahan ukuran partikel dari nanoselulosa

1.5 Manfaat Penelitian

Preparasi nanoselulosa menggunakan tongkol jagung berguna untuk meningkatkan nilai tambah tongkol jagung yang digunakan sebagai material awal. Selain itu, juga dapat digunakan untuk pengembangan produksi nanoselulosa yang diperoleh dari sumber bahan alam yang dapat diperbaharui.

BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Jagung

Indonesia merupakan salah satu negara penghasil biomassa yang besar. Luas panen tanaman jagung di Indonesia sangat besar. Menurut data Badan Pusat Statistik (2017), luas panen tanaman jagung sepanjang tahun 2016 mencapai 4.444.343 m². Produksi jagung di Indonesia rata-rata juga mengalami peningkatan dari tahun ke tahun. Pada tahun 2016, produksi jagung sebesar 23.578.293 ton sedangkan pada tahun 2015 hanya 19.612.435 ton. Peningkatan produksi jagung ini mencapai 20,22%. Peningkatan produksi juga ditunjang dengan peningkatan produktivitas jagung sebesar 2,45% pada tahun yang sama.

Berikut ini adalah klasifikasi tanaman jagung dalam sistem taksonomi:

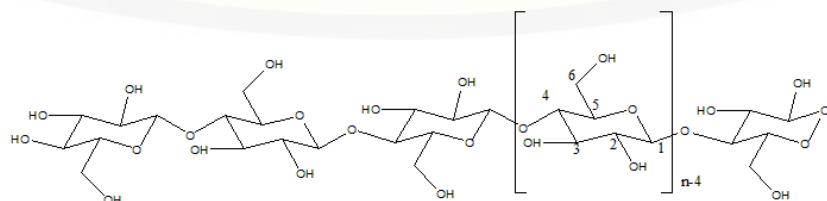
Kingdom	: <i>Plantae</i>
Divisio	: <i>Spermstophyta</i>
Subdivisi	: <i>Angiospermae</i>
Kelas	: <i>Monocotyledoneae</i>
Ordo	: <i>Poales</i>
Famili	: <i>Poaceae</i>
Genus	: <i>Zea</i>
Spesies	: <i>Zea mays L.</i>

Bagian-bagian jagung tidak seluruhnya dapat digunakan. Jagung umumnya hanya dimanfaatkan bagian dagingnya, sisanya akan menjadi limbah. Limbah jagung dapat berupa kulit dan tongkol jagung. Menurut Koswara (1991), 30% dari keseluruhan berat jagung merupakan bagian tongkolnya. Presentase limbah dari bagian tongkol jagung akan menyebabkan penumpukan limbah yang sangat besar apabila dilihat dari tingginya produksi jagung di Indonesia. Limbah dari tongkol jagung selama ini tidak termanfaatkan dengan baik. Limbah tongkol jagung kebanyakan digunakan sebagai bahan bakar tradisional, bahkan ada yang hanya dibakar begitu saja. Limbah tongkol jagung memiliki potensi manfaat lain daripada dibakar begitu saja. Kandungan kimia tongkol jagung dapat berguna

apabila dimanfaatkan dengan tepat. Limbah tongkol jagung mengandung bahan kimia seperti selulosa (40-60%), hemiselulosa (20-30%) dan sisanya adalah lignin (15-30%) (Shofiyanto, 2008).

2.2 Selulosa

Selulosa merupakan polimer yang tersusun dari monomer-monomer glukosa yang berikatan satu dengan yang lain melalui ikatan β -1,4 glikosidik (Gambar 4.1). Ikatan antara monomer glukosa satu dengan yang lain terbentuk dari eliminasi satu molekul air diantara gugus hidroksil pada karbon nomor 1 dan karbon nomor 4 (Fengel dan Wegener, 1984). Selulosa merupakan polisakarida yang memiliki rumus molekul $(C_6H_{10}O_5)_n$. Selulosa sendiri dapat tersusun dari 2000-3000 monomer glukosa (Han *et al.*, 1995). Selulosa memiliki berat molekul yang beragam mulai dari 50.000 sampai 2,5 juta gram per mol tergantung dengan sumbernya. Ukuran rantai molekul sebuah polimer dinyatakan sebagai Derajat Polimerisasi (DP). Derajat polimerisasi dihitung dengan cara membagi berat molekul polimer dengan berat molekul monomernya. Derajat polimerisasi selulosa dihitung dengan cara membagi berat molekul selulosa dengan berat molekul glukosa sebagai monomernya (Fengel dan Wegener, 1984). Selulosa merupakan polimer yang tidak larut dalam pelarut air. Polimer selulosa relatif stabil. Kestabilan ini didapat dari adanya ikatan hidrogen didalamnya (Frone *et al.*, 2011). Ikatan hidrogen juga menjadi penyebab selulosa tidak larut dalam pelarut organik. Ikatan hidrogen antar dan intra molekul akan terbentuk dari gugus-gugus hidroksi yang berinteraksi. Ikatan hidrogen tersebut harus diputuskan untuk melarutkan selulosa (Granström, 2009).



Gambar 2.1 Struktur molekul selulosa (Klemm *et al.*, 2011)

Selulosa tersusun oleh dua bagian, yaitu bagian berkrystal yang rantainya tersusun secara teratur dan bagian amorf dengan susunan rantai yang tidak teratur. Komposisi keduanya berbeda, bagian berkrystal mencapai 50-90% dari keseluruhan bagian selulosa dan sisanya merupakan bagian amorf (Aziz *et al.*, 2002). Oleh sebab itu, pada umumnya selulosa bersifat kristalin karena derajat kristalinitasnya tinggi. Derajat kristalinitas suatu polimer akan berpengaruh terhadap sifat dari polimer (Sjostrom, 1981). Sifat kristalinitas selulosa yang tinggi dimanfaatkan sebagai penguat yang cocok dalam aplikasi komposit (Bhattacharya *et al.*, 2008).

Selulosa dapat dibedakan menjadi 3 berdasarkan kelarutannya dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17,5% dan derajat polimerisasinya. Ketiga jenis selulosa itu adalah selulosa α , selulosa β , dan selulosa γ . Selulosa α merupakan selulosa yang berantai panjang, tidak dapat larut dalam NaOH 17,5 % dan memiliki derajat polimerisasi 600-1500. Tingkat kemurnian selulosa hasil isolasi ditentukan oleh selulosa α . Selulosa β merupakan selulosa yang berantai pendek, mudah larut dalam NaOH 17,5% dan memiliki derajat polimerisasi 15-90. Selulosa γ merupakan selulosa yang berantai pendek, mudah larut dalam NaOH 17,5% dan memiliki derajat polimerisasi kurang dari 15 (Sumada *et al.*, 2011).

2.2.1 Sumber Selulosa

Selulosa merupakan komponen dengan kandungan yang cukup banyak dalam sel tanaman karena selulosa merupakan penyusun utama dinding sel dan serat tanaman (Tabel 2.1). Posisi selulosa pada tanaman dikelilingi oleh lignin dan hemiselulosa yang saling berikatan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 2.2. Kondisi ini menyebabkan selulosa tidak pernah ditemui dalam kondisi murni di alam. Fakta tersebut juga menjadi penyebab terhambatnya proses hidrolisis selulosa. Lignin dan hemiselulosa akan menghalangi jalannya proses hidrolisis selulosa yang terletak didalamnya (Sjostrom, 1995). Oleh sebab itu, akan membutuhkan proses yang panjang untuk menghilangkan keduanya (Bhimte dan

Tayade, 2007). Hidrolisis selulosa terjadi dengan memecah ikatan β -1,4 glikosidik pada serat selulosa sehingga menjadi monomer-monomernya. Proses hidrolisis dilakukan dengan cara hidrolisis asam atau enzimatis. Hidrolisis asam yaitu hidrolisis yang menggunakan larutan asam sebagai katalis untuk memecah ikatannya sedangkan hidrolisis enzimatis menggunakan perantara enzim sebagai pemecah ikatannya. Hidrolisis selulosa yang sempurna akan menghasilkan monomernya yaitu glukosa (monosakarida). Hidrolisis yang tidak sempurna akan menghasilkan disakarida dari selulosa yaitu selobiosa, artinya selulosa tidak mampu terpecah menjadi monomernya (Fan *et al.*, 1982).

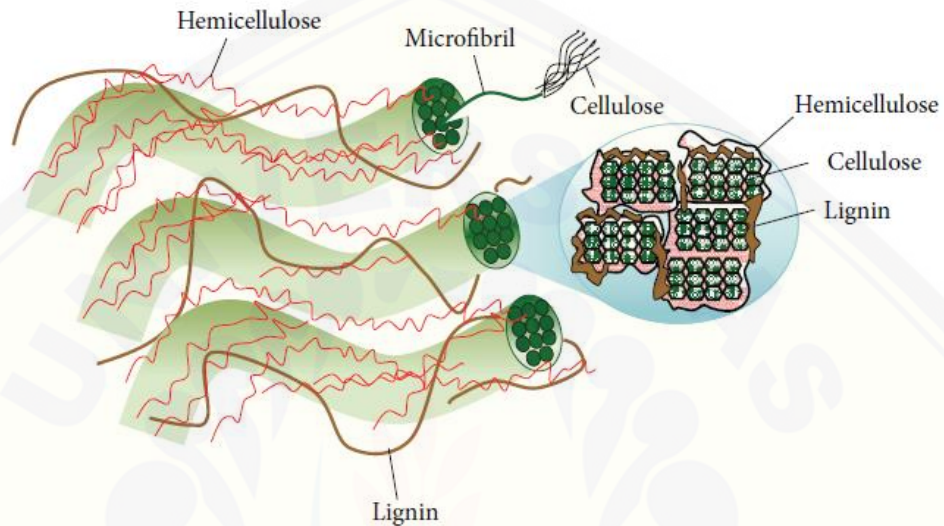
Tabel 2.1 Senyawa kimia dalam Berbagai Sumber yang Mengandung Selulosa

Sumber	Komposisi (%)			
	Selulosa	Hemiselulosa	Lignin	Ekstrak
Hardwood	43-47	25-35	16-24	
Softwood	40-44	25-29	25-31	2-8
Tebu	40	30	20	1-5
Coir	32-43	10-20	43-49	10
Tongkol Jagung	45	35	15	4
Tangkai jagung	35	25	35	5
Kapas	95	2	1	5
Flax (dibasahi)	71	21	2	0,4
Flax (tidak dibasahi)	63	12	3	6
Hemp	70	22	6	13
Henequen	78	4-8	13	2
Istle	73	4-8	17	4
Jute	71	14	13	2
Kenaf	36	21	18	2
Rami	76	17	1	6
Sisal	73	14	11	2
Sun	80	10	6	3
Jerami	30	50	15	5

(Sumber: Zugenmaier, 2008)

Selain dari tanaman, selulosa juga dapat diperoleh dari mikroorganisme seperti bakteri, alga dan jamur. *Acetobacter xylum* merupakan bakteri yang dapat memproduksi selulosa secara ekstraseluler (Klemm *et al.*, 1998). Bakteri ini dapat menghasilkan selulosa dalam jumlah yang tinggi dibandingkan dengan mikroorganisme dari jenis alga dan jamur. Alga dan jamur menghasilkan selulosa secara enzimatik melalui proses sintesis *in vitro* dari selobiosil fluorida dan

kemosintesis dari glukosa dengan pembukaan cincin polimerisasi turunan benzil dan pivaloyl. Hewan juga dapat menjadi sumber selulosa dari organisme tertentu yang disebut tunicin dari kelas *Tunicata* yang biasa disebut dengan selulosa hewan (Gea *et al.*, 2010).



Gambar 2.2 Selulosa, lignin dan hemiselulosa dalam biomassa tanaman (Lee *et al.*, 2014).

Selulosa sering digunakan sebagai bahan baku dalam pembuatan kertas. Kegunaan ini berkaitan dengan sifat serat selulosa yang mempunyai kekuatan dan ketahanan yang tinggi. Serat selulosa tidak akan kehilangan kekuatannya walaupun dalam keadaan basah. Selulosa juga dapat dibuat menjadi beberapa turunannya seperti turunan ester dan eter. Turunan tersebut dibuat untuk memperluas aplikasi dari selulosa. Ester selulosa digunakan sebagai serat dan plastik sedangkan eter selulosa dibuat sebagai pengikat dan bahan tambahan untuk mortir khusus dan stabilisator kekentalan cat (Zugenmaier, 2008).

2.2.2 Isolasi Selulosa

Selulosa dipisahkan dengan lignin dan hemiselulosa melalui proses *pulping* yang dapat dilakukan dengan metode mekanik, semikimia dan kimia. Metode mekanik dilakukan dengan proses *groundwood*. Balok kayu ditekan menggunakan batu giling yang lembab dan kasar yang berputar dengan kecepatan 1000-1200

meter per menit. Metode semikimia dilakukan dengan menggabungkan antara metode mekanik dan kimia. Kayu dilunakkan terlebih dahulu dengan bahan kimia kemudian pulp yang dihasilkan diperlakukan dengan cara mekanik. Metode kimia dilakukan dengan melarutkan lignin dan selulosa sehingga tersisa selulosa dalam bentuk padatan melalui proses sulfit, basa dan sulfat. Proses sulfit dilakukan dengan menggunakan campuran asam sulfit dan ion bisulfit untuk melarutkan lignin dalam bentuk lignosulfonat yang dapat larut dalam larutan. Proses basa menggunakan larutan NaOH untuk memasak kayu. Proses sulfat (Kraft) dilakukan dengan menggunakan larutan NaOH dan Na₂S yang berfungsi untuk meningkatkan delignifikasi dan kekuatan pulp (Klemm *et al.*, 1998). Pemberian tekanan dan suhu yang tinggi menggunakan autoklaf juga dapat digunakan sebagai metode delignifikasi yang disebut dengan metode ledakan uap (*steam explosion*).

2.3 Nanoselulosa

Nanoselulosa merupakan selulosa yang diameternya berukuran nano yang mempunyai sifat berbeda dari selulosa alami. Umumnya, nanoselulosa berukuran kurang dari 100 nm (Biao *et al.*, 2011). Material nanoselulosa dapat ditemukan didalam dinding sel tumbuhan. Nanoselulosa mempunyai sifat yang khas yaitu kuat, kemampuan mengikat air yang tinggi, rasio permukaan terhadap volume yang besar, kekuatan tariknya tinggi, jaringannya halus, dan sangat *porous* (Klemm *et al.*, 2011). Nanoselulosa atau nanokristal selulosa merupakan suatu material yang dapat digunakan dalam berbagai bidang aplikasi seperti kimia, makanan, farmasi dan lain-lain. Nanoselulosa dapat diperoleh dengan proses hidrolisis asam. Proses ini digunakan untuk menstabilkan nanoselulosa dalam suspensi *aqua* (Habibi *et al.*, 2010).

Menurut Klemm *et al* (2011) nanoselulosa dibagi menjadi tiga berdasarkan metode sintesisnya. Jenis pertama yaitu *Microfibrillated Cellulose* (MFC)/*Nanofibrillated Cellulose* (NFC) yang disintesis dari pulp kayu kemudian mengalami proses *pre-treatment* (enzimatik, kimia, atau mekanik) dan proses

homogenisasi. MFC atau NFC mempunyai ukuran diameter berkisar antara 5-60 nm dengan panjang beberapa mikrometer. Jenis kedua adalah *Nanocrystalline Cellulose* (NCC) yang NCC disintesis dari pulp kayu yang kemudian mengalami proses *grinding*, hidrolisis asam dan separasi. NCC mempunyai ukuran diameter berkisar 5-70 nm dengan panjang 100-250 nm. Jenis ketiga adalah dan *Bacterial Nanocellulose* (BNC) yang disintesis dari gula atau alkohol dengan menggunakan bantuan mikroba, contohnya *Gluconacetobacter* (Beck *et al.*, 2012). BNC mempunyai ukuran diameter berkisar 20-100 nm (Klemm *et al.*, 2011).

Nanoselulosa dapat diaplikasikan pada berbagai macam bidang industri, misalnya dalam industri farmasi digunakan sebagai pengikat tablet (Marchessault *et al.*, 1983). Serat nanoselulosa dapat digunakan sebagai fillers untuk meningkatkan kekuatan mekanik sebuah komposit (Sosiati *et al.*, 2014). Fillers (bahan pengisi) merupakan salah satu penyusun komposit. Pemilihan serat nanoselulosa sebagai bahan komposit dikarenakan seratnya yang mudah diperoleh, mudah diproses, ringan, kuat, dapat terurai secara alami serta mempunyai sifat mekanik yang baik (Heux *et al.*, 2000). Nanoselulosa juga dapat digunakan dalam pembuatan obat-obatan (Bledzki, 1999).

Diantara aplikasi yang potensial untuk nanoselulosa mungkin dapat disebutkan seperti kertas, kardus, bionanokomposit pada pembungkus makanan, kosmetik, kesehatan, peralatan optik, farmasi, kimia dengan dispersi dan emisi. Penggunaan nanoselulosa pada pembuatan nanokomposit sedang dikembangkan karena menghasilkan sifat yang unik pada beberapa sektor industri (Souza *et al.*, 2010). Penelitian Favier *et al.* (1995) menyebutkan bahwa nanoselulosa digabung dengan matriks polimer sebagai bahan nanokomposit. Misalnya penggunaan nanoselulosa sebagai penguat pada pembuatan nanokomposit dengan menggunakan matriks polimer poli styreneco-butyl akrilat (poli (S-co-BUA). (Samir *et al.*, 2005).

2.3.1 Sumber Nanoselulosa

Nanoselulosa diperoleh dari degradasi serat selulosa dengan bantuan asam sulfat. Hasilnya adalah suspensi koloid yang dapat diperoleh dengan mengontrol degradasi asam sulfat dari serat selulosa. Suspensi koloid kemudian dionifikasi (Marchessault *et al.*, 1983). Nanoselulosa juga dapat diperoleh dari sintesis *Acetobacterxylinum* melalui hidrolisis enzimatis serta dari selulosa mikrokristalin (MCC) dengan penerapan *homogenizer* bertekanan tinggi (20.000 psi). Nanoselulosa yang dihasilkan memiliki ukuran bergantung pada sumber selulosa dan perlakuan yang dilakukan baik kimia maupun fisika (Frone *et al.*, 2011).

Sintesis nanoselulosa telah dilakukan dengan bahan baku selain kayu, seperti limbah pertanian. Beberapa limbah pertanian digunakan sebagai sumber sintesis nanoselulosa yaitu jerami gandum, tongkol jagung, daun nanas, kulit kacang kedelai, ampas tebu dan lain-lain. Proses isolasi nanoselulosa pada limbah pertanian tersebut berbeda-beda sesuai dengan sumber selulosanya. Contohnya nanoselulosa dari ampas tebu yang disintesis menggunakan metode kimia-mekanik (hidrolisis asam dan sentrifugasi), sedangkan pada nanoselulosa dari daun nanas yang disintesis dengan metode kimia-mekanik (hidrolisis kimia dan *steam explosion*) (Klemm *et al.*, 2011).

2.3.2 Preparasi Nanoselulosa

Preparasi nanoselulosa umumnya dilakukan menggunakan metode kimia-mekanik melalui proses hidrolisis asam kuat. Metode kimia dengan hidrolisis asam kuat dapat menghasilkan luas permukaan yang besar dan kekuatan mekanik yang tinggi (Yue *et al.*, 2012). Menurut osvaldo *et al.* (2012) hidrolisis asam kuat juga dapat meningkatkan porositas dari selulosa. Pemilihan metode kimia dengan hidrolisis asam kuat dikarenakan asam kuat mempunyai harga yang lebih murah dan alat yang diperlukan juga sederhana dibandingkan metode-metode lainnya. Proses hidrolisis asam kuat bertujuan untuk menghilangkan selulosa yang bersifat amorf dan kemudian dihasilkan selulosa yang murni (Kalashnikova *et al.*, 2011). Asam sulfat biasa digunakan dalam proses hidrolisis selulosa. Asam kuat lain

yang dapat digunakan untuk menghidrolisis selulosa adalah asam klorida (HCl). Proses hidrolisis dengan asam akan menghilangkan daerah amorf dari selulosa dan memecah ikatan β -1,4 glikosidik selulosa sehingga menghasilkan selulosa nanokristalin (Gambar 2.3). Hasil dari hidrolisis selulosa dengan asam sulfat yaitu gugus muatan sulfat OSO_3^- (Börjesson dan Westman, 2015).

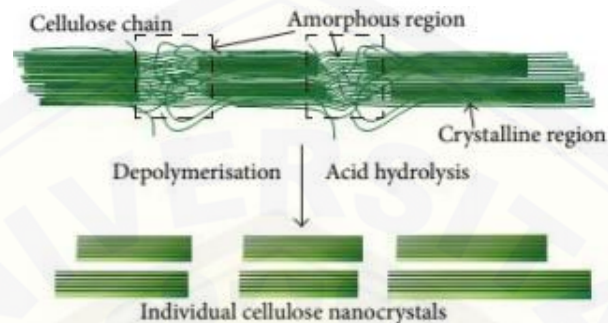
Karakteristik nanoselulosa dari hidrolisis asam dipengaruhi oleh sumber selulosa, jenis asam yang digunakan, konsentrasi asam, waktu reaksi dan temperatur dari hidrolisis (Lee *et al.*, 2014). Semakin kuat asam, semakin lama waktu reaksi dan semakin tinggi temperature yang digunakan saat hidrolisis akan menghasilkan nanoselulosa yang lebih pendek (Martínez-Sanz *et al.*, 2011). Hidrolisis asam kuat menggunakan asam sulfat adalah metode yang cocok untuk mengisolasi nanoselulosa dari limbah tongkol jagung karena memiliki kemampuan mendispersi dalam air yang baik. Kondisi ini disebabkan nanoselulosa yang dihasilkan memiliki kelimpahan gugus sulfat dipermukaannya. Asam lain yang biasanya digunakan yaitu asam klorida. Asam klorida memiliki dispermibilitas yang rendah dalam air (Peng *et al.*, 2011). Asam format juga dapat digunakan untuk mengisolasi nanoselulosa menggunakan metode oksidasi 2,2,6,6-tetrametilpiperidine-1-iloxy (TEMPO). Namun, metode ini menghasilkan nanoselulosa yang memiliki ukuran beragam dan membutuhkan energi yang banyak (Jiang dan Hsieh, 2013).

Liu *et al* (2016) membuat nanoselulosa dari tongkol jagung menggunakan asam format dengan panjang dua kali lebih besar dibandingkan dengan menggunakan asam sulfat. Asam format merupakan asam yang jauh lebih lemah dari pada asam sulfat. Nanoselulosa yang dihasilkan akan membentuk agregat bersama-sama sementara dengan asam sulfat dapat terdispersi dengan baik karena adanya gugus sulfat pada permukaannya. Pembentukan agregat tersebut disebabkan nilai absolute zeta potensialnya yang rendah dan ukuran partikelnya yang lebih besar (Li *et al.*, 2015).

Waktu reaksi hidrolisis merupakan salah satu indikator yang mempengaruhi isolasi nanoselulosa. Waktu reaksi yang digunakan pada saat hidrolisis mempengaruhi sifat suspensi yang dihasilkan. Beck-candanedo *et al* (2005)

melakukan penelitian dengan membuat nanoselulosa dari selulosa kayu pada berbagai waktu reaksi hidrolisis. Berdasarkan penelitian tersebut diperoleh hasilbahwapada waktu reaksi yang lebih lama memiliki kandungan sulfur lebih tinggi yang akan mempengaruhi muatan permukaan nanoselulosa.

Mekanisme reaksi hidrolisis asam dapat dilihat pada Gambar 2.3

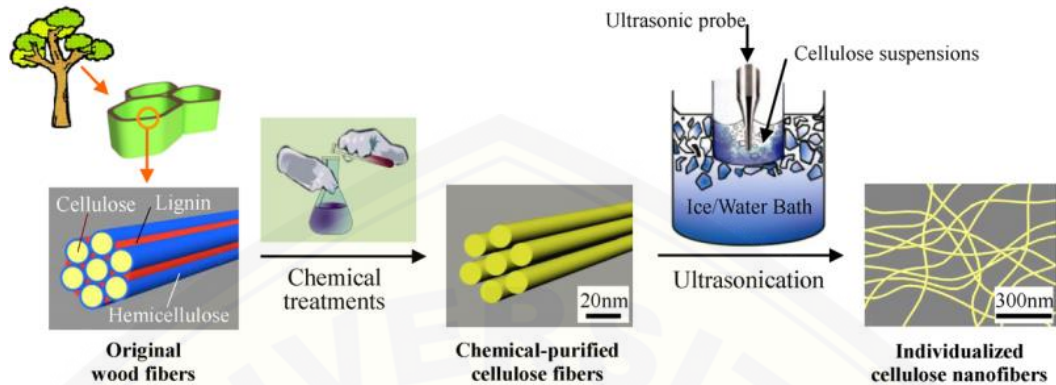


Gambar 2.3 Mekanisme reaksi hidrolisis asam pada selulosa (Lee *et al.*, 2014)

2.4 Ultrasonikasi

Preparasi nanoselulosa diikuti dengan proses ultrasonikasi. Ultrasonikasi akan membuat ikatan β -glikosidik pada daerah amorf selulosa putus akibat pecahnya gelembung kavitasi yang terbentuk dengan adanya gelombang ultrasonik (Gambar 2.4). Peristiwa tersebut akan mempengaruhi putusnya ikatan hidrogen. Daya dan waktu saat proses ultrasonikasi mempengaruhi nanoselulosa yang dihasilkan. Menurut Hamid *et al* (2015) kondisi optimum membuat nanoselulosa dengan metode mekanik ultrasonikasi yaitu pada daya 225 Watt dan waktu reaksi 10 menit. Daya ultrasonikasi yang tinggi akan menyebabkan energi yang dilepaskan untuk memecahkan gelembung kavitasi juga tinggi. Kondisi tersebut menyebabkan putusnya ikatan glikosidik yang kuat beserta ikatan hidrogen yang saling berhubungan. Pada daya yang rendah hanya ikatan lemah pada daerah amorf selulosa yang putus. Waktu ultrasonikasi akan mempengaruhi ukuran nanoselulosa. Semakin lama waktu yang digunakan pada ultrasonikasi menyebabkan ukuran nanoselulosa yang dihasilkan semakin menurun. Ukuran nanoselulosa yang semakin kecil menyebabkan kekristalan nanoselulosa juga

menurun. Peristiwa ini akibat banyaknya ikatan hidrogen yang putus pada nanoselulosa (Li *et al.*, 2015)



Gambar 2.4 Pembuatan nanoselulosa dengan ultrasonikasi (Chen *et al.*, 2011)

2.5 Karakterisasi Nanoselulosa

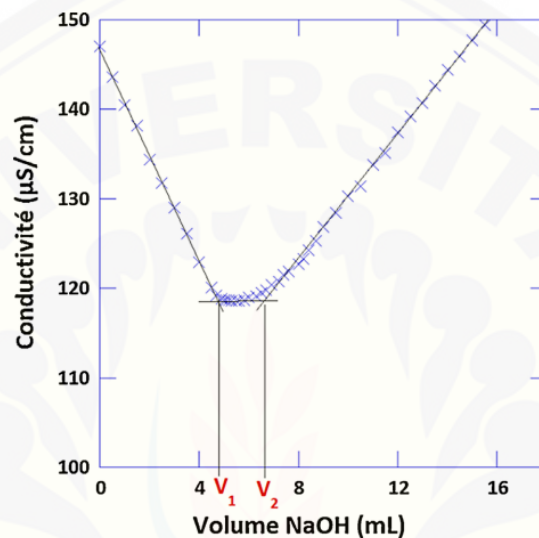
2.5.1 Titrasi Konduktometri

Titration konduktometri dilakukan untuk menentukan jumlah gugus bermuatan yang terprotonasi pada permukaan nanoselulosa saat proses hidrolisis asam. Gugus bermuatan seperti tiosulfat pada permukaan nanoselulosa dapat ditentukan jumlahnya menggunakan larutan basa seperti NaOH. Larutan NaOH berfungsi untuk melarutkan partikel asam yang sebelumnya telah ditambahkan kedalam sampel nanoselulosa sehingga berbentuk suspensi (Abitbol dan Kloser, 2013). Metode titration konduktometri sangat bergantung dengan preparasi dan pemurnian dari suspensinya (Romdhane *et al.*, 2015).

Titration konduktometri didasarkan pada perbedaan harga daya hantar ion. Oleh sebab itu, penggunaan metode titration ini hanya berlaku pada larutan elektrolit saja. Daya hantar atau konduktansi diukur sebelum dan sesudah penambahan larutan NaOH (titran) sehingga diperoleh perbedaan daya hantar (Sukardjo, 1989). Titration mencapai titik ekuivalen apabila nilai daya hantar pada konduktometer sudah konstan (Gambar 2.5). Pengukuran daya hantar dilakukan selama proses titration berlangsung. Konduktivitas suspensi nanoselulosa akan semakin berkurang seiring dengan penambahan larutan NaOH (titran) dan naik kembali ketika

melebihi titik ekuivalennya (Lihat Gambar 2.5). Larutan NaOH akan menetralkan gugus tiosulfat pada permukaan nanoselulosa (Abithol dan Kloser, 2013).

Pengukuran menggunakan titrasi konduktometri merupakan pengukuran secara tidak langsung. Jumlah gugus tiosulfat pada permukaan nanoselulosa akan sebanding dengan jumlah ion hidronium yang dibutuhkan untuk menetralkan asamnya.

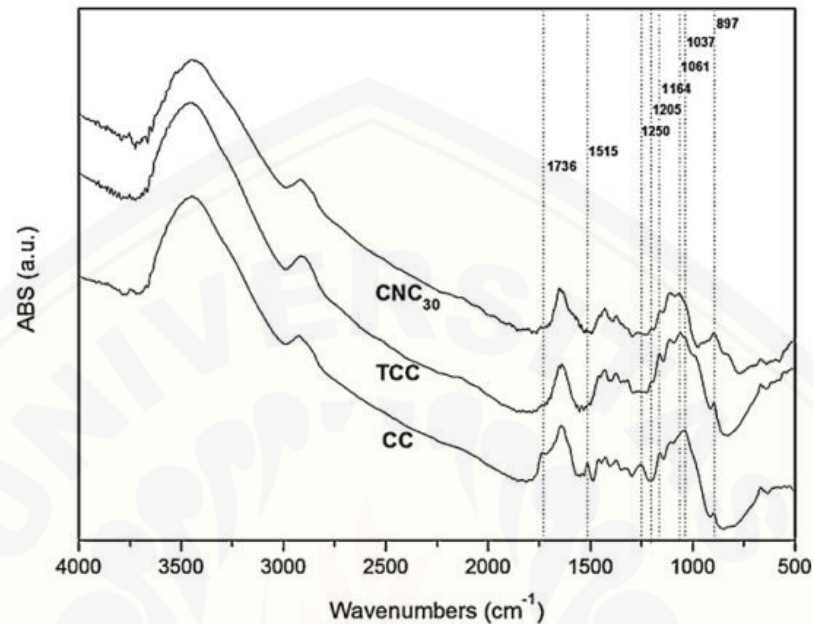


Gambar 2.5 Kurva titrasi konduktometri (Romdhane *et al.*, 2015)

2.4.2 Fourier Transmission Infra Red (FTIR)

FTIR merupakan suatu alat untuk mengidentifikasi gugus fungsi dalam suatu molekul. Prinsip dasar FTIR adalah vibrasi akibat penyerapan sejumlah radiasi *infrared* dari suatu molekul yang mengenainya (Afrizal, 2008). Radiasi *infrared* yang dilewatkan ke dalam sampel akan melewati molekul tertentu. Molekul tersebut akan menyerap energi yang menyebabkan kenaikan amplitudo getar atom-atom yang berikatan pada molekulnya yang menyebabkan terjadinya vibrasi (Fessenden, 1986). Vibrasi menunjukkan adanya gugus fungsi dalam suatu molekul yang akan menghasilkan pita serapan pada bilangan gelombang tertentu. Ikatan dalam molekul akan menghasilkan pita serapan pada bilangan gelombang yang khas. Pita serapan pada bilangan gelombang tersebut disesuaikan dengan jenis vibrasinya. Pita serapan khas tersebut dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi suatu senyawa (Skoog *et al.*, 1998). Gugus-gugus

fungsi yang dapat dideteksi oleh FTIR seperti eter (C-O), hidroksil (-OH), keton, (C=O), amina (-NH₂), aldehid (-CHO), dan hidrokarbon lainnya (Afrizal, 2008).



Gambar 2.6 Spektrum FTIR serbuk tongkol jagung (CC), selulosa (TCC) dan nanoselulosa dengan hidrolisis asam selama 30 menit (CNC) (Silverio *et al.*, 2013)

Gambar 2.6 menunjukkan bahwa terdapat perbedaan *stretching* vibrasi antara serbuk tongkol jagung, selulosa, dan nanoselulosa dari tongkol jagung. Pada spektrum serbuk tongkol jagung yang dianalisis, terdapat pita serapan pada bilangan gelombang 1736 cm⁻¹ yang mana mewakili *stretching* vibrasi gugus C=O karbonil dan asetil pada senyawa xilan yang merupakan komponen dari hemiselulosa dan lignin. Selain itu, pita serapan juga terdapat pada bilangan gelombang 1250 cm⁻¹ sesuai dengan tegangan asimetris axial =C-O-C yang umumnya diamati pada saat adanya gugus =C-O- seperti golongan eter, ester dan fenol. Namun, puncak tersebut hampir hilang pada spektrum selulosa dan nanoselulosa. Hilangnya spektrum tersebut dikarenakan hilangnya kandungan hemiselulosa dan lignin pada selulosa dan nanoselulosa akibat perlakuan kimia. Puncak pita serapan juga terdapat pada bilangan gelombang 1515 cm⁻¹ pada spektrum tongkol jagung namun berkurang secara signifikan pada selulosa dan nanoselulosa tongkol jagung. Puncak serapan tersebut mewakili *stretching* vibrasi

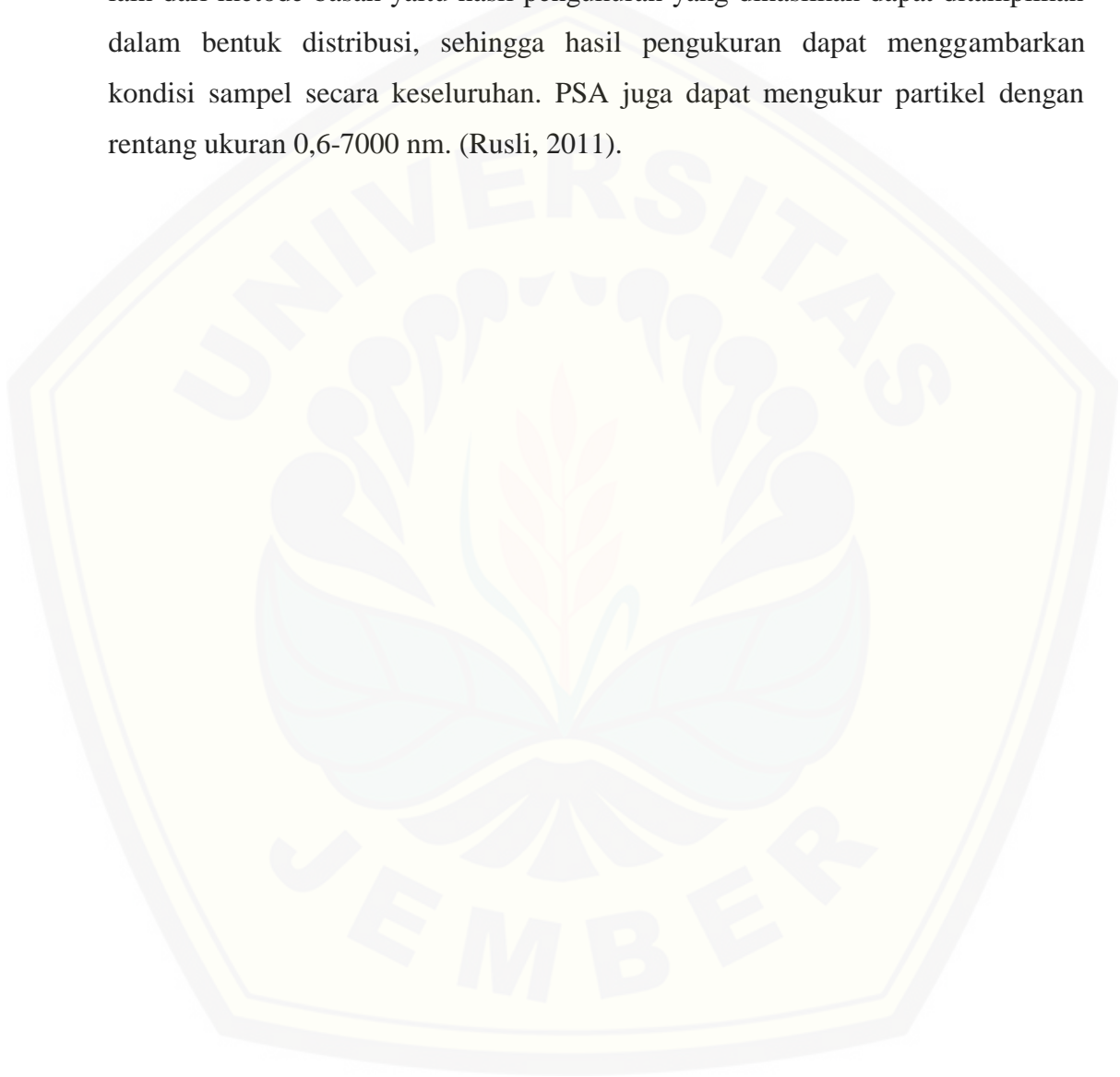
gugus C=C aromatik sebagai indikasi adanya lignin. Puncak kecil pada bilangan gelombang 1205 cm^{-1} merupakan stretching vibrasi gugus S=O akibat reaksi esterifikasi yang terjadi pada proses hidrolisis asam. Puncak 1164 cm^{-1} juga muncul baik pada serbuk tongkol jagung, selulosa dan nanoselulosa dari tongkol jagung yang mewakili *stretching* asimetris gugus C-O-C dari hemiselulosa dan lignin. Puncak 1037 cm^{-1} juga merupakan *stretching* vibrasi gugus C-O-C eterdari lignin atau hemiselulosa dimana akan melemah sangat tajam pada spektrum FTIR selulosa dan nanoselulosa. Puncak pada bilangan gelombang 1061 dan 897 cm^{-1} berhubungan dengan *stretching* vibrasi gugus C-O dan C-H yang lemah pada selulosa (Silverio, 2013).

2.4.3 Particle Size Analyzer (PSA)

PSA merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui ukuran partikel. Prinsip dasar dari alat ini yaitu menggunakan metode *laser diffraction*. Mekanisme kerja dari *laser diffraction* adalah penghamburan cahaya oleh partikel-partikel yang melewati berkas sinar laser dan dikumpulkan melebihi rentang sudut yang berhadapan langsung. Distribusi intensitas yang dihamburkan oleh partikel kemudian dianalisis komputer sebagai distribusi ukuran partikel (Lusi, 2011). PSA dapat digunakan untuk mengukur ukuran dan distribusi ukuran dari partikel dan molekul yang terdispersi di dalam sebuah larutan, seperti protein, polimer, misel, karbohidrat, nanopartikel, dispersikoloid, emulsi, dan mikroemulsi (Malvern, 2012).

Pengukuran menggunakan PSA memiliki dua metode, yaitu metode basah dan kering. Metode basah menggunakan media pendispersi untuk mendispersikan sampel sedangkan metode kering hanya menggunakan udara atau aliran udara untuk melarutkan partikel kemudian membawanya ke bagian *sensing zone*. Penggunaan metode kering hanya untuk ukuran partikel yang kasar, karena pada partikel tersebut hubungan antar partikel lemah dan kemungkinan partikel untuk beraglomelasi kecil. Oleh sebab itu, pengukuran partikel berukuran nano umumnya menggunakan metode basah. Metode ini memiliki kelebihan

dibandingkan metode kering karena hasil pengukuran lebih akurat. Partikel berukuran nano memiliki sifat aglomerasi yang tinggi karena partikel didispersikan ke dalam media sehingga partikel tidak beraglomerasi. Hal tersebut akan membuat partikel yang terukur adalah ukuran dari *single particle*. Kelebihan lain dari metode basah yaitu hasil pengukuran yang dihasilkan dapat ditampilkan dalam bentuk distribusi, sehingga hasil pengukuran dapat menggambarkan kondisi sampel secara keseluruhan. PSA juga dapat mengukur partikel dengan rentang ukuran 0,6-7000 nm. (Rusli, 2011).



BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN

3.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Fisik, Laboratorium Kimia Analitik, Laboratorium Instrument Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, dan *Centre of Development of Advanced Science and Tecnology* (CDAST) Universitas Jember, Laboratorium Instrument Fakultas Farmasi Universitas Jember, serta Laboratorium Bahan Jurusan Fisika ITS. Penelitian ini dilakukan pada bulan Mei sampai September 2018

3.2 Alat dan bahan

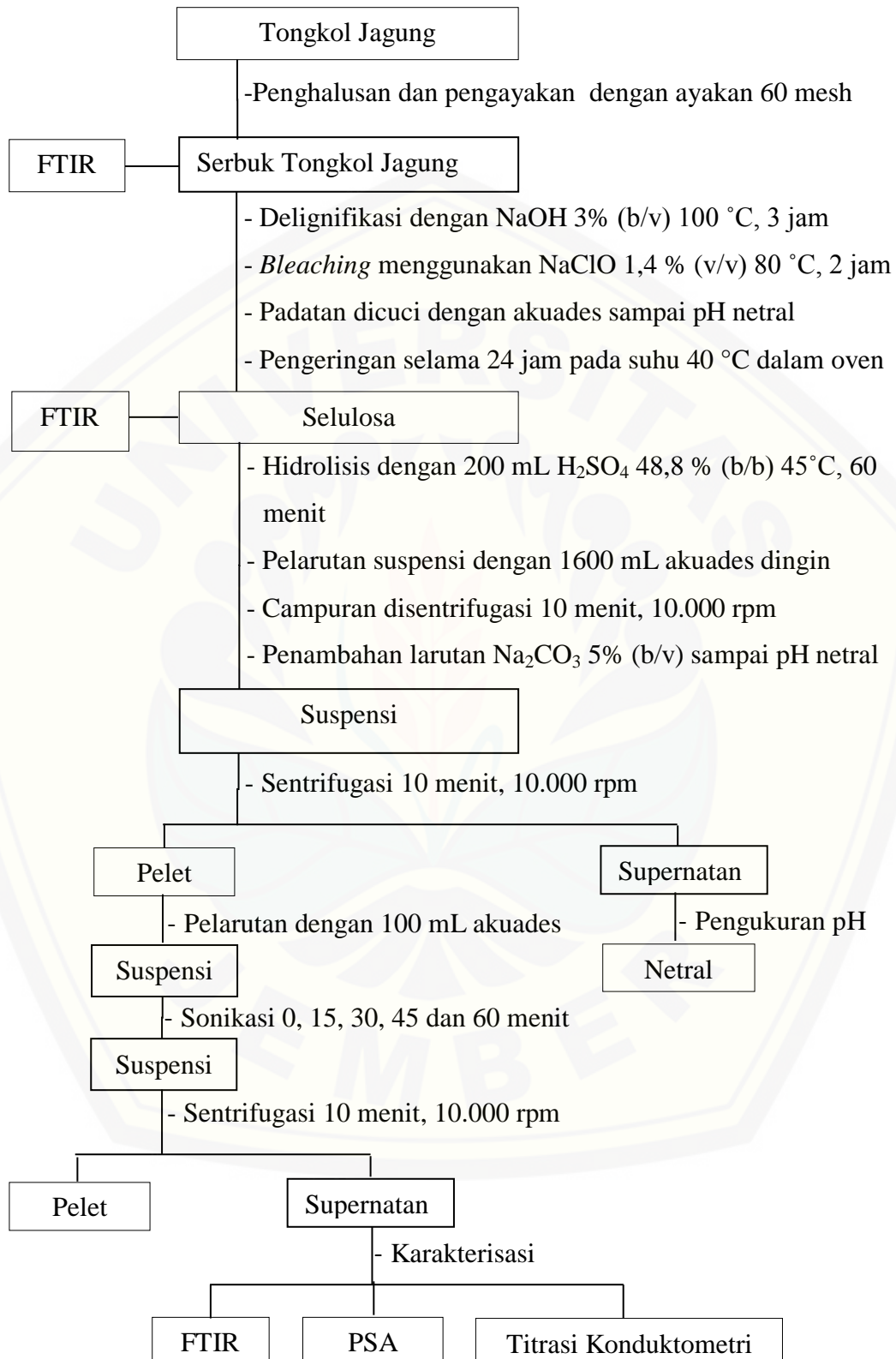
3.2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah gelas kimia, gelas ukur, erlenmeyer, labu ukur, corong gelas, oven, termometer, pH-meter (Jenway), batang pengaduk, botol, kondensor refluks, mantel pemanas, selang air, labu leher tiga, statif, ayakan ukuran 60 mesh, pipet tetes, buret, pipet mohr, pipet volum, neraca analitik, cawan petri, pengaduk magnetik dan anak *stirrer*, blender, tabung gas nitrogen, *sentrifuge*, tabung *sentrifuse*, sonikator (Branson Ultrasonics Sonifer S-250A), konduktometer, *Fourier Transmission Infra Red* (FTIR), *Particle Size Analyzer* (PSA).

3.2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: tongkol jagung, asam sulfat (H_2SO_4) (97% (p.a. Merck), natrium hidroksida (NaOH) (Merck), kertas saring, akuades (H_2O), natrium hipoklorit (NaClO) 11 % (Teknis), asam asetat glasial (CH_3COOH) (Merck), *phenolphthalen* ($\text{C}_{20}\text{H}_{14}\text{O}_4$) (Merck), natrium klorida (NaCl) (Merck), asam klorida (HCl) 37% (Merck), asam oksalat ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$) (Merck), indikator universal.

3.3 Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian

3.4 Prosedur Penelitian

3.4.1 Isolasi Selulosa

Isolasi selulosa dari tongkol jagung terdiri dari dua tahapan, yaitu delignifikasi dan *bleaching*. Tahapan-tahapan tersebut dijelaskan sebagai berikut:

a. Delignifikasi

Tongkol jagung dijemur dengan sinar matahari selama 8 jam. Selanjutnya dihaluskan dengan grinder dan diayak menggunakan ayakan 60 mesh. Sebanyak 20 gram serbuk tongkol jagung diberi perlakuan dengan pemanasan menggunakan 500 mL larutan NaOH 3% (b/v) pada suhu 100°C menggunakan set refluks yang di dalamnya terdapat pengaduk magnetik selama 3 jam. Hasil pemanasan kemudian dicuci beberapa kali dengan akuades di dalam gelas kimia 1 L sampai diperoleh pH netral dan didiamkan selama 24 jam pada suhu kamar (Liu *et al.*, 2016).

b. *Bleaching*

Hasil delignifikasi yang telah didiamkan semalaman kemudian dibuang residunya dan filtratnya *dibleaching* dengan 500 mL larutan NaClO 1,4 % (b/v) menggunakan set alat refluks pada suhu 80°C selama 2 jam (Liu *et al.*, 2016). Padatan yang dihasilkan dicuci beberapa kali dengan akuades menggunakan gelas kimia 1 L sampai pH netral. Hasil *bleaching* dikeringkan selama 24 jam pada suhu 40 °C dalam oven menggunakan cawan petri dan disimpan pada suhu kamar (Silverio *et al.*, 2013).

3.4.2 Preparasi Nanoselulosa

Preparasi nanoselulosa dari tongkol jagung terdiri dari dua tahapan, yaitu hidrolisis asam dan sonikasi. Tahapan-tahapannya dijelaskan sebagai berikut :

a. Hidrolisis Asam

Serbuk selulosa hasil isolasi ditimbang sebanyak 10 gram dengan neraca analitik dan dimasukkan ke dalam labu leher tiga 500 mL yang berisi 200 mL

larutan H_2SO_4 48,8% (b/b). Proses hidrolisis dilakukan selama 60 menit pada suhu 45°C dan diaduk menggunakan pengaduk magnetik. Suspensi yang dihasilkan dilarutkan dengan 1600 mL akuades dingin (7°C) menggunakan gelas kimia 2 L untuk menghentikan reaksi hidrolisis (Liu *et al.*, 2016). Suspensi yang dihasilkan disentrifugasi selama 10 menit dengan kecepatan 10.000 rpm dan dipisahkan peletnya. Pelet yang diperoleh diletakkan di dalam gelas kimia 500 mL dan ditambahkan dengan akuades sebanyak 100 mL. Suspensi kemudian ditambahkan dengan larutan Na_2CO_3 5% (b/v) disertai pengadukan sampai pH netral dengan menggunakan indikator universal. Setelah suspensi netral, disentrifugasi kembali untuk memisahkan pelet dengan fasa cairnya (supernatan) (Ioelovich, 2012). Pelet hasil hidrolisis diletakkan ke dalam gelas kimia 150 mL kemudian ditambahkan dengan akuades dan diaduk dengan *stirrer* selama 5 menit. Suspensi yang dihasilkan disentrifugasi kembali dan diambil supernatannya untuk karakterisasi sampel tanpa perlakuan sonikasi.

b. Sonikasi

Pelet hasil hidrolisis asam dilarutkan dalam gelas kimia 150 mL menggunakan akuades sebanyak 100 mL dengan pengaduk magnetik hingga membentuk suspensi. Suspensi kemudian disonikasi selama 15 menit, 30 menit, 45 menit dan 60 menit. Hasil sonikasi selanjutnya disentrifugasi dengan kecepatan 10.000 rpm selama 5 menit untuk memisahkan pelet dan supernatan. Pelet dan supernatan diambil untuk dikarakterisasi dan dimasukkan ke dalam botol. Bagian supernatan selanjutnya ditentukan kandungannya (*solid content*). Sebanyak 1 gram supernatan dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 2 jam dengan menggunakan cawan alumunium. Sampel selanjutnya diletakkan ke dalam desikator selama 15 menit dan ditimbang. Sampel kemudian dioven kembali selama 1 jam dengan suhu seperti sebelumnya dan dilakukan prosedur yang sama hingga berat sampel konstan. Penghitungan *solid content* dilakukan dengan menghitung rasio berat kering dengan berat basahnya sesuai dengan

rumus pada Persamaan 3.1. Supernatan kemudian dikarakterisasi menggunakan PSA FTIR, dan titrasi konduktometri (Liete *et al.*, 2017).

$$\% \text{ Solid Content} = \left[\frac{SK + W - W}{SB + W - W} \right] \times 100 \dots\dots\dots (3.1)$$

Keterangan :

SK = Sampel Kering

SB = Sampel basah

W = Wadah

(ASTM D2974, 1995)

3.4.3 Karakterisasi

a. Titrasi Konduktometri

Titration konduktometri dilakukan untuk menentukan jumlah gugus sulfat yang terprotonasi pada permukaan nanoselulosa saat proses hidrolisis asam (Abitbol dan Kloser, 2013). Suspensi nanoselulosa dibuat menjadi 0,05% *solid content* dari hasil persamaan 3.1. Suspensi hasil *solid content* dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL sesuai dengan perhitungan. Suspensi kemudian ditambahkan dengan 10 mL larutan NaCl 0,01 M dan ditambahkan akuades sampai tanda batas kemudian dikocok hingga homogen. Suspensi yang telah larut kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimi 250 mL. Suspensi selanjutnya ditambahkan 0,1 M HCl sambil diaduk dengan pengaduk magnetik sampai pH 2,5-3. Suspensi kemudian dititrasi konduktometri dengan 0,01 M NaOH yang telah distandarisasi sebanyak 0,5 mL setiap durasi 5 menit sampai mendekati titik belok (pH = 11). Konsentrasi gugus sulfat dapat dihitung menggunakan persamaan berikut:

$$\text{Jumlah gugus SO}_3^- \text{ (mmol.g}^{-1}\text{)} = \frac{(V_2 - V_1) \times M_{NaOH}}{m_{suspensi}} \dots\dots\dots (3.2)$$

dimana, $m_{suspensi}$ merupakan berat suspensi nanoselulosa (g), V_1 merupakan

volume awal titik belok pertama, dan V_2 merupakan volume pada akhir titik belok (Masruchin *et al.*, 2015).

b. *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*

Selulosa dan nanoselulosa yang dihasilkan selanjutnya diidentifikasi gugus fungsinya menggunakan instrumen FTIR. Semua sampel disiapkan sebanyak 0,1 gram (serbuk tongkol jagung, selulosa, nanoselulosa berbagai variasi waktu sonikasi). Sampel nanoselulosa dipreparasi melalui pemanasan suspensi dengan oven pada suhu 105 °C. Analisis dengan FTIR dilakukan pada bilangan gelombang 370-4000 cm^{-1} dan pada suhu ruang (Husin *et al.*, 2017). Sampel-sampel yang akan dianalisis dikirim ke Laboratorium farmasi Universitas Jember.

c. *Particle Size Analyzer (PSA)*

Nanoselulosa diukur ukuran partikelnya menggunakan *Particle Size Analyzer (PSA)*. Suspensi selulosa disiapkan sebanyak 10 mL pada masing-masing variasi waktu sonikasi. Sampel nanoselulosa diukur di Laboratorium Fisika Bahan Departemen Fisika FMIPA Institut Teknologi Sepuluh Nopember.

3.4.4 Preparasi Larutan Sediaan

Penelitian ini menggunakan berbagai jenis larutan sediaan, seperti larutan natrium hidroksida (NaOH), larutan natrium hipoklorit (NaClO), larutan asam sulfat (H_2SO_4), larutan asam klorida (HCl), larutan natrium karbonat (Na_2CO_3), larutan natrium klorida (NaCl), larutan asam oksalat ($\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$). Pembuatan larutan sediaan adalah sebagai berikut :

a. Pembuatan larutan NaOH 3% (b/v)

Pembuatan larutan NaOH 3% (b/v) dilakukan dengan menimbang 15 gram kristal NaOH menggunakan neraca analitik. Kristal NaOH dimasukkan kedalam gelas kimia 250 mL dan ditambahkan sedikit akuades kemudian diaduk sampai

homogen. Larutan NaOH kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok secara perlahan sampai larutan homogen.

b. Pembuatan Larutan NaClO 1,4 % (b/v)

Pembuatan larutan NaClO dilakukan dengan menambahkan 60 mL larutan NaClO teknis menggunakan gelas ukur 50 mL kemudian dimasukkan dalam gelas kimia 500 mL. Larutan NaClO dimasukkan ke dalam labu ukur 500 mL dan ditambahkan dengan akuades sampai tanda batas. Larutan dikocok secara perlahan sampai larutan homogen.

c. Pembuatan Larutan H₂SO₄ 48,8% (b/b)

Pembuatan larutan H₂SO₄ 48,8% (b/b) dilakukan dengan menuangkan larutan H₂SO₄ 97% ke dalam gelas kimia 100 mL dan dipipet sebanyak 50,3 mL. Larutan kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL yang telah ditambahkan sedikit akuades sebelumnya. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL. Akuades ditambahkan ke dalam labu ukur sampai mencapai tanda batas dan dikocok perlahan sampai larutan homogen.

d. Pembuatan larutan Na₂CO₃ 5% (b/v)

Kristal bahan ditimbang sebanyak 5 gram menggunakan neraca analitik. Kristal kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 50 mL dan ditambahkan akuades secukupnya dengan pengadukan sampai homogen. Selanjutnya, larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas.

e. Pembuatan Larutan NaOH 0,01 M

Larutan NaOH 0,01 M dibuat dengan menimbang 0,40 gram kristal NaOH menggunakan neraca analitik. Kristal NaOH dimasukkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan dengan sejumlah akuades kemudian diaduk sampai larut. Larutan NaOH kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 1000 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas dan dikocok sampai larutan homogen. Larutan kemudian dipindahkan ke dalam gelas beker dan dipipet sebanyak 10 mL. Larutan selanjutnya dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades sampai tanda batas kemudian dikocok sampai larutan homogen.

f. Larutan NaCl 0,01 M

Larutan NaCl 0,001M dibuat dengan menimbang 0,058 gram kristal NaCl menggunakan neraca analitik. Kristal NaCl kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan dengan sejumlah akuades dan diaduk sampai larut. Larutan NaCl dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas kemudian dikocok sampai larutan homogen.

g. Larutan HCl 0,1 M

Larutan HCl 0,1M dibuat dengan mengambil 0,83 mL larutan HCl (37% (b/b) menggunakan pipet mohr 1 mL. Larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, kemudian dikocok sampai larutan homogen.

h. Larutan asam oksalat 0,01 M

Pembuatan asam oksalat 0,01 M dilakukan dengan menimbang 0,126 gram kristal asam oksalat menggunakan neraca analitik. Kristal asam oksalat dimasukkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan dengan sejumlah akuades sampai larut. Larutan asam oksalat kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100

mL dan ditambah akuades sampai tanda batas. Larutan asam oksalat dikocok sampai homogen.



BAB 5. PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Bertambahnya waktu sonikasi pada hidrolisis selulosa tidak merubah struktur Nanoselulosa. Namun, bertambahnya waktu sonikasi membuat jumlah gugus bermuatan sulfat pada nanoselulosa semakin besar akibat disintegrasi agregat selulosa. Jumlah gugus bermuatan sulfat ($-OSO_3^-$) pada NCC mencapai 14.078,84 mmol/Kg (NCC60).
2. Sonikasi berpengaruh pada ukuran partikel nanoselulosa. Sonikasi mampu mendisintegrasi agregat pada selulosa sehingga ukurannya menjadi lebih kecil. Ukuran rata-rata NCC sangat jauh berkurang setelah perlakuan sonikasi. Ukuran nanoselulosa seluruhnya yaitu 393,6 nm (NCC0) dan setelah perlakuan sonikasi ukurannya mencapai sepertiganya yaitu 131,1 nm (NCC15), 192,9 nm (NCC30), 130,5 nm (NCC45) dan 122,5 nm (NCC60).

5.2 Saran

Setelah dilakukan penelitian ini, baiknya dilakukan analisis ukuran partikel pada setiap tahap yang dilakukan untuk mengetahui perubahan ukuran partikel nanoselulosa. Selain itu, perlu dilakukan penelitian menggunakan sonikator dengan daya yang lebih besar sehingga memungkinkan mendapat partikel yang lebih kecil (<100 nm). Analisis ukuran partikel juga perlu dilakukan dengan menggunakan alat analisa yang lain, seperti TEM untuk mendapatkan ukuran partikel yang lebih spesifik (diameter dan panjang).

DAFTAR PUSTAKA

- Abitbol, T., Kloser, E., & Gray, D. G. 2013. Estimation Of The Surface Sulfur Content Of Cellulose Nanocrystals Prepared By Sulfuric Acid Hydrolysis. *Cellulose*. 20(2): 785–794.
- Afrizal, A. 2008. Selulosa Bakterial Nata De Coco Sebagai Adsorban pada Proses Adsorpsi Logam Cr (Iii). *Gradien*. 4(1): 308–313.
- Aziz, A. A., Husin, M., and Mokhtar, A. 2002. Preparation Of Cell Tion Of Cell Tion Of Cellulose From Oil Palm Empty Fr Alm Empty Fr Alm Empty Fr Fruit Bunches Via Ethanol Via Ethanol Digestion: Effect Of Acid And Alkali Catalysts. *Journal Of Oil Palm Research*. 14(1): 9–14.
- Azizi Samir, M. A. S., Alloin, F., and Dufresne, A. 2005. Review Of Recent Research Into Cellulosic Whiskers, Their Properties and Their Application In Nanocomposite Field. *Biomacromolecules*. 6(2): 612–626.
- Badan Pusat Statistik. 2017. *Produksi Jagung di Indonesia*. Jakarta Pusat: Badan pusat Statistik Republik Indonesia.
- Beck, S., Bouchard, J., and Berry, R. 2012. Dispersibility In Water Of Dried Nanocrystalline Cellulose. *Biomacromolecules*. 13(5): 1486–1494.
- Beck-Candanedo, S., Roman, M., and Gray, D. G. 2005. Effect Of Reaction Conditions On The Properties And Behavior Of Wood Cellulose Nanocrystal Suspensions. *Biomacromolecules*. 6(2): 1048–1054.
- Bhattacharya, D., Germinario, L. T., and Winter, W. T. 2008. Isolation, Preparation And Characterization Of Cellulose Microfibers Obtained From Bagasse. *Carbohydrate Polymers*. 73(3): 371–377.
- Bhimte, N. A., and Tayade, P. T. 2007. Evaluation Of Microcrystalline Cellulose Prepared From Sisal Fibers As A Tablet Excipient: A Technical Note. *Aaps Pharmscitech*. 8(1): E56–E62.

- Biao, H., Li-rong, T., Da-song, D., Wen, O., Tao, L., and Xue-rong, C. 2011. Preparation of Nanocellulose with Cation-Exchange Resin Catalysed Hydrolysis. *Biomaterials Science And Engineering*. 6: 139-152.
- Bledzki, A. K and Gassan, J. 1999. Composites Reinforced with Cellulose Based Fibres. *Journal Progress In Polymer Science*. 24: 221-274
- Börjesson, M and Westman, G. 2015. Crystalline Nanocellulose — Preparation, Modification, And Properties. In M. Poletto & H. L. Ornanghi (Ed.), *Cellulose - Fundamental Aspects And Current Trends*. Intech. 7: 159-191.
- Chen, W., Yu, H., Liu, Y., Chen, P., Zhang, M and Hai, Y. 2011. Individualization Of Cellulose Nanofibers From Wood Using High-Intensity Ultrasonication Combined With Chemical Pretreatments. *Carbohydrate Polymers*. 83(4): 1804–1811.
- Effendi, D. B., Rosyid, N. H., Nandiyanto, A. B. D and Mudzakir, A. (2015). Sintesis Nanoselulosa. *Jurnal Integrasi Proses*. 5(2): 61-74.
- Fan L. T., Lee Y. H and Gharpuray M. M. 1982. The Nature of Lignocellulosics and their Pretreatments for Enzymatic Hydrolysis. Department of Chemical Engineering Kansas State University Manhattan. 157-187.
- Favier, V., Canova, G. R., Cavaillé, J. Y., Chanzy, H., Dufresne, A., & Gauthier, C. 1995. Nanocomposite Materials From Latex And Cellulose Whiskers. *Polymers For Advanced Technologies*. 6(5): 351–355.
- Fengel, Gand Wegener, G. 1984. *Wood: Chemistry, Ultrastructure, Reactions*. Berlin: Walter de Gruyter.
- Fessenden, R.J. and J.S. Fessenden. 1986. *Kimia Organik Dasar Edisi Ketiga*. Jilid 1. Terjemahan oleh A.H. Pudjaatmaka. Erlangga: Jakarta.
- Frone A. N., Panaitescu D. M and Donescu. 2011. Preparation and Characterization of PVA Composites with Cellulose Nanofiber Obtained by Ultrasonication. *Bioresources*. 6(1): 487-512.

- Gea, S., Bilotti, E., Reynolds, C. T., Soykeabkeaw, N., & Peijs, T. 2010. Bacterial Cellulose–Poly(Vinyl Alcohol) Nanocomposites Prepared By An In-Situ Process. *Materials Letters*. 64(8): 901–904.
- Granström, M. 2009. Cellulose Derivatives: Synthesis, Properties And Applications. *Academic Dissertation*. Department of Chemistry Faculty of Science University of Helsinki Finland.
- Habibi, Y., Lucia, L. A and Rojas, O. J. 2010. Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, And Applications. *Chemical Reviews*. 110(6): 3479–3500.
- Han, S. J., Yoo, Y. J., and Kang, H. S. 1995. Characterization Of A Bifunctional Cellulase And Its Structural Gene: The Cel Gene Of Bacillus Sp. D04 Has Exo- And Endoglucanase Activity. *Journal Of Biological Chemistry*. 270(43): 26012–26019.
- Heux, L., Chauve, G., & Bonini, C. 2000. Nonflocculating And Chiral-Nematic Self-Ordering Of Cellulose Microcrystals Suspensions In Nonpolar Solvents. *Langmuir*. 16(21): 8210–8212.
- Husin, M. R.,Arsad.,Suradi, S.S., Alothman, O., Ngadi, N., And Kamaruddin M.J.2017. Fourier Transforms Infrared Spectroscopy And X-Ray Diffraction Investigation Of Recycled Polypropylene/Polyaniline Blends. *Chemical Engineering Transactions*. 56: 1015-1120.
- Ioelovich, M. 2012. Study Of Cellulose Interaction With Concentrated Solutions Of Sulfuric Acid. *Isrn Chemical Engineering*. 1–7.
- Jiang, F., and Hsieh, Y.-L. 2013. Chemically and mechanically isolated nanocellulose and their self-assembled structures. *Carbohydrate Polymers*. 95(1): 32–40.
- Kalashnikova, I., Bizot, H., Cathala, B., & Capron, I. 2011. New Pickering Emulsions Stabilized by Bacterial Cellulose Nanocrystals. *Langmuir*. 27(12): 7471–7479.

- Klemm, D., Kramer, F., Moritz, S., Lindström, T., Ankerfors, M., Gray, D., and Dorris, A. 2011. Nanocelluloses: A New Family Of Nature-Based Materials. *Angewandte Chemie International Edition*. 50(24): 5438–5466.
- Klemm, J. D., Schreiber, S. L., and Crabtree, G. R. 1998. Dimerization as a regulatory mechanism in signal transduction. *Annual review of immunology*. 16(1): 569–592.
- Koswara, J. 1991. *Budidaya Jagung*. Bogor: Jurusan Budidaya Pertanian Fakultas Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- Lee, S. H., Roh, S. K., Park, K. H., And Yoon, K.-R. 1999. Effective Extraction Of Astaxanthin Pigment From Shrimp Using Proteolytic Enzymes. *Biotechnology And Bioprocess Engineering*. 4(3): 199–204.
- Leite, A. L. M. P., Zanon, C. D., And Menegalli, F. C. 2017. Isolation And Characterization Of Cellulose Nanofibers From Cassava Root Bagasse And Peelings. *Carbohydrate Polymers*. 157: 962–970.
- Li, F., Mascheroni, E., And Piergiovanni, L. 2015. The Potential Of Nanocellulose In The Packaging Field: A Review: Nanocellulose In Packaging. *Packaging Technology And Science*. 28(6): 475–508.
- Liu, C., Li, B., Du, H., Lv, D., Zhang, Y., Yu, G., Peng, H. 2016. Properties Of Nanocellulose Isolated From Corncob Residue Using Sulfuric Acid, Formic Acid, Oxidative And Mechanical Methods. *Carbohydrate Polymers*. 151: 716–724.
- Malvern Instrument. 2007. Mastersizer 2000 User Manual. United Kingdom: Worcestershire Wr14 1xz.
- Marchessault, R. H., Malhotra, S. L., Jones, A. Y., And Perovic, A. 1983. *Wood And Agricultur Residues*. New York : Ed. J. Soltes. Academic Pres. 13-401.
- Martínez-Sanz, M., Lopez-Rubio, A., And Lagaron, J. M. 2011. Optimization Of The Nanofabrication By Acid Hydrolysis Of Bacterial Cellulose Nanowhiskers. *Carbohydrate Polymers*. 85(1): 228–236.

- Masruchin, N., Park, B.-D., & Causin, V. 2015. Influence Of Sonication Treatment On Supramolecular Cellulose Microfibril-Based Hydrogels Induced By Ionic Interaction. *Journal Of Industrial And Engineering Chemistry*. 29: 265–272.
- Osvaldo, Z. S., Dan Faizal, M. 2012. Pengaruh Konsentrasi Asam Dan Waktu Pada Proses Hidrolisis Dan Fermentasi Pembuatan Bioetanol Dari Alang-Alang. *Jurnal Teknik Kimia*.18(2): 52-62.
- Peng, B. L., Dhar, N., Liu, H. L., And Tam, K. C. 2011. Chemistry And Applications Of Nanocrystalline Cellulose And Its Derivatives: A Nanotechnology Perspective. *The Canadian Journal Of Chemical Engineering*. 89(5): 1191–1206.
- Romdhane, A., Arousseau, M., Guillet, A., And Mauret, E. 2015. 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.
- Silvério, H. A., Flauzino Neto, W. P., Dantas, N. O., And Pasquini, D. 2013. Extraction And Characterization Of Cellulose Nanocrystals From Corncob For Application As Reinforcing Agent In Nanocomposites. *Industrial Crops And Products*. 44: 427–436.
- Shofiyanto, E. 2008. Hidrolisis Tongkol Jagung Oleh Bakteri Selulolitik Untuk Produksi Bioetanol Dalam Kultur Campuran. *Skripsi*. Bogor: IPB.
- Sjostrom, E. 1995. *Kimia Kayu Dasar-Dasar Dan Peggunaannya*. Edisi 2. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Skoog, D.A., Holler, F.J., And Nieman, T.A., 1998. *Principles Of Instrumental Analysis*. 3rd Ed. New York: Saunders College Publishing.
- Sosiati, H., Muhamin, M. 'Minul, Purwanto, P., Wijayanti, D. A., And Triyana, K. 2014. Nanocrystalline Cellulose Studied With A Conventional Sem. *International Conference On Physics (Icp)*. Atlantis Press.

- Souza, S. F., Leão, A. L., Cai, J. H., Wu, C., Sain, M., And Cherian, B. M. 2010. Nanocellulose From Curava Fibers And Their Nanocomposites. *Molecular Crystals And Liquid Crystals*. 522(1): 342-352.
- Sumada, K.Tamara, P. E., Dan Alqani, F. 2012. Isolation Study Of Efficient A-Cellulose From Waste Plant Stem Manihot Esculenta Crantz. *Jurnal Teknik Kimia*. 5(2): 434-438.
- Wang X., J. Hu., Y. Liang., J. Zeng. 2012. Tcf Bleaching Character Of Soda-Anthraquinone Pulp From Oil Palm Frond. *BioResources*. 7(1): 275-282.
- Yue, Y. C., Zhou, A. D, French, G., Xia, G., Han, dan Q. Wang dan Q. Wu. 2012. Comparative Properties of Cellulose Nano-crystals from Native and Mercerized Cotton Fibers. *Cellulose*. 19(4):1173-1187.
- Zugeinmaier, P. 2008. *Crystalline Cellulose and Derivatives Characterization and Structures*. Germany: Clausthal-Zellerfeld.

LAMPIRAN

Lampiran 3.1 Pembuatan Larutan

1. Larutan NaOH 3% (b/v)

Larutan dibuat dari perbandingan massa zat terlarut dengan larutan

Volume larutan yang dibutuhkan = 500 mL

$$3\% = \frac{m}{500 \text{ mL}}$$

$$\frac{3 \text{ gram}}{100 \text{ mL}} = \frac{m}{500 \text{ mL}}$$

$$m = \frac{3 \text{ gram} \times 500 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$m = 15 \text{ gram}$$

Massa NaOH yang dibutuhkan adalah 15 gram dalam 500 mL larutan NaOH

2. Larutan NaClO 1,4%

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

$$12\% \times V_1 = 1,4\% \times 500 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{1,4\% \times 500 \text{ mL}}{12\%}$$

$$V_1 = 60 \text{ mL}$$

Volume larutan NaClO yang dibutuhkan untuk membuat NaClO 1,4% adalah 60 mL

3. Larutan H₂SO₄ 48,8% (b/v)

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

$$97\% \times V_1 = 48,8\% \times 100 \text{ mL}$$

$$V_1 = \frac{48,8\% \times 100 \text{ mL}}{97\%}$$

$$V_1 = 50,3 \text{ mL}$$

Volume larutan H₂SO₄ yang dibutuhkan untuk membuat larutan H₂SO₄ 48,8 % adalah 50,3 mL

4. Larutan Na_2CO_3 5% (b/v)

$$5\% = \frac{m}{500 \text{ mL}}$$

$$\frac{5 \text{ gram}}{100 \text{ mL}} = \frac{m}{500 \text{ mL}}$$

$$m = \frac{5 \text{ gram} \times 500 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$m = 25 \text{ gram}$$

Massa kristal Na_2CO_3 yang dibutuhkan untuk membuat larutan Na_2CO_3 5% adalah 25 gram

5. Larutan Natrium Hidroksida (NaOH) 0,01 M

$$\text{Mr NaOH} = 40$$

$$n = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$M \times V = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$0,01 \text{ M} \times 1 \text{ L} = \frac{m}{40 \text{ mol}}$$

$$m = 0,4 \text{ gram}$$

Massa kristal NaOH yang dibutuhkan untuk membuat larutan NaOH 0,01 M adalah 0,4 gram

6. Larutan Natrium Klorida (NaCl) 0,01 M

$$\text{Mr NaCl} = 58,5$$

$$n = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$M \times V = \frac{m}{\text{Mr}}$$

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

$$m = 0,0585 \text{ gram}$$

Massa kristal NaCl yang dibutuhkan untuk membuat larutan NaCl 0,01 M adalah 0,0585 gram

7. Larutan Asam Klorida (HCl) 0,1 M

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

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

✓ Massa HCl 37%

$$\rho = \frac{m}{v}$$

$$m = \rho \times V$$

Misal, Volume larutan yang akan dibuat adalah 100 mL, maka:

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

$$m = 119 \text{ g}$$

sehingga, massa pada HCl 37% adalah

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

$$m = 44,03 \text{ g}$$

✓ Mol HCl 37 %

$$n = \frac{m}{M_r}$$

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

$$n = 1,206 \text{ mol}$$

✓ Molaritas HCl 37%

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

$$M = \frac{1,206 \text{ mol}}{0,1 \text{ L}}$$

$$M = 12,06 \text{ mol/L}$$

$$M = 12,06 \text{ M}$$

Untuk membuat larutan HCl 0,1 M, maka

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

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

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

$$V_1 = 0,83 \text{ mL}$$

Jadi, Volume larutan HCl 37% yang diperlukan untuk membuat 100 mL larutan HCl 0,1 M adalah 0,83 mL

8. Larutan Asam Oksalat ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) 0,01 M

$$\text{Mr H}_2\text{C}_2\text{O}_4 = 126$$

$$n = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$M \times V = \frac{m}{\text{Mr}}$$

$$0,01 \text{ M} \times 0,1 \text{ L} = \frac{m}{126 \text{ mol}}$$

$$m = 0,126 \text{ gram}$$

Massa kristal $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ yang dibutuhkan untuk membuat larutan $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 0,01 M adalah 0,126 gram

Lampiran 4.1 Penentuan Padatan Tersuspensi (Solid Content)

NCC	Ulangan Ke-	SB (g)	SK ₁ (g)	SK ₂ (g)	Solid Content (%)	Rata-rata Solid Content (%)	SD
0	1	1,0101	0,0107	0,0107	1,0593	1,2483	0,1638
	2	1,0091	0,0136	0,0136	1,3477		
	3	1,0613	0,0142	0,0142	1,3380		
15	1	1,029	0,0126	0,0124	1,2051	1,1164	0,1306
	2	0,9935	0,0120	0,0117	1,1777		
	3	1,0141	0,0101	0,0098	0,9664		
30	1	1,0475	0,0097	0,0092	0,8783	0,9107	0,0282
	2	1,0007	0,0094	0,0093	0,9293		
	3	1,0383	0,0096	0,0096	0,9246		
45	1	1,021	0,0165	0,0161	1,5769	1,4628	0,3613
	2	0,8669	0,0152	0,0152	1,7534		
	3	0,8977	0,0097	0,0095	1,0583		
60	1	0,9882	0,0089	0,0084	0,8500	0,9046	0,1005
	2	0,9844	0,0083	0,0083	0,8432		
	3	0,9995	0,0102	0,0102	1,0205		

Keterangan :

SK₁ : Sampel Pengeringan 2 jam

SK₂ : Sampel Pengeringan 1 jam

SB : Sampel Basah

SD : Standart deviasi

Contoh perhitungan padatan tersuspensi

$$\begin{aligned} \% \text{ Padatan Tersuspensi} &= \left[\frac{m_t}{m_0} \right] \times 100 \% \\ &= \left[\frac{0,0107 \text{ g}}{1,0101 \text{ g}} \right] \times 100 \% \\ &= 1,059 \% \end{aligned}$$

Lampiran 4.2 Analisis Penentuan Jumlah Gugus Bermuatan Sulfat dengan Titrasi Konduktometri

1. Standarisasi NaOH

Ulangan	V.H ₂ C ₂ O ₄ .2H ₂ O (mL)	V.NaOH (mL)	[H ₂ C ₂ O ₄ .2H ₂ O] (mM)	[NaOH] (nM)	Rata-rata [NaOH] (M)
1	10	19,3	10	10,4	
2	10	19,2	10	10,4	10,4
3	10	19,2	10	10,4	

Contoh perhitungan penentuan molaritas larutan NaOH

$$a \cdot x \cdot M_1 \cdot V_1 = b \cdot x \cdot M_2 \cdot V_2$$

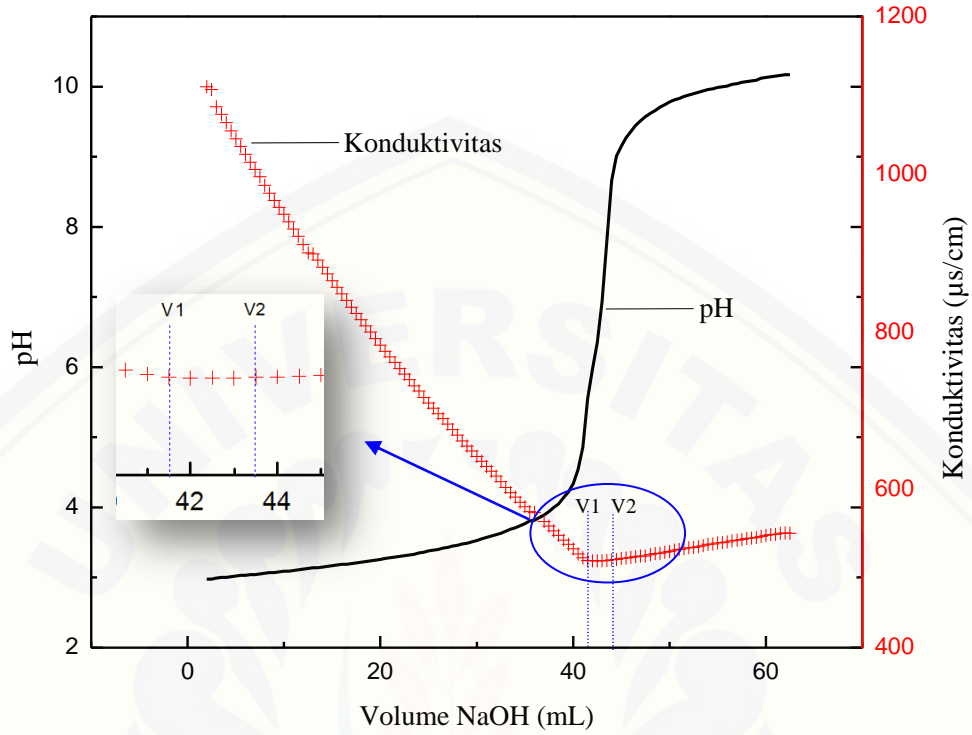
$$2 \times 10 \text{ mM} \times 10 \text{ mL} = 1 \times M_2 \times 19,3 \text{ mL}$$

$$M_2 = \frac{2 \times 10 \text{ mM} \times 10 \text{ mL}}{19,3 \text{ mL}}$$

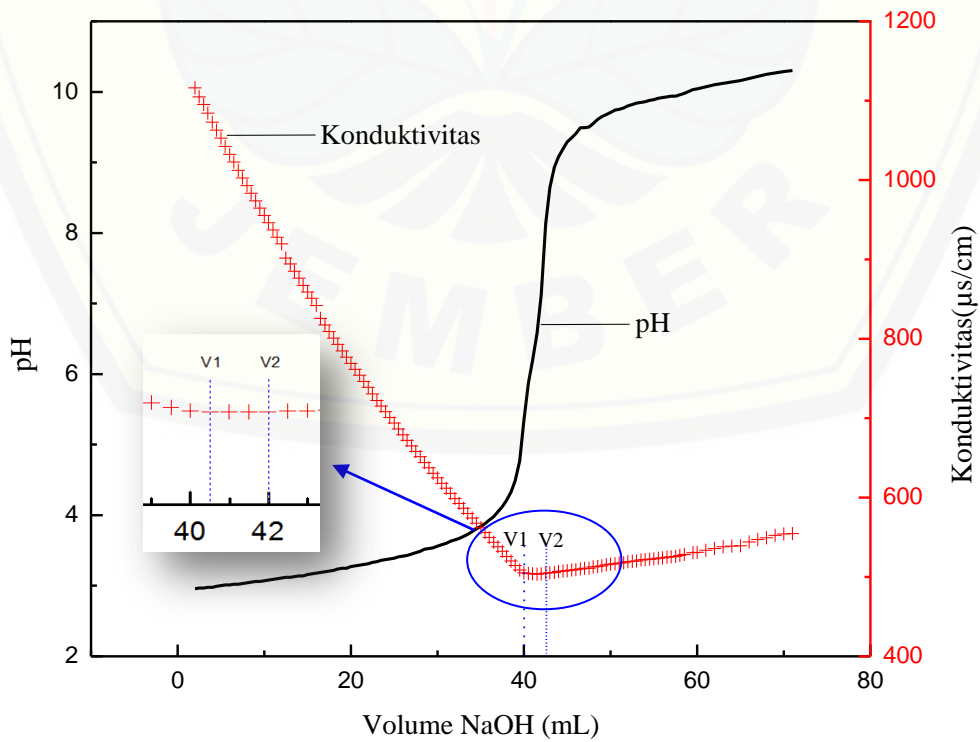
$$M_2 = 10,4 \text{ mM}$$

2. Grafik Titrasi Konduktometri

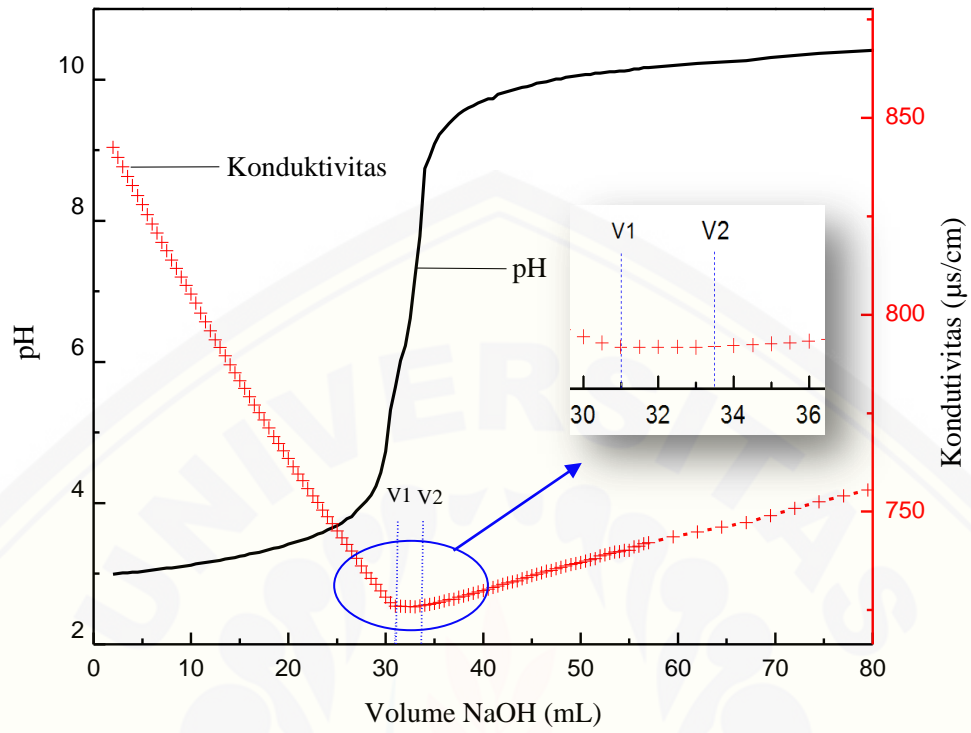
a. Grafik Titrasi Konduktometri NCC0 (Ulangan 1)



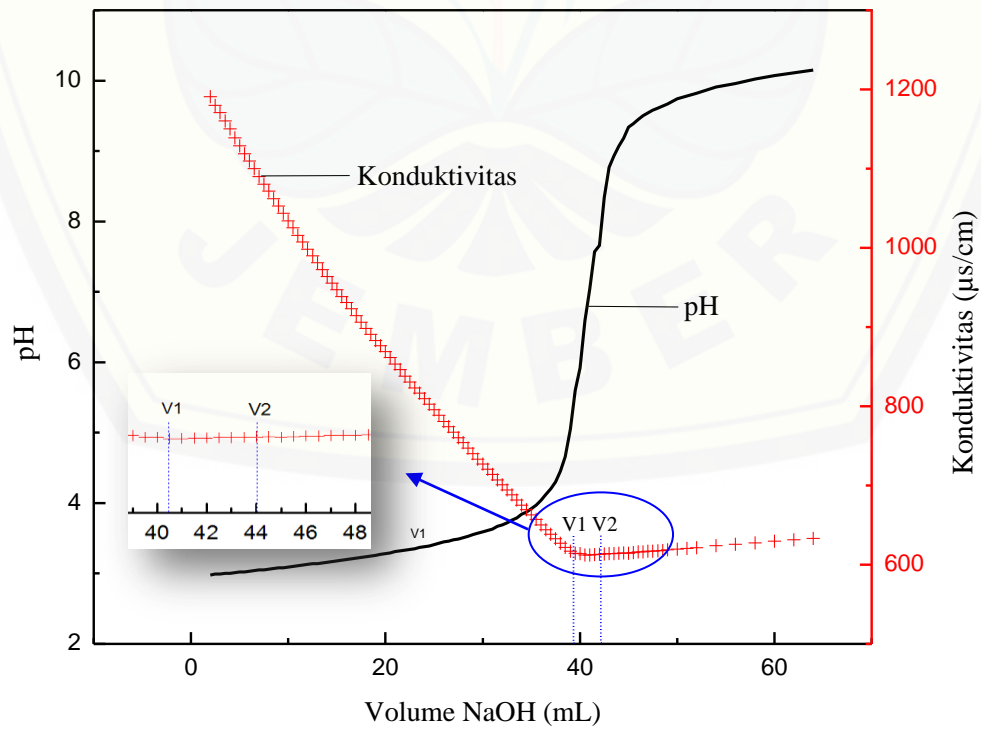
b. Grafik Titrasi Konduktometri NCC0 (Ulangan 2)



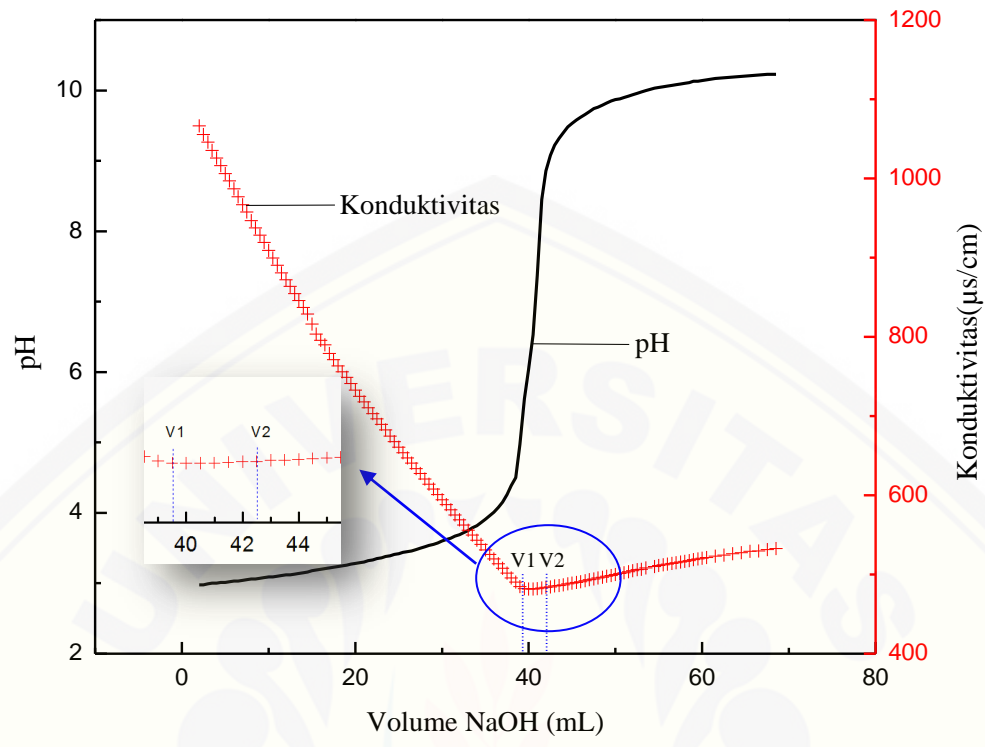
c. Grafik Titrasi Konduktometri NCC15 (Ulangan 1)



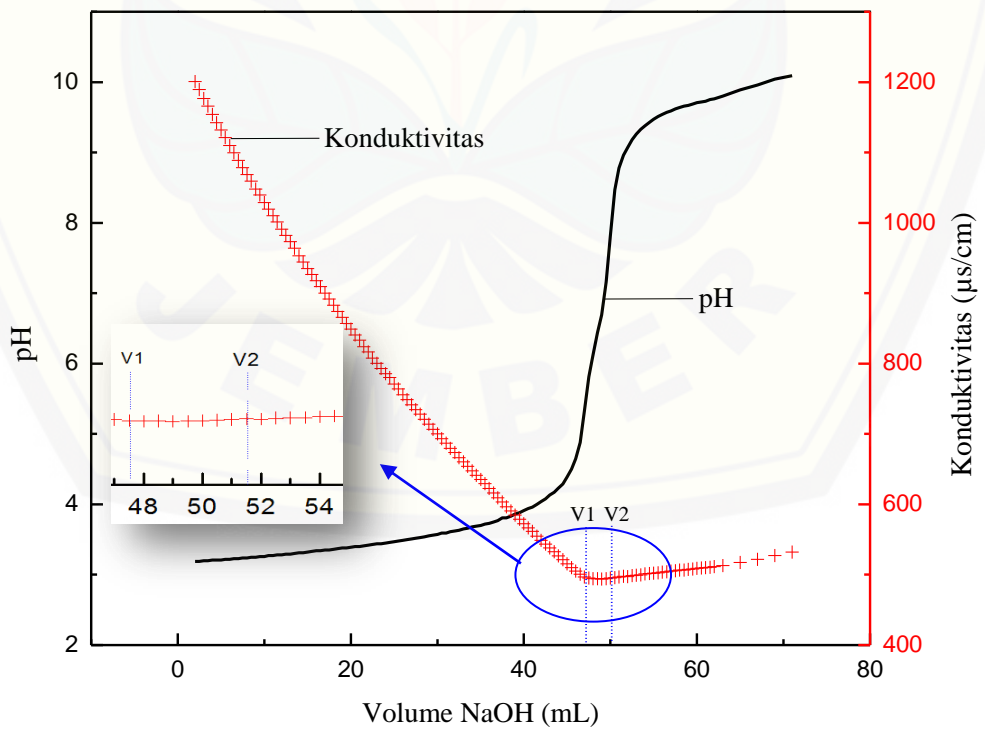
d. Grafik Titrasi Konduktometri NCC15 (Ulangan 2)



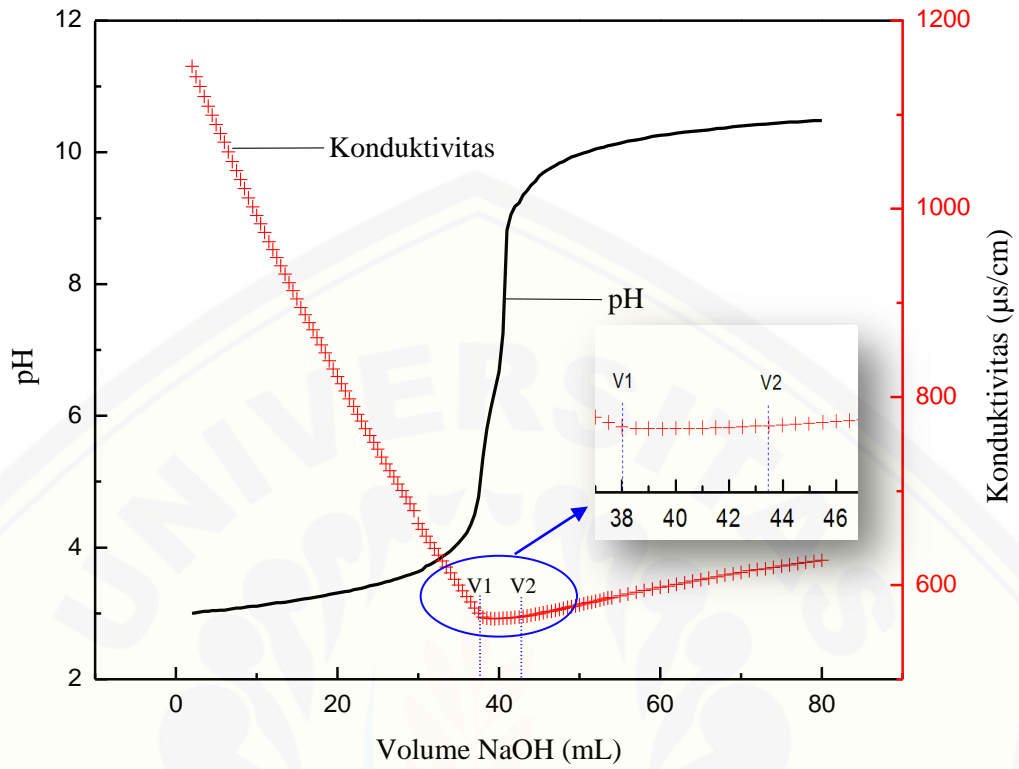
e. Grafik Titrasi Konduktometri NCC30 (Ulangan 1)



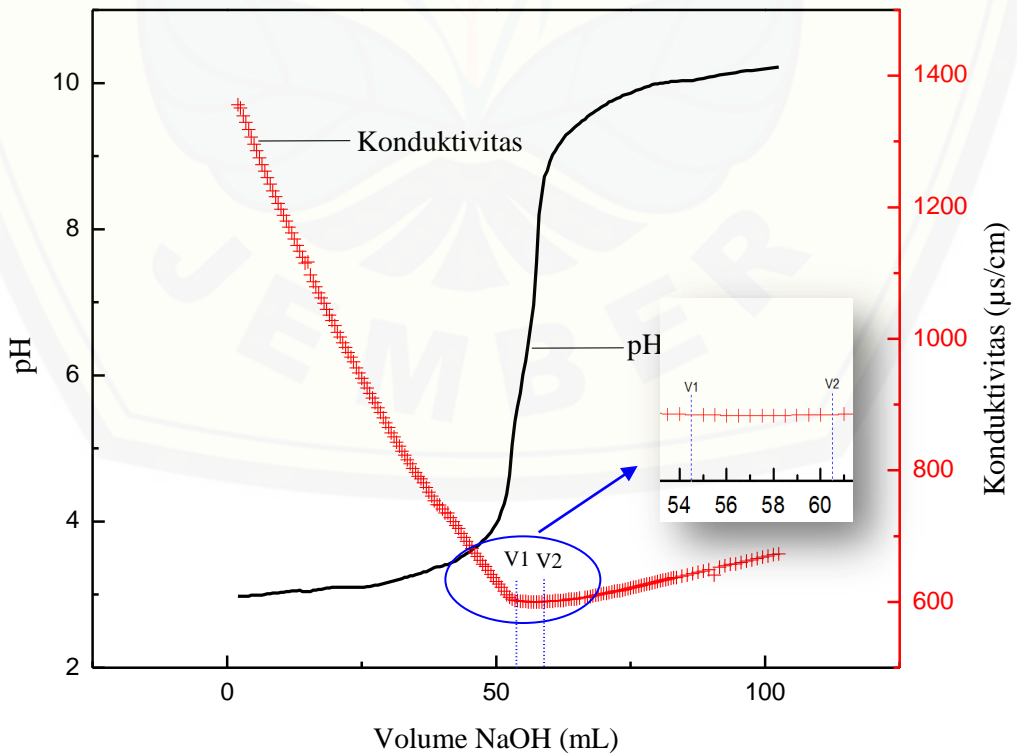
f. Grafik Titrasi Konduktometri NCC30 (Ulangan 2)



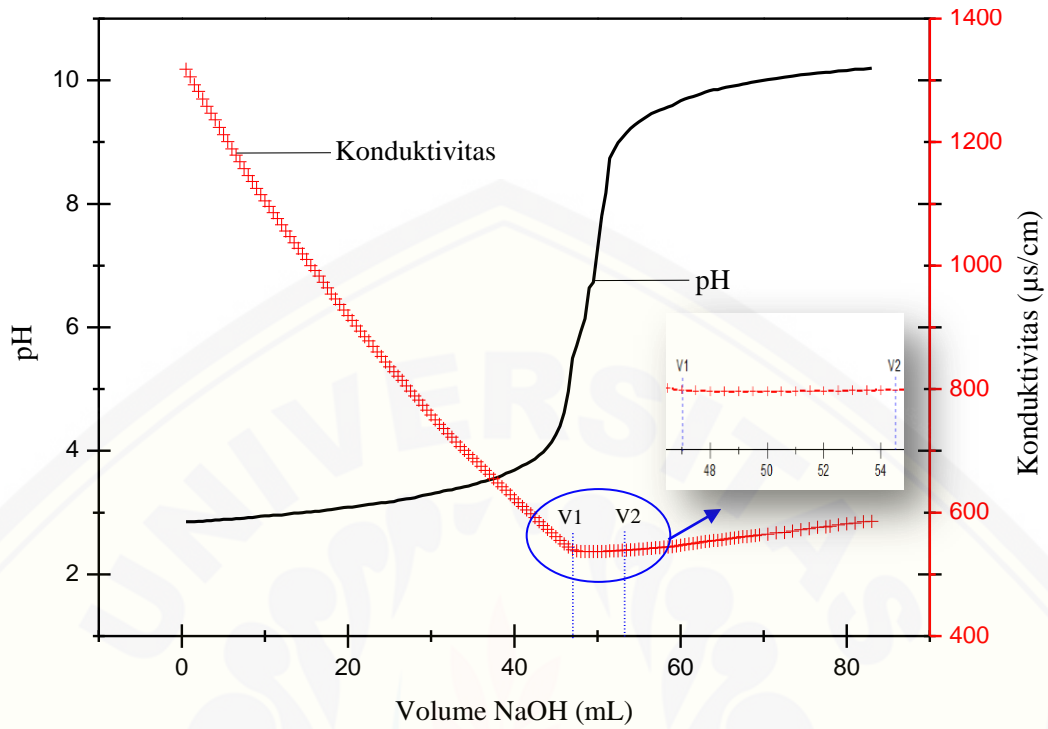
g. Grafik Titrasi Konduktometri NCC45 (Ulangan 1)



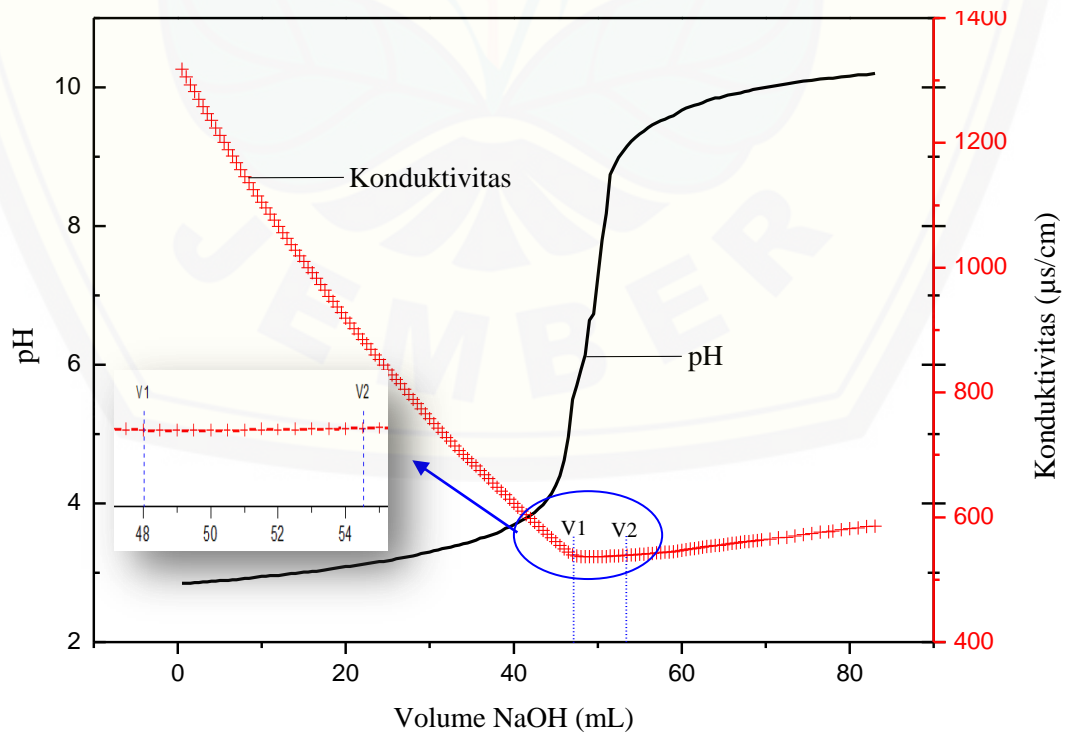
h. Grafik Titrasi Konduktometri NC45 (Ulangan 2)



i. Grafik Titrasi Konduktometri NCC60 (Ulangan 1)



j. Grafik Titrasi Konduktometri NCC60 (Ulangan 2)



k. Penentuan Jumlah Gugus Sulfat NCC

NC C	Ulangan Ke-	V ₁	V ₂	V.NaOH (V ₂ -V ₁) (mL)	Massa Suspensi (g)	[-OSO ₃ ⁻] (mmol/Kg)	Rata-rata [-OSO ₃ ⁻] (mmol/Kg)
0	1	41,5	43,5	2	4,99	4006,41	3505,61
	2	40,5	42	1,5	4,99	3004,81	
15	1	31	33,5	2,5	4,46	5600,36	6720,43
	2	40,5	44	3,5	4,46	7840,50	
30	7	39,5	42,5	3	4,55	6589,06	7687,24
	2	47,5	51,5	4	4,55	8785,42	
45	1	38	43,5	5,5	5,85	9401,07	9828,39
	2	54,5	60,5	6	5,85	10255,71	
60	1	47	54,5	7,5	4,97	15084,47	14078,84
	2	48	54,5	6,5	4,97	13073,21	

Contoh perhitungan jumlah gugus sulfat nanoselulosa:

M NaOH = 10,4 mM = 0,01 M (diperoleh dari hasil standarisasi NaOH)

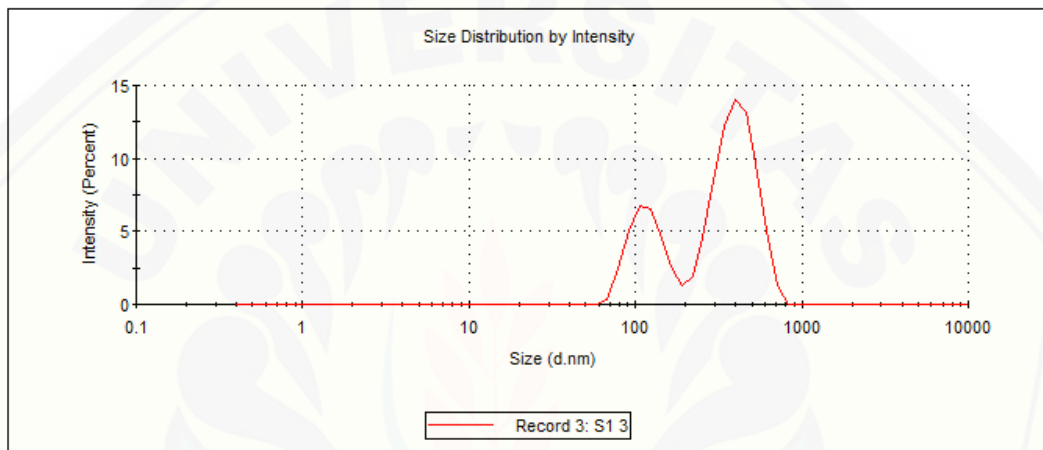
$$\begin{aligned}
 \text{Jumlah gugus } -\text{OSO}_3^- \text{ (mmol. Kg}^{-1}\text{)} &= \frac{(V_2 - v_1) \times M \text{ NaOH}}{m \text{ suspensi}} \\
 &= \frac{2 \text{ mL} \times 0,01 \text{ M}}{4,99 \times 10^{-3} \text{ Kg}} \\
 &= 4006,41 \text{ mmol/Kg}
 \end{aligned}$$

Lampiran 4.3. Analisis Ukuran Partikel dengan PSA

1. Grafik Distribusi PSA

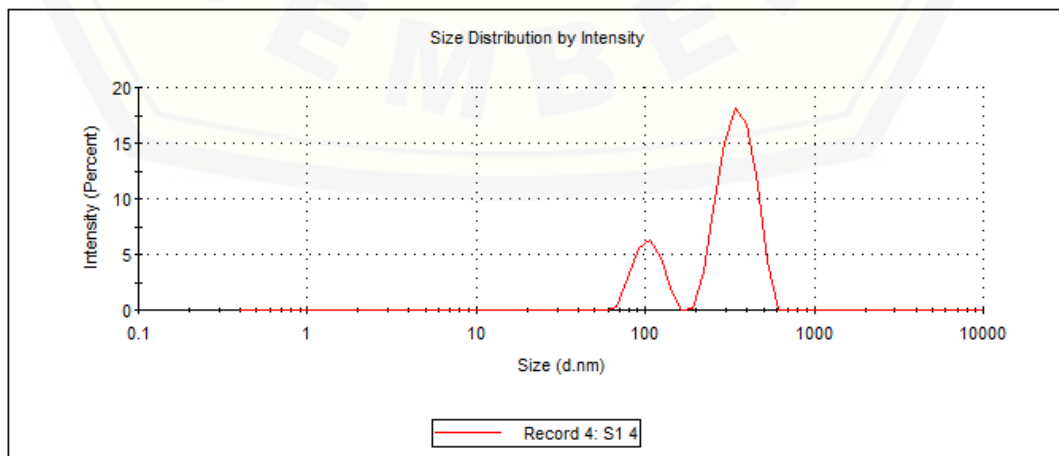
a. NCC0 (Ulangan 1)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 339.3	Peak 1: 408.4	70.6	112.9
Pdl: 0.488	Peak 2: 118.8	29.4	28.48
Intercept: 0.951	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Refer to quality report			



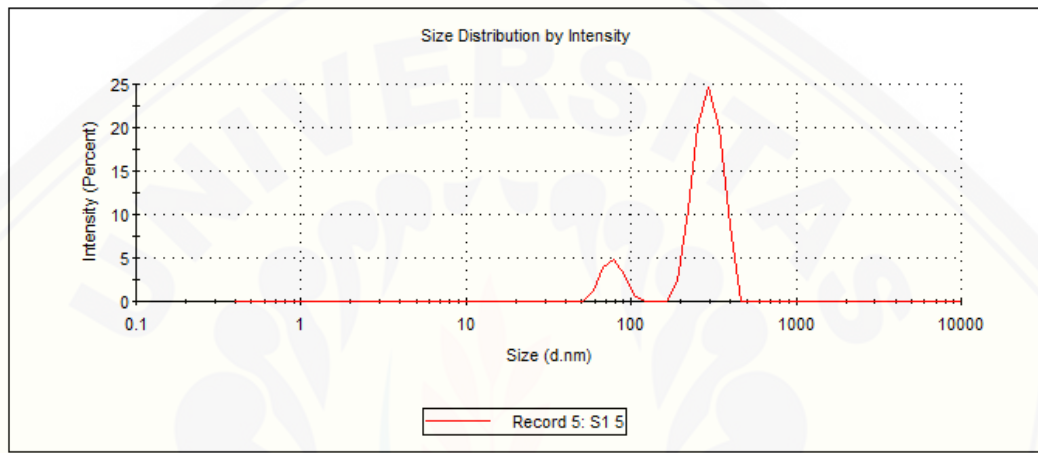
b. NCC0 (Ulangan 2)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 398.3	Peak 1: 356.3	78.2	79.96
Pdl: 0.509	Peak 2: 104.9	21.8	18.66
Intercept: 0.943	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Refer to quality report			



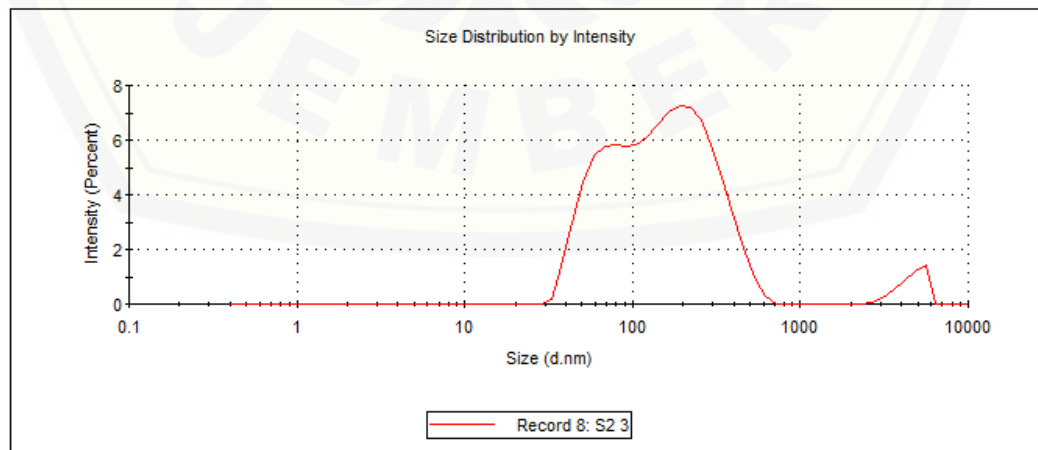
c. NCC0 (Ulangan 3)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 443.2	Peak 1: 295.0	86.4	53.91
Pdl: 0.495	Peak 2: 77.76	13.6	11.57
Intercept: 0.926	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Refer to quality report			



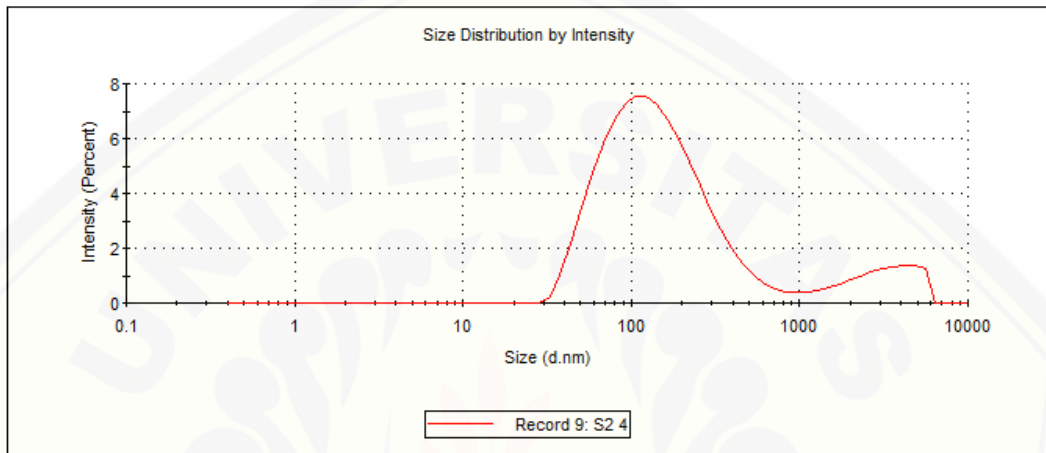
d. NCC15 (Ulangan 1)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 127.4	Peak 1: 214.5	65.9	105.4
Pdl: 0.351	Peak 2: 66.45	30.1	16.59
Intercept: 0.937	Peak 3: 4653	4.1	805.8
Result quality : Good			



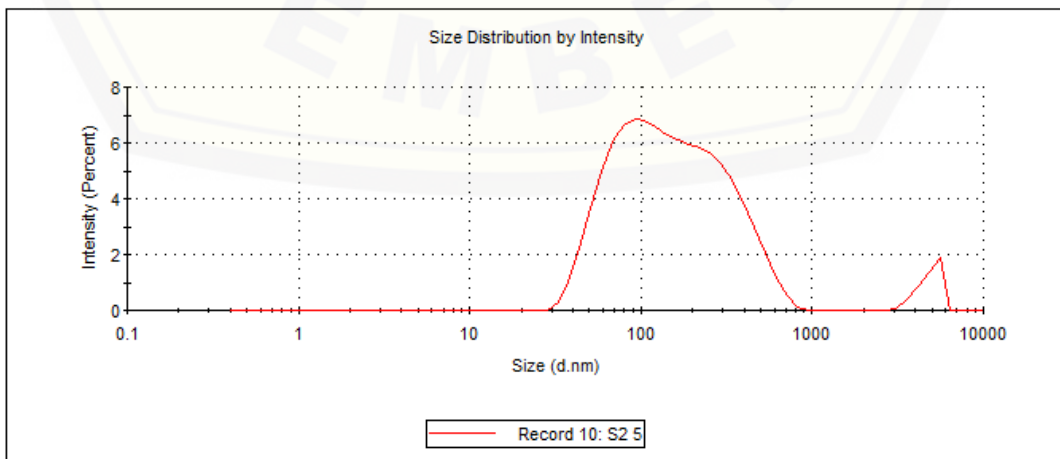
e. NCC15 (Ulangan 2)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 132.7	Peak 1: 167.4	88.0	134.9
Pdl: 0.358	Peak 2: 3172	12.0	1381
Intercept: 0.931	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Good			



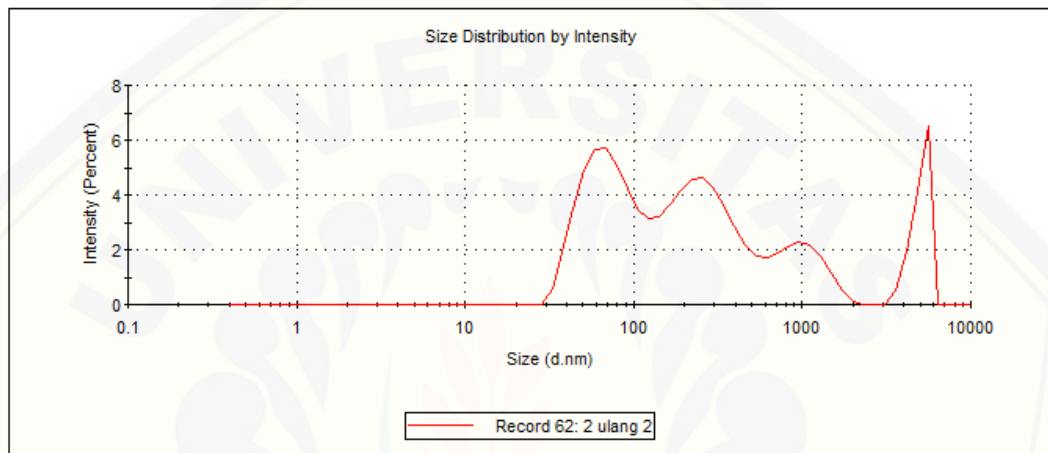
f. NCC15 (Ulangan 3)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 133.1	Peak 1: 185.9	95.4	136.2
Pdl: 0.385	Peak 2: 4857	4.6	698.6
Intercept: 0.936	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Good			



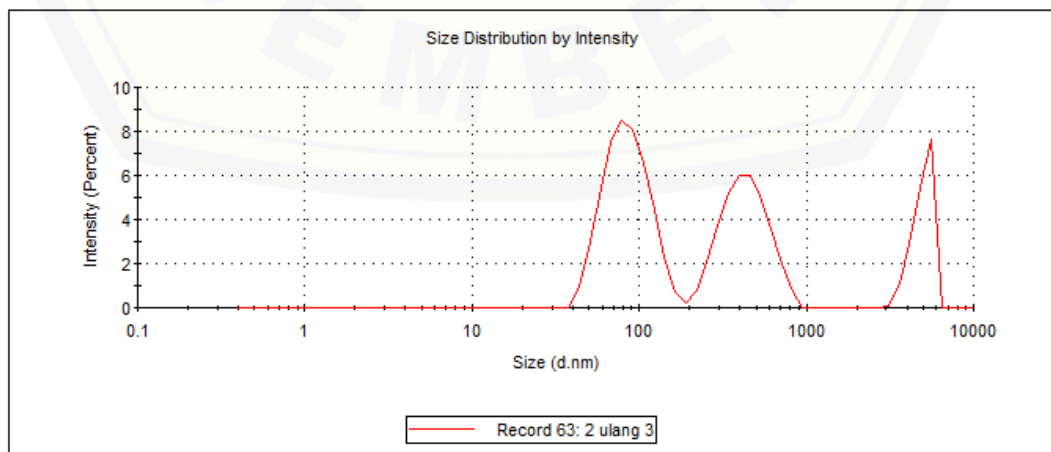
g. NCC30 (Ulangan 1)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 202.6	Peak 1: 277.9	38.0	129.6
Pdl: 0.644	Peak 2: 72.10	36.4	24.49
Intercept: 0.943	Peak 3: 1005	13.1	305.4
Result quality : Refer to quality report			



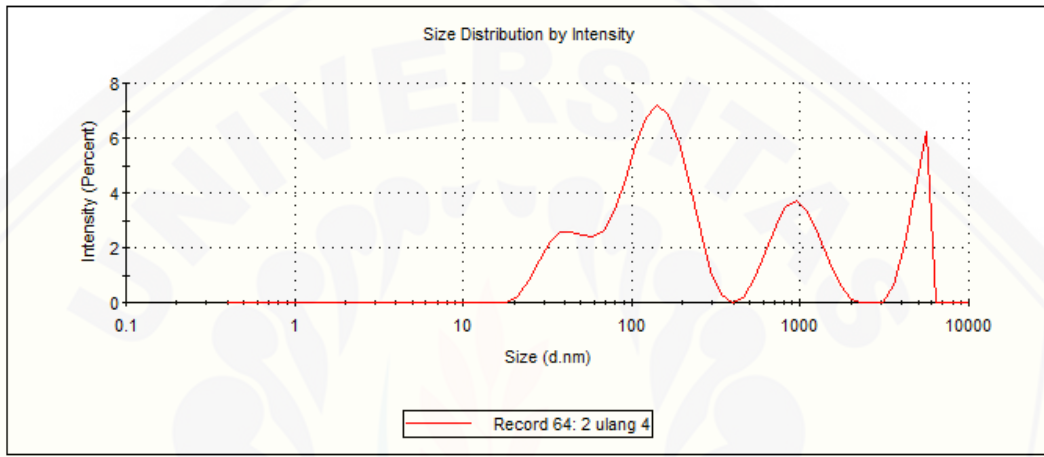
h. NCC30 (Ulangan 2)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 189.8	Peak 1: 87.09	47.5	27.09
Pdl: 0.709	Peak 2: 442.7	35.3	137.9
Intercept: 0.948	Peak 3: 4944	17.1	645.6
Result quality : Refer to quality report			



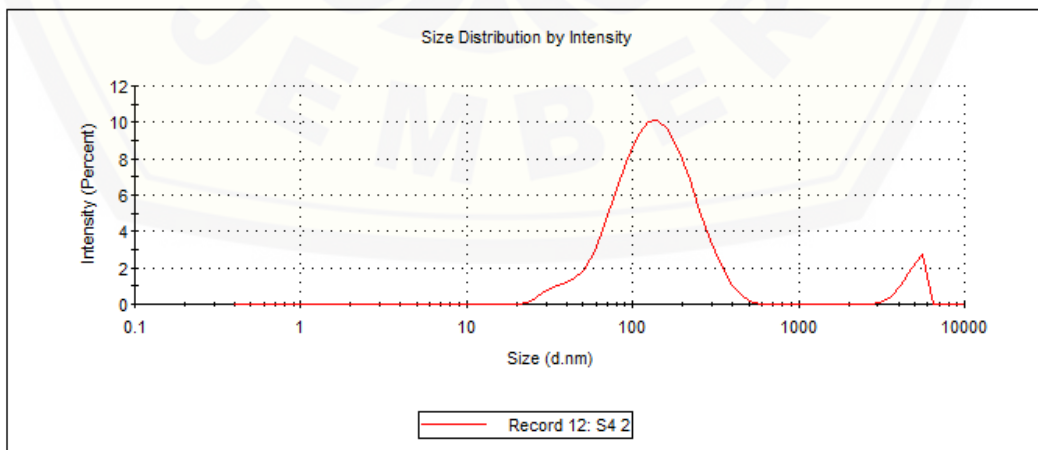
i. NCC30 (Ulangan 3)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 186.4	Peak 1: 144.1	52.3	57.88
Pdl: 0.692	Peak 2: 976.6	20.4	296.7
Intercept: 0.939	Peak 3: 41.58	14.5	10.85
Result quality : Refer to quality report			



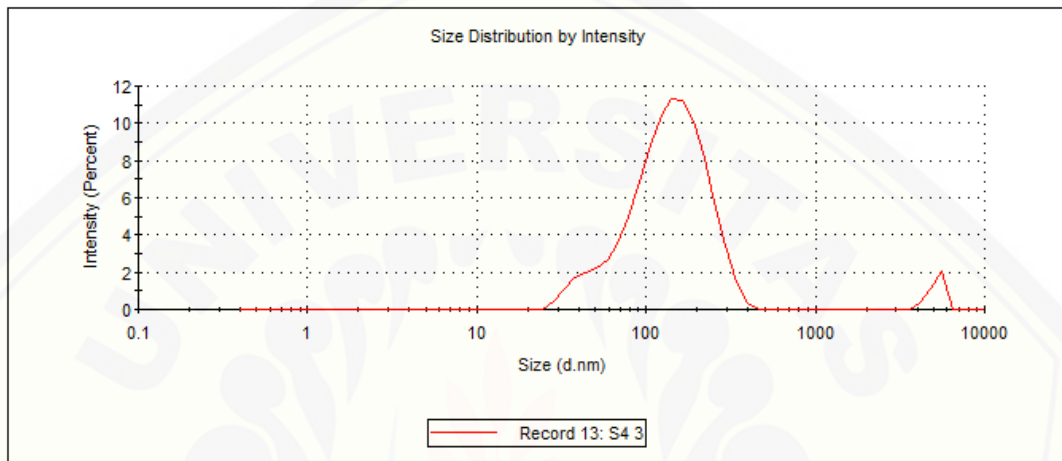
j. NCC45 (Ulangan 1)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 133.6	Peak 1: 148.9	93.8	78.78
Pdl: 0.407	Peak 2: 4931	6.2	659.3
Intercept: 0.917	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Good			



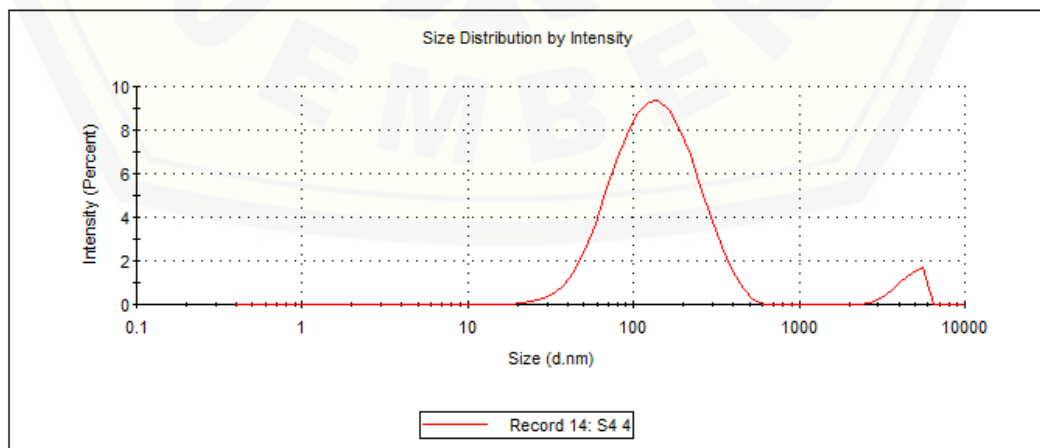
k. NCC45 (Ulangan 2)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 132.2	Peak 1: 147.5	96.5	70.34
Pdl: 0.339	Peak 2: 5175	3.5	488.0
Intercept: 0.923	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Good			



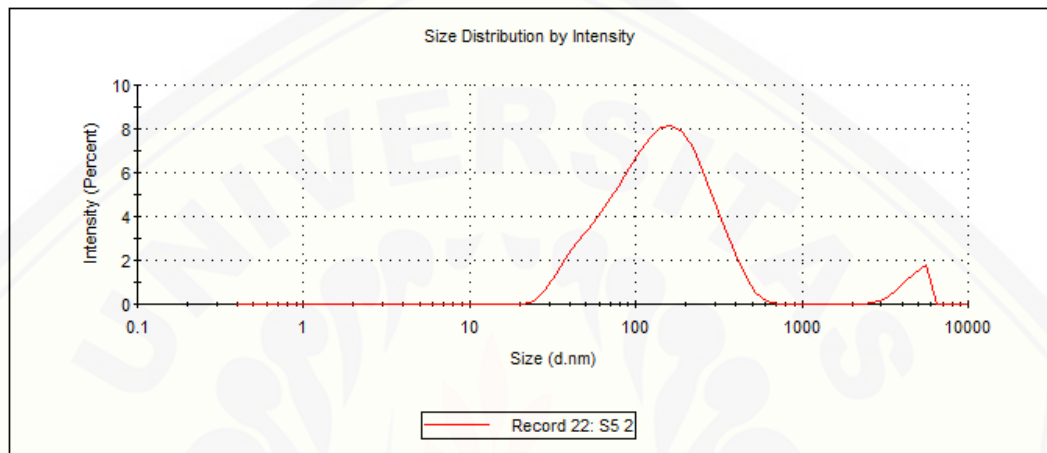
l. NCC45 (Ulangan 3)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 126.4	Peak 1: 152.4	94.8	85.74
Pdl: 0.336	Peak 2: 4647	5.2	811.5
Intercept: 0.911	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Good			



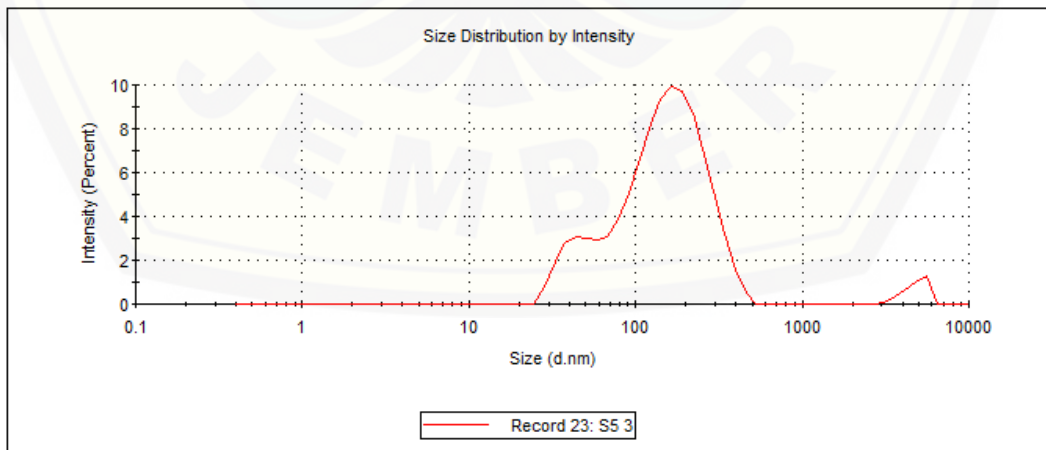
m. NCC60 (Ulangan 1)

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 123.3	Peak 1: 159.8	94.9	99.89
Pdl: 0.381	Peak 2: 4698	5.1	787.5
Intercept: 0.931	Peak 3: 0.000	0.0	0.000
Result quality : Good			



n. NCC60 (Ulangan 2)

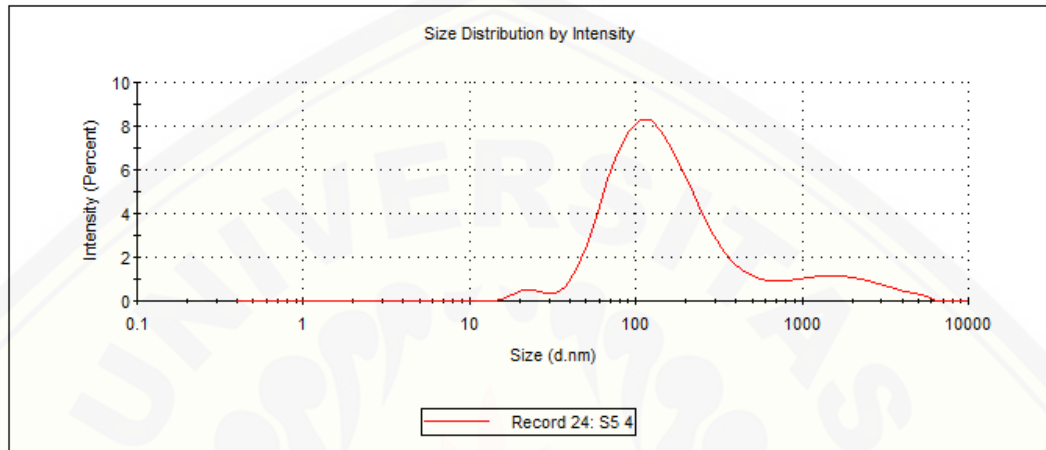
	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Z-Average (d.nm): 122.0	Peak 1: 174.9	82.5	81.43
Pdl: 0.354	Peak 2: 44.76	14.1	9.517
Intercept: 0.931	Peak 3: 4787	3.3	730.8
Result quality : Good			



o. NCC60 (Ulangan 3)

Z-Average (d.nm): 122.1
Pdl: 0.395
Intercept: 0.933
Result quality : Good

	Size (d.nm):	% Intensity:	St Dev (d.nm):
Peak 1:	163.5	85.5	121.8
Peak 2:	1945	12.4	1139
Peak 3:	24.38	2.1	4.974



2. Ukuran Rata-rata Partikel NCC

Waktu (menit)	Ulangan Ke-	Ukuran Partikel (nm)	Ukuran Rata-rata (nm)	Ukuran Partikel 1-100 (nm)	Ukuran Rata-rata (nm)	Ukuran Partikel 100-10000 (nm)	Ukuran Rata-rata (nm)
0	1	339,3	393,6 ± 52,1	86,32	82,91 ± 4,9	352,95	322,82
	2	398,3		86,41		321,97	
	3	443,2		76,01		293,55	
15	1	127,4	131,1 ± 3,2	70,48	69,67 ± 0,6	611,25	633,88
	2	132,7		69,55		741,83	
	3	133,1		68,99		548,55	
30	1	202,6	192,9 ± 8,5	63,35	64,73 ± 6,0	1308,68	1148,54
	2	189,8		72,63		896,27	
	3	186,4		58,20		1240,67	
45	1	133	130,5 ± 3,6	70,08	69,38 ± 1,0	592,51	504,79
	2	132		67,95		417,42	
	3	126,4		70,11		504,42	
60	1	123,3	122,5 ± 0,7	64,80	64,93 ± 3,0	536,73	487,60
	2	122		61,33		408,26	
	3	122,1		68,68		517,79	

3. Intensitas ukuran partikel 1-100 nm

Waktu (menit)	Ulangan Ke-	Intensitas ukuran 1-100 nm (%)	Intensitas Rata-rata (%)
0	1	7,9	9,83
	2	8,6	
	3	13	
15	1	30,1	31,07
	2	31,4	
	3	31,7	
30	1	36,3	36,23
	2	38,7	
	3	33,7	
45	1	27,3	27,27
	2	25,4	
	3	29,1	
60	1	30,5	29,3
	2	26,5	
	3	30,9	