

No. Dok: 6049-  
Copy : 1

0  
572  
put  
k.

Ace

**KARAKTERISTIK MIKROKRISTAL SELULOSA DENGAN  
PENGARUH WAKTU DAN KECEPATAN PENGADUKAN**

**DI BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN  
(Januari 2020 – Juni 2020)**

**TUGAS AKHIR**

Oleh  
**SOFIANI EKA PUTRI**  
NIM: 1516043

**DATA BUKU PERPUSTAKAAN**

Tgl Terima

16/04/2022

No Induk Buku

186/HU-P/SB/11/22



**PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER  
POLITEKNIK STMI JAKARTA  
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI  
2020**

**SUMBANGAN ALUMNI**

**KARAKTERISTIK MIKROKRISTAL SELULOSA DENGAN  
PENGARUH WAKTU DAN KECEPATAN PENGADUKAN**

**TUGAS AKHIR**

**Karya tulis sebagai salah satu syarat  
untuk memperoleh gelar Sarjana Terapan Bidang Teknik dari  
Politeknik STMI Jakarta**

**Oleh  
SOFIANI EKA PUTRI  
NIM: 1516043**



**PROGRAM STUDI TEKNIK KIMIA POLIMER  
POLITEKNIK STMI JAKARTA  
KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN RI  
2020**

## ABSTRAK

### KARAKTERISTIK MIKROKRISTAL SELULOSA DENGAN PENGARUH WAKTU DAN KECEPATAN PENGADUKAN

Oleh

Sofiani Eka Putri

NIM: 1516043

(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Mikrokristal selulosa didapatkan dengan memodifikasi selulosa dan memiliki ukuran 1-100 $\mu$ m. Alginat mengandung 23,97-35,22% selulosa yang dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan mikrokristal selulosa. Metode hidrolisis asam dilakukan untuk menghasilkan mikrokristal selulosa yang diinginkan. Asam sulfat digunakan dalam metode hidrolisis asam karena memberikan hasil yang lebih stabil sehingga efektif dalam menghidrolisis ikatan glikosidik pada selulosa. Metode hidrolisis asam dilakukan dengan perendaman alginat dengan 5% larutan asam sulfat selama 30 menit pada suhu 100°C dan dilakukan variasi waktu pengadukan 30 menit dan 90 pada kecepatan 1500 rpm serta variasi kecepatan pengadukan 1000 rpm dan 2000 rpm pada waktu 90 menit dengan tujuan untuk mengetahui waktu dan kecepatan pengadukan terhadap karakteristik mikrokristal selulosa. Waktu dan kecepatan pada proses hidrolisis asam mempengaruhi reaksi hidrolisis dan ukuran partikel mikrokristal selulosa yang semakin kecil. Hasil dari setiap variasi yang dihasilkan lalu dilakukan analisis gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), analisis suhu dekomposisi menggunakan *Thermogravimetric analysis* (TGA) dan analisis morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil pengujian pada variasi waktu pengadukan menunjukkan pengaruh semakin lama waktu pengadukan dan semakin tinggi kecepatan pengadukan menyebabkan semakin pendek intensitas gelombang yang dihasilkan, namun untuk suhu dekomposisi yang dihasilkan semakin lama waktu pengadukan dan semakin tinggi kecepatan pengadukan menghasilkan suhu yang lebih tinggi pada penguapan air dan degradasi selulosa bagian amorf, kristalin dan glikosidik pada mikrokristal selulosa. Mikrokristal selulosa yang didapatkan memiliki ukuran panjang rata-rata 25,44  $\mu$ m  $\pm$  0,25  $\mu$ m

Kata kunci: mikrokristal selulosa, hidrolisis asam, FTIR, TGA, SEM

**HALAMAN PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING**

**KARAKTERISTIK MIKROKRISTAL SELULOSA DENGAN  
PENGARUH WAKTU DAN KECEPATAN PENGADUKAN**

Sofiani Eka Putri  
NIM: 1516043  
(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Politeknik STMI Jakarta

Jakarta, Agustus 2020

Dosen Pembimbing I



Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng  
NIP. 1956091019840323002

Dosen Pembimbing II



Reviانا Inدا Dwi Suyatmo, S.T., M.Eng  
NIP. 198911202018012001

Menyetujui  
Ketua Program Studi  
Teknik Kimia Polimer



Fitria Ika Aryanti, S.T., M.Eng  
NIP. 198505112014022001

**HALAMAN PENGESAHAN PEMBIMBING TUGAS AKHIR**  
**PENGARUH WAKTU DAN KECEPATAN PENGADUKAN**  
**TERHADAP KARAKTERISTIK NANOKRISTAL SELULOSA**

Sofiani Eka Putri  
NIM: 1516043  
(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Politeknik STMI Jakarta

Jakarta, Juni 2020

Pembimbing



**Dr. Dwinna Rahmi, M. Eng**

NIP. 196710051993032004

**HALAMAN PENGESAHAN TIM PENGUJI SEMINAR TUGAS  
AKHIR**

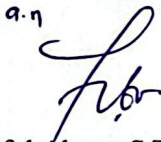
**KARAKTERISTIK MIKROKRISTAL SELULOSA DENGAN  
PENGARUH WAKTU DAN KECEPATAN PENGADUKAN**

Sofiani Eka Putri  
NIM: 1516043  
(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Politeknik STMI Jakarta

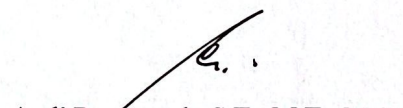
Jakarta, Agustus 2020

Penguji 1

9.7  


Syaiful Ahsan, S.T., M.T  
NIP. 198407162014021001

Penguji 2

  
Andi Rusnaenah, S.T., M.T., M.Si  
NIP. 197407192011012001

Dosen Pembimbing 1



Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng  
NIP. 1956091019840323002

Dosen Pembimbing 2



Reviana Inda Dwi Suyatmo, S.T., M.Eng  
NIP. 198911202018012001


**HALAMAN PENGESAHAN TIM PENGUJI SIDANG TUGAS  
AKHIR**

**KARAKTERISTIK MIKROKRISTAL SELULOSA DENGAN  
PENGARUH WAKTU DAN KECEPATAN PENGADUKAN**

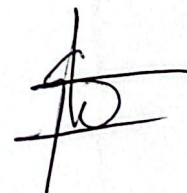
Sofiani Eka Putri  
NIM: 1516043  
(Program Studi Teknik Kimia Polimer)

Politeknik STMI Jakarta

Jakarta, Agustus 2020

Penguji 1  
a.n  


Syaiful Ahsan, S.T., M.T  
NIP. 198407162014021001

Penguji 2  


Dr. Erfina Oktariani, S.T, M.T  
NIP. 198210012014022001

Penguji 3  


Fitria Ika Aryanti, S.T., M.Eng  
NIP. 198505112014022001

Dosen Pembimbing



Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng  
NIP. 1956091019840323002

## HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR

Saya mahasiswa Program Studi Teknik Kimia Polimer, Politeknik STMI Jakarta,  
Kementerian Perindustrian Republik Indonesia :

Nama : Sofiani Eka Putri  
NIM : 1516043  
Program Studi : Teknik Kimia Polimer

Dengan ini menyatakan bahwa tugas akhir yang saya buat dengan judul  
Karakteristik Mikrokrystal Selulosa dengan Pengaruh Waktu dan Kecepatan  
Pengadukan Terhadap.

- Dibuat dan diselesaikan sendiri dengan menggunakan literatur hasil kuliah, survei lapangan, bimbingan dengan dosen pembimbing dan pembimbing penelitian, melalui tanya jawab maupun asistensi serta buku-buku jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada tugas akhir ini.
- Bukan merupakan duplikasi yang sudah dipublikasikan atau yang pernah dipakai untuk mendapatkan gelar sarjana di Universitas/Perguruan Tinggi lain, kecuali pada bagian-bagian tertentu digunakan referensi pendukung untuk melengkapi informasi dan sumber informasi dengan dicantumkan melalui referensi yang semestinya.
- Bukan merupakan karya tulis terjemahan dari kumpulan buku atau jurnal acuan yang tertera dalam referensi pada tugas akhir ini.

Jika terbukti saya tidak memenuhi apa yang telah saya nyatakan seperti apa yang diatas, maka tugas akhir saya ini dibatalkan

Jakarta, Agustus 2020



Sofiani Eka Putri

## KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah SWT Yang Maha Kuasa karena atas Rahmat-Nya penyusun dapat menyelesaikan tugas akhir penelitian yang berjudul “Karakteristik Mikrokristal Selulosa dengan Pengaruh Waktu dan Kecepatan Pengadukan”. Penulisan tugas akhir ini dilakukan sebagai salah satu syarat akademik Program Studi Teknik Kimia Polimer pada Politeknik STMI Jakarta. Penulis menyadari bahwa, tanpa bantuan dan bimbingan dari berbagai pihak, dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan tugas akhir ini, sangatlah sulit bagi kami untuk menyelesaikan tugas akhir ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Mustofa, S.T., M.T., selaku Direktur Politeknik STMI Jakarta.
2. Fitria Ika Aryanti, S.T., M.Eng., selaku Ketua Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta.
3. Ella Melyna, S.T., M.T., selaku Sekretaris Program Studi Teknik Kimia Polimer Politeknik STMI Jakarta.
4. Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng., selaku dosen pembimbing penelitian di Politeknik STMI Jakarta.
5. Reviana Inda Dwi Suyatmo, S.T., M.Eng., selaku asisten dosen pembimbing penelitian di Politeknik STMI Jakarta.
6. Dr. Dwinna Rahmi selaku pembimbing penelitian di laboratorium Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK).
7. Orang tua dan keluarga penulis yang telah memberikan bantuan dukungan material dan moral.

Akhir kata, penyusun menyadari keterbatasan dan kemampuan dalam menyusun laporan tugas akhir ini. Oleh karena itu, penyusun mengharapkan saran dan kritik yang bersifat membangun sehingga berguna bagi. Semoga tugas akhir ini membawa manfaat bagi pengembangan ilmu.

Jakarta, Agustus 2020

Penyusun

## DAFTAR ISI

ABSTRAK .....	iii
HALAMAN PENGESAHAN DOSEN PEMBIMBING .....	iv
HALAMAN PENGESAHAN PEMBIMBING TUGAS AKHIR .....	v
HALAMAN PENGESAHAN TIM PENGUJI SEMINAR TUGAS AKHIR .....	vi
HALAMAN PENGESAHAN TIM PENGUJI SIDANG TUGAS AKHIR .....	vii
HALAMAN PERNYATAAN KEASLIAN TUGAS AKHIR .....	viii
KATA PENGANTAR .....	ix
DAFTAR ISI .....	x
DAFTAR LAMPIRAN .....	xii
DAFTAR GAMBAR .....	xiii
DAFTAR TABEL .....	xiv
DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG .....	xv
Bab I Pendahuluan .....	1
I.1 Latar Belakang .....	1
I.2 Rumusan Masalah .....	2
I.3 Batasan Masalah .....	2
I.4 Tujuan Penelitian .....	3
I.5 Manfaat Penelitian .....	3
BAB II Tinjauan Pustaka .....	4
II.1 Alginat .....	4
II.2 Selulosa .....	4
II.3 Mikrokristal Selulosa .....	6
II.4 Hidrolisis Asam .....	7
II.5 Kecepatan dan Waktu Pengadukan .....	8
II.6 <i>Gugus Fungsi</i> .....	9
II.7 Suhu Dekomposisi .....	10
II.8 Morfologi .....	11
Bab III Metode .....	13
III.1 Waktu dan Tempat Penelitian .....	13

III.2	Alat dan Bahan .....	13
III.2.1	Alat.....	13
III.2.2	Bahan .....	13
III.3	Variabel .....	13
III.3.1	Variabel Tetap.....	13
III.3.2	Variabel Bebas.....	14
III.4	Prosedur Penelitian.....	14
III.4.1	Preparasi Sampel.....	14
III.4.2	Pembentukan Mikrokrystal Selulosa .....	14
III.4.3	Gugus Fungsi .....	15
III.4.4	Suhu Dekomposisi .....	15
III.4.5	Morfologi.....	15
Bab IV	Hasil dan Pembahasan.....	17
IV.1	Waktu dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Gugus Fungsi Mikrokrystal Selulosa .....	17
IV.1.1	Waktu dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Suhu Dekomposisi Mikrokrystal Selulosa.....	21
IV.1.2	Waktu dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Morfologi Mikrokrystal Selulosa .....	25
Bab V	Penutup .....	27
V.1	Kesimpulan.....	27
V.2	Saran.....	27
Daftar Pustaka	.....	28

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Lembar Permohonan Tugas Akhir Ke Laboratorium.....	33
Lampiran B	Lembar Bimbingan Tugas Akhir .....	34
Lampiran C	Lembar Surat Tugas Akhir Dosen Pembimbing I.....	37
Lampiran D	Lembar Surat Tugas Akhir Dosen Pembimbing II.....	38
Lampiran E	Perhitungan .....	39
Lampiran F	Dokumentasi.....	43

## DAFTAR GAMBAR

Gambar II. 1	Struktur alginat .....	4
Gambar II. 2	Struktur selulosa .....	5
Gambar II. 3	Depolimerisasi selulosa menjadi mikrokristal selulosa .....	6
Gambar II. 4	Reaksi esterifikasi gugus hidroksil pada selulosa selama proses hidrolisis asam sulfat .....	8
Gambar II. 5	Spektrum FTIR (a) serat daun nanas, (b) ekstraksi selulosa serat daun nanas dan (c) mikrokristal selulosa dari serat daun nanas .....	9
Gambar II. 6	Suhu dekomposisi serat daun nanas, selulosa dari serat daun nanas dan mikrokristal selulosa dari serat daun nanas .....	11
Gambar II. 7	Morfologi (a) limbah serbuk kayu, (b) selulosa limbah serbuk kayu, (c) mikrokristal selulosa limbah serbuk kayu .....	12
Gambar III. 1	Diagram Alir Penelitian.....	16
Gambar IV. 1	Spektrum rumput laut, alginat dan mikrokristal selulosa variasi waktu pengadukan.....	17
Gambar IV. 2	Spektrum rumput laut, alginat dan mikrokristal selulosa variasi kecepatan pengadukan.....	19
Gambar IV. 3	Suhu dekomposisi variasi waktu pengadukan 30 menit .....	21
Gambar IV. 4	Suhu dekomposisi variasi waktu pengadukan 90 menit.....	22
Gambar IV. 5	Suhu dekomposisi variasi kecepatan pengadukan 1000 rpm .....	23
Gambar IV. 6	Suhu dekomposisi variasi kecepatan pengadukan 2000 rpm .....	23
Gambar IV. 7	Morfologi (a) rumput laut Sargassum sp, (b) alginat, (c) mikrokristal selulosa alginat, (d) analisa ukuran permukaan dengan Image-J dan Origin.....	25

## DAFTAR TABEL

Tabel II. 1	Daerah serapan gugus fungsi pada mikrokrystal selulosa .....	10
Tabel III. 1	Variasi waktu dan kecepatan pengadukan dalam pembuatan mikrokrystal selulosa.....	14
Tabel IV. 1	Spektrum FTIR alginat, rumput laut dan mikrokrystal selulosa .....	20
Tabel IV. 3	Perbandingan suhu dekomposisi mikrokrystal selulosa dengan pengaruh waktu pengadukan dan kecepatan pengadukan.....	24

## DAFTAR SINGKATAN DAN LAMBANG

SINGKATAN	Nama	Pemakaian pertama kali pada halaman
FTIR	<i>Fourier Transform Infrared</i>	2
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	Asam Sulfat	2
HCl	Asam Klorida	2
N <sub>2</sub>	Nitrogen	15
SEM	<i>Scanning Electron Microscope</i>	2
TGA	<i>Thermogravimetric Analysis</i>	2
LAMBANG		
rpm	<i>rotation per minute</i>	2
µm	mikrokristal selulosa	2

## Bab I Pendahuluan

### I.1 Latar Belakang

Mikrokristal selulosa diperoleh dari modifikasi selulosa dan memiliki panjang 1-100  $\mu\text{m}$  (Brinchi dkk., 2013; Kalia dkk., 2011). Selulosa didapatkan dari alginat dengan kandungan selulosa 23,97-35,22% hasil dari ekstraksi rumput laut coklat *Sargassum sp* banyak ditemukan di perairan Indonesia (Anggadireja dkk., 1993). Kandungan alginat dari rumput laut coklat bervariasi tergantung dari jenis, kondisi lingkungan musim saat panen, metode ekstraksi yang digunakan, serta dipengaruhi oleh bagian tanaman dari rumput laut coklat yang diekstraksi (Draget dkk., 2000; Mirshafiey dkk., 2009).

Mikrokristal selulosa dihasilkan dengan 2 tahap yaitu proses delignifikasi dan proses hidrolisis. Ada beberapa cara yang dapat dilakukan untuk proses hidrolisis yaitu dengan *acid hydrolysis* (Habibi dkk., 2010) dan *enzyme-assited hydrolysis* (Siqueira dkk., 2010). Metode hidrolisis asam dapat menggunakan beberapa jenis asam namun asam sulfat menjadi pilihan dalam metode hidrolisis asam karena memberikan hasil yang lebih stabil sehingga efektif dalam menghidrolisis ikatan glikosidik pada selulosa (Islam dkk., 2014). Hidrolisis asam yang terkendali dapat merusak daerah amorf pada mikrofibril selulosa, yang akan meninggalkan segmen kristalin utuh yang mengarah pada pembentukan kristal tunggal (Berglund dkk., 2010).

Pemanfaatan mikrokristal selulosa telah banyak diaplikasikan pada berbagai produk, antara lain *electronic display, packaging, optical device*, nanokomposit serta biokomposit (Eichorn dkk., 2009; Johar dkk., 2012; Kalia dkk., 2011). Dalam bidang farmasetik, mikrokristal selulosa merupakan salah satu eksipien sediaan tablet. Selain itu selulosa mikrokristal juga mampu meningkatkan sifat alir masa cetak tablet, dapat mempercepat sistem penyampaian obat (Bala dkk., 2013) dan berfungsi sebagai pembawa padat yang tidak larut air (Li dkk., 2013).

Pembuatan mikrokristal selulosa telah dilakukan oleh Oyenyi dan Itiola, (2012) dengan bahan baku dari kulit jagung menggunakan metode hidrolisis asam dengan HCL menghasilkan mikrokristal selulosa dengan diameter rata-rata partikel 61.5  $\mu\text{m}$ . Sheltami dkk (2012) telah melakukan ekstraksi mikrokristal selulosa dari daun mengkuang dengan metode hidrolisis asam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  60% memperoleh kristalinitas 69% dan ukuran panjang 50-40  $\mu\text{m}$  dengan diameter 5-25  $\mu\text{m}$ . Menurut Peng (2011) mikrokristal yang dihasilkan dari hidrolisis asam sulfat dan asam klorida berbeda, karena kelimpahan dari gugus sulfat pada permukaannya, mikrokristal yang diperoleh dari hidrolisis asam sulfat dapat terdispersi dengan mudah dalam air, sedangkan NKS yang diperoleh dari hidrolisis asam klorida tidak terdispersi dengan mudah, dan suspensi larutan cenderung terflokulasi.

Berdasarkan hal tersebut dilakukan pembuatan mikrokristal selulosa dengan bahan baku alginat menggunakan metode hidrolisis asam dengan asam sulfat terhadap variasi waktu pengadukan dan variasi kecepatan pengadukan. Hasil dari setiap variasi yang dihasilkan lalu dilakukan analisis gugus fungsi menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR), analisis suhu dekomposisi menggunakan *Thermogravimetric analysis* (TGA) dan analisis morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM).

## **I.2 Rumusan Masalah**

Rumusan masalah dalam penelitian ini yaitu:

1. bagaimana pengaruh waktu pengadukan terhadap karakteristik mikrokristal selulosa?
2. bagaimana pengaruh kecepatan pengadukan terhadap karakteristik mikrokristal selulosa?

## **I.3 Batasan Masalah**

Batasan masalah penelitian ini adalah:

1. alginat didapatkan dari Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK),

2. variasi waktu dalam pengadukan pembuatan mikrokristal selulosa 30 menit dan 90 menit dan variasi kecepatan dalam pengadukan mikrokristal selulosa 1000 rpm dan 2000 rpm,
3. karakteristik gugus fungsi, suhu dekomposisi dan morfologi pada mikrokristal selulosa.

#### **I.4 Tujuan Penelitian**

Adapun tujuan dalam penelitian ini adalah untuk:

1. mengetahui pengaruh waktu pengadukan terhadap karakteristik mikrokristal selulosa,
2. mengetahui kecepatan pengadukan terhadap karakteristik mikrokristal selulosa.

#### **I.5 Manfaat Penelitian**

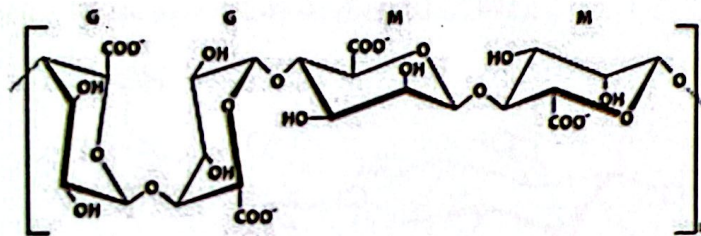
Manfaat yang diharapkan dalam penelitian ini adalah:

1. memberikan informasi mengenai manfaat dari pembuatan mikrokristal selulosa,
2. memberikan informasi pembuatan mikrokristal selulosa dari hasil hidrolisis asam menggunakan asam sulfat.

## BAB II Tinjauan Pustaka

### II.1 Alginat

Alginat merupakan polisakarida utama yang menyusun biomassa alga dengan kadar mencapai 40% dari berat kering (Draget dkk., 2001). Alginat digolongkan sebagai jenis metabolit primer. Alginat banyak dimanfaatkan dalam industri karena memiliki kemampuan untuk menyimpan air, membentuk gel, agen pengental dan agen penstabil. Struktur kimia alginat dapat dilihat pada Gambar II.1.



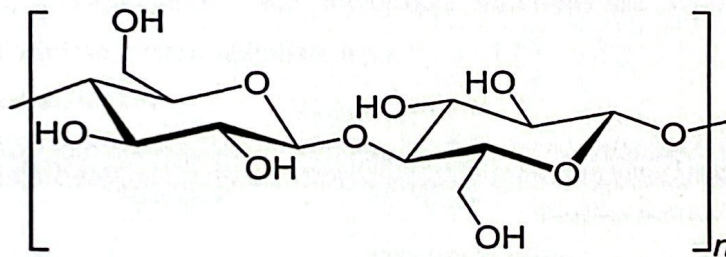
Gambar II. 1 Struktur alginat (Sun dan Huaping, 2013)

Alginat mengandung selulosa berkisar antara 23,97-35,22%. Selulosa adalah polimer glukosa yang berbentuk rantai linier dan dihubungkan oleh ikatan  $\beta$ -1,4 glikosidik. Struktur yang linier menyebabkan selulosa bersifat kristalin dan tidak mudah larut (Holtzapfle, 2003). Rumus molekul dari natrium alginat adalah  $(C_6H_7O_6Na)_n$  (Erningsih, 2014). Faktor-faktor yang mempengaruhi sifat-sifat alginat adalah suhu, konsentrasi, dan ukuran polimer (Cottrell dan Kovacs, 1980). Kelemahan alginat yaitu keterbatasan dalam sifatnya yang hidrofilik dan sulit berasosiasi dengan material hidrofobik (Broderick dkk., 2006). Salah satu upaya untuk meningkatkan kelemahan alginat dengan memodifikasi alginat melalui strukturnya atau dengan memanfaatkan interaksinya dengan bahan lain yang dapat meningkatkan peluang penggunaannya.

### II.2 Selulosa

Selulosa adalah polimer alam berupa zat karbohidrat (polisakarida) yang mempunyai serat dengan warna putih, tidak dapat larut dalam air dan pelarut organik. Selulosa

memiliki dua struktur yaitu kristal dan amorf. Selulosa mengandung sekitar 50-90% bagian kristal dan sisanya bagian amorf (Aziz dkk.,2002). Rantai panjang molekul selulosa berkisar dari 100 sampai 14000 unit. Bagian amorf dihilangkan dengan proses hidrolisis asam atau metode mekanik sehingga diperoleh mikrokristalin selulosa yang memiliki luas permukaan yang besar, daya tarikan tinggi, dan sifat optikal yang unik (Rowe dan Raymond, 2009). Selulosa dapat ditemukan pada daun nanas dengan kandungan selulosa 66,2% (Zawawi dkk., 2014), batang jagung 34% (Silverio dkk., 2013), dan alginat hasil ekstraksi dari rumput laut *Sargassum sp* 23,97-35,22% (Anggadireja dkk., 1993). Hidrolisis sempurna selulosa akan menghasilkan monomer selulosa yaitu glukosa, sedangkan hidrolisis tidak sempurna akan menghasilkan disakarida dari selulosa yaitu selobiosa (Fan dkk., 1982).



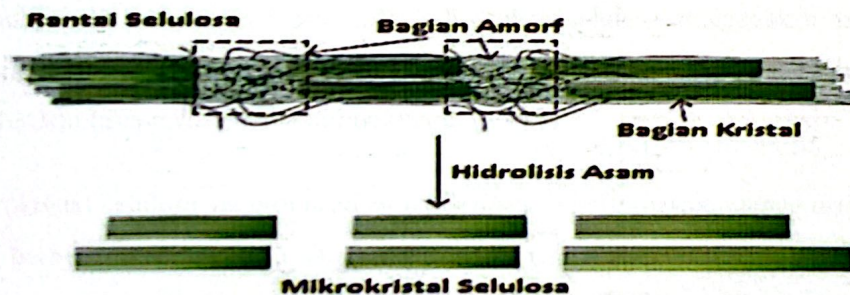
Gambar II. 2 Struktur selulosa (Alistrair dkk., 2006)

Selulosa dapat dibedakan menjadi dua jenis berdasarkan proses pembentukannya, yaitu selulosa mikrokristal dan selulosa nanokrokristal. Mikrokristal selulosa diproduksi dengan menghidrolisis selulosa dengan menggunakan asam klorida untuk melarutkan bagian amorf dari polisakarida. Menghilangkan bagian amorf mempengaruhi struktur dan kristalinitas mikrokristal selulosa, serta stabilitas suhu dan morfologi permukaan serat akan terpengaruh oleh hilangnya bagian amorf (Deepa dkk., 2011).

Struktur selulosa dapat dilihat pada Gambar II.2. Dengan adanya ikatan hidrogen yang terbentuk, maka struktur selulosa dapat tersusun secara teratur dan membentuk daerah kristalin. Di samping itu, juga terbentuk rangkaian struktur yang tidak tersusun secara teratur yang akan membentuk daerah nonkristalin atau amorf.

### II.3 Mikrokrystal Selulosa

Mikrokrystal Selulosa merupakan selulosa yang mengalami proses hidrolisis sebagian dan umumnya memiliki diameter 1-100  $\mu\text{m}$  dengan persentase kristalin sebesar 55% - 85% (Brinchi dkk., 2013). Pada dinding sel tanaman hidup mikrokrystal selulosa memainkan peran utama dalam struktur dinding sel serta memberikan kekuatan yang kokoh. Metode yang paling banyak digunakan untuk memproduksi mikrokrystal selulosa adalah hidrolisis asam dibawah kendali waktu dan suhu yang menghilangkan bagian amorf selulosa hingga membentuk kristal selulosa (Siro dan Plackett, 2010). Mikrokrystal selulosa bersifat hidrofilik (Anirudhan dkk., 2013). Gugus hidroksil mikrokrystal selulosa mudah dimodifikasi sehingga dapat dengan mudah dimasukkan gugus ionik (sulfat, karboksilat), gugus katalis (ammonium), dan gugus polimerisasi (Sacui dkk., 2014). Gambar II.3 merupakan depolimerisasi selulosa menjadi mikrokrystal selulosa melalui hidrolisis asam.



Gambar II. 3 Depolimerisasi selulosa menjadi mikrokrystal selulosa (Lee dkk., 2014)

Hidrolisis asam menghilangkan daerah non-kristal dan hanya bagian kristal yang tersisa. Perlakuan mekanis dari serat akan tetap ada baik non-kristal dan daerah kristal tapi beberapa ikatan interfibrillar akan pecah, menciptakan fibril dalam ukuran nanometer pada lebarnya dan ukuran mikrometer pada panjangnya (Borjesson dan Westman, 2015).

Mikrokrystal selulosa didapatkan dengan 2 tahap proses delignifikasi dan proses hidrolisis asam. Proses delignifikasi terdapat beberapa metode yaitu *alkali treatment*, *acid treatment*, *bio-delignification*, dan *organosolv*. Proses hidrolisis dilakukan setelah melakukan proses delignifikasi (Li dkk., 2009). Proses hidrolisis asam dengan asam

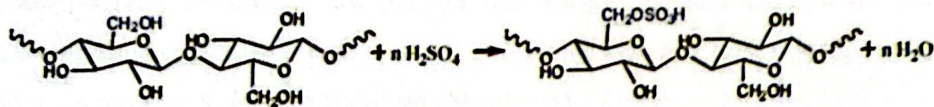
sulfat menjadi pilihan karena memberikan hasil yang lebih stabil sehingga efektif dalam menghidrolisis ikatan glikosidik pada selulosa (Islam dkk., 2014). Hidrolisis asam yang terkendali dapat merusak daerah amorf pada mikrofibril selulosa, yang akan meninggalkan segmen kristalin utuh yang mengarah pada pembentukan kristal tunggal (Berglund dkk., 2010).

#### **II.4 Hidrolisis Asam**

Hidrolisis asam merupakan proses yang awal dalam produksi mikrokristal selulosa. Proses hidrolisis selulosa dilakukan dengan dengan pengasaman menggunakan larutan asam untuk menghasilkan produk mikrokristal selulosa. Larutan asam yang digunakan dalam proses hidrolisis adalah asam klorida, asam sulfat dan asam nitrat. Pemurnian selulosa dengan hidrolisis asam dapat menghilangkan bagian amorf sehingga mempengaruhi struktur, kristalinitas serat, stabilitas suhu dan morfologi permukaan serat (Berglund dkk., 2010). Hidrolisis selulosa menggunakan asam akan mengakibatkan rantai menjadi pendek sehingga mikrokristal selulosa memiliki rumus  $(C_6H_{10}O_5)_n$  (Suvachittanont dan Pookingdao, 2013).

Mikrokristal selulosa yang dihasilkan dari proses hidrolisis asam menggunakan asam yang berbeda akan memiliki sifat yang berbeda pula. Faktor lain yang menyebabkan perbedaan sifat mikrokristal selulosa diantaranya yaitu sumber selulosa, waktu reaksi dan suhu yang digunakan (Liu dkk., 2016). Hidrolisis asam merupakan salah satu metode yang digunakan untuk mendapatkan bagian kristalin dari selulosa (Moon dkk., 2011). Jenis asam, konsentrasi asam, waktu hidrolisis dan suhu saat hidrolisis merupakan faktor-faktor yang mempengaruhi mikrokristal selulosa.

Asam akan berinteraksi terutama dengan bagian amorf pada selulosa karena bagian amorf adalah bagian yang paling mudah di akses dan memiliki luas permukaan yang luas. Hidrolisis menggunakan asam sulfat menyebabkan mikrokristal selulosa dapat terdispersi dengan mudah dalam air (Liu dkk., 2016).



Gambar II. 4 Reaksi esterifikasi gugus hidroksil pada selulosa selama proses hidrolisis asam sulfat (Li dan Ragauskas, 2011)

Hidrolisis asam akan memutuskan ikatan glikosidik ( $\beta$ -1,4) pada polimer dan reaksi hidrolisis berlangsung pada ujung gugus pereduksi (Gambar II.5). Tahap pertama terjadi pemutusan ikatan glikosidik pada bagian non-kristal (amorf) pada serat selulosa. Berdasarkan Gambar II.5 selulosa setelah mengalami proses hidrolisis akan memiliki gugus tiosulfat ( $R-OSO_3H$ ). Gugus tiosulfat yang terbentuk dikarenakan proses hidrolisis menggunakan asam sulfat sehingga untuk penggunaan asam yang berbeda akan menghasilkan gugus fungsi yang berbeda (Borjesson dan Westman, 2015).

### II.5 Kecepatan dan Waktu Pengadukan

Semakin sempurna kontak antara antar partikel yang akan dipecahkan dan bereaksi maka penggunaan pengaduk akan sangat mempengaruhi kecepatan reaksi. Pengadukan berkaitan dengan persamaan Arrhenius sehingga dengan adanya pengadukan maka kecepatan reaksi akan meningkat (Groggins, 1958).

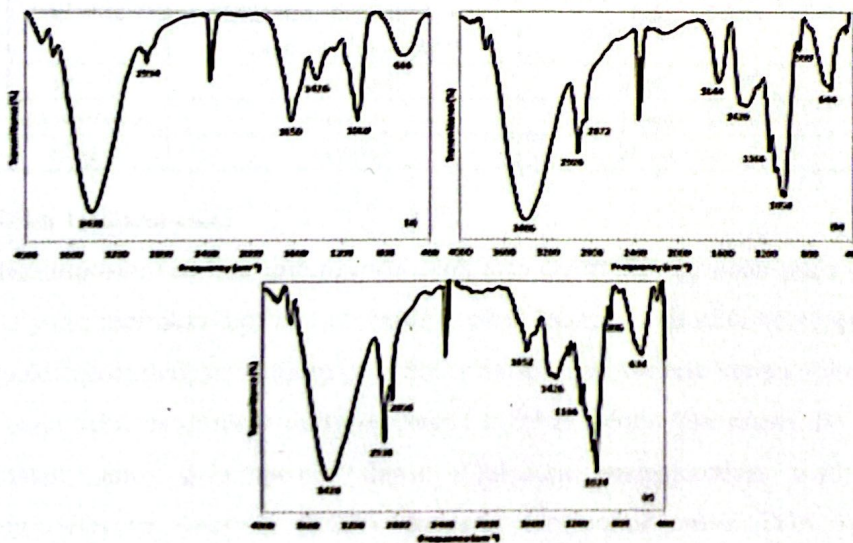
Semakin lama waktu yang digunakan pada praperlakuan hidrolisis asam, semakin tinggi kadar selulosa yang dihasilkan serta semakin besar nilai degradasi ligninnya hingga pada konsentrasi maksimal tertentu. Peningkatan lama waktu pengadukan akan menurunkan efektivitas hidrolisis secara signifikan yang disebabkan oleh adanya degradasi selulosa yang berlebihan (struktur polimer selulosa menjadi rusak dan terlarut) (Correia dkk., 2013).

Kecepatan pengadukan berpengaruh pada ukuran partikel yaitu semakin cepat maka partikel yang dihasilkan akan semakin kecil (Manjanna dkk., 2010). Luas permukaan sentuhan zat kecepatan kelarutan dapat dipengaruhi juga oleh luas permukaan (besar kecilnya partikel zat terlarut). Luas permukaan sentuhan zat terlarut dapat diperbesar

melalui proses pengadukan atau penggerusan secara mekanis. (Martin dkk., 1990). Secara umum, pengadukan akan menyebabkan tebal lapisan difusi semakin tipis maka akan mempercepat kelarutan suatu zat (Martin dkk., 1990).

## II.6 Gugus Fungsi

Gugus fungsi pada selulosa perlu diamati untuk mengetahui perubahan yang terjadi setelah selulosa dimodifikasi. Gugus fungsional suatu senyawa dianalisis menggunakan *Fourier Transform Infrared* (FTIR). Sumber radiasi dari FTIR dilewatkan melalui interferometer. Interferometer ini akan memberikan sinyal ke detektor sesuai dengan intensitas frekuensi vibrasi molekul yang berupa interferogram. Interferogram akan memberi informasi berdasarkan intensitas spektrum dari setiap frekuensi yang diterima. Informasi yang keluar dari detektor diubah secara digital dalam komputer.



Gambar II. 5 Spektrum FTIR (a) serat daun nanas, (b) ekstraksi selulosa serat daun nanas dan (c) mikrokristal selulosa dari serat daun nanas (Moreno dkk., 2019)

Karakterisasi gugus fungsi yang telah dilakukan oleh Moreno dkk., (2019) bahwa spektrum FTIR mikrokristal dari bahan baku berupa serat daun nanas yang diolah secara kimia pada Gambar II.5 yang menunjukkan adanya serapan pada bilangan

gelombang  $3428\text{ cm}^{-1}$ , merupakan vibrasi ulur dari gugus hidroksil (O-H). Bilangan gelombang  $2918\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi (C-H) dari gugus alkana yang merupakan kerangka pembangun struktur selulosa. Terbentuknya gugus karbonil (C=O) pada bilangan gelombang  $1652\text{ cm}^{-1}$  intensitas gelombang melebar yang menandakan terjadinya penghilangan hemiselulosa setelah proses purifikasi (delignifikasi, penghilangan selulosa, proses *bleaching*) (Yahya dkk., 2016). Bilangan gelombang  $896\text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan  $\beta$ -glikosidik yang mengindikasikan peningkatan kadar dari mikrokristal selulosa pada sampel. Tabel II.1 menunjukkan interpretasi dari gelombang yang dihasilkan FTIR.

Tabel II. 1 Daerah serapan gugus fungsi pada mikrokristal selulosa (Pavia dkk., 2009)

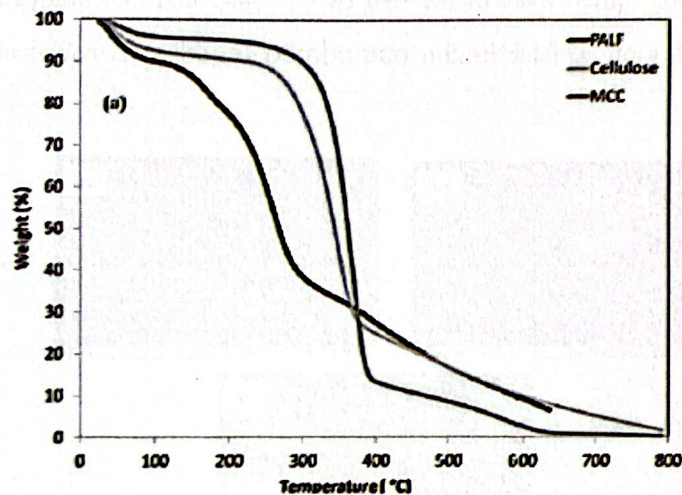
Gugus	Jenis Senyawa	Daerah Serapan ( $\text{cm}^{-1}$ )
C – H	Alkana	2850 – 2960, 1350 – 1470
C – O	Alkohol, Ester, Asam Karboksilat, Ester	1080 – 1300
C = O	Aldehida, Keton, Asam Karboksilat, Ester	1690 – 1760
O – H	Hidroksil	3200 – 3600
manuronat	Alkena	1640 – 1680
C $\equiv$ N	Nitril	2210 – 2260

## II.7 Suhu Dekomposisi

Suhu dekomposisi selulosa dipengaruhi oleh fasa amorf dan kristalin pada selulosa. Selulosa yang memiliki fasa amorf dominan akan lebih rendah suhu dekomposisinya jika dibandingkan dengan selulosa yang fasa kristalinnya dominan karena dekomposisi termal pada selulosa dimulai dari fasa amorf terlebih dahulu (Santmarti dkk., 2018). Pengamatan suhu dekomposisi dapat dilakukan menggunakan instrumentasi *Thermogravimetric Analysis* (TGA). Rentang temperatur untuk TGA komersial biasanya dari suhu lingkungan hingga  $1000^\circ\text{C}$  atau lebih, yang merupakan batas untuk aplikasi dalam polimer.

Hasil analisis termal menurut TGA yang menunjukkan suhu *onset*, *endset*, serta pengurangan massa yang terjadi pada sampel tersebut. Suhu *onset* merupakan peristiwa terjadinya reaksi penguraian pada temperatur tertentu, sedangkan suhu *endset*

merupakan peristiwa berakhirnya reaksi penguraian dan *peak* adalah puncak terjadinya reaksi tertentu (Taïr dkk., 2017). Karakterisasi suhu dekomposisi yang telah dilakukan oleh Moreno dkk., (2019) pada Gambar II.6 dari bahan baku berupa serat daun nanas yang diolah secara kimia sebagai pembuatan mikrokristal selulosa.



Gambar II. 6 Suhu dekomposisi serat daun nanas, selulosa dari serat daun nanas dan mikrokristal selulosa dari serat daun nanas (Moreno dkk., 2019)

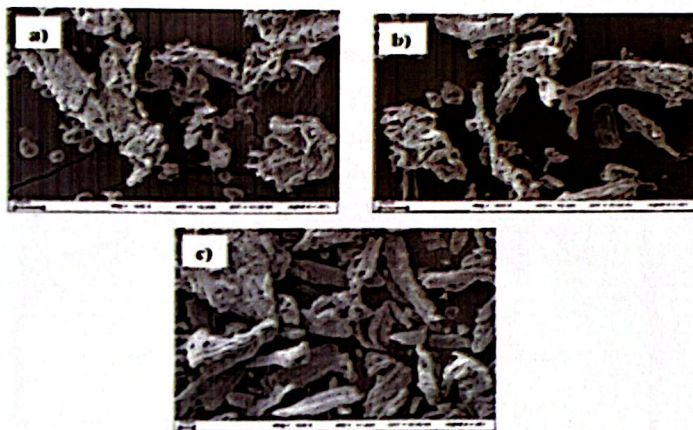
Karakterisasi suhu dekomposisi pada mikrokristal selulosa pada serat daun nanas terjadi suhu dekomposisi awal disebabkan oleh penguapan air pada sekitar suhu 29°C sampai 100°C. Tingkat suhu untuk penguapan air tergantung pada kadar air asli sampel. Suhu dekomposisi kedua terjadi pada suhu 160°C sampai 280°C. Suhu dekomposisi kedua menunjukkan degradasi selulosa amorf dan glikosidik selulosa karena adanya gugus karboksil. Suhu dekomposisi ketiga terjadi pada suhu diatas 400°C hingga 700°C. Suhu dekomposisi ketiga menunjukkan bagian kristal pada selulosa terdegradasi.

## II.8 Morfologi

*Scanning Electron Microscope (SEM)* adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material

yang dianalisis. Perbesaran yang dimiliki alat ini yaitu 10-3.000.000 kali dengan resolusi 1-10 nm serta 4-0,2 mm *depth of field*.

Analisis SEM dilakukan untuk mengetahui morfologi selulosa dan mikrokristal selulosa yang terbentuk. Gambar II.7 merupakan kaakterisasi morfologi yang telah dilakukan oleh Chuayplod dan Aht-Ong, (2018) dari bahan baku berupa limbah serbuk kayu (*Hevea brasiliensis*) sebagai pembuatan mikrokristal selulosa dari limbah serbuk kayu.



Gambar II. 7 Morfologi (a) limbah serbuk kayu, (b) selulosa limbah serbuk kayu, (c) mikrokristal selulosa limbah serbuk kayu (Chuayplod dan Aht-Ong, 2018)

Gambar II.7 bagian a merupakan morfologi dari limbah serbuk kayu menunjukkan permukaan kasar yang mengandung serat pendek dan beberapa partikel kecil. Kekasaran ini disebabkan adanya lilin atau kotoran lain di permukaan yang menghasilkan serat dengan lapisan pelindung (Jonoobi dkk., 2012). Gambar II.7 bagian b merupakan hasil ekstraksi selulosa dari limbah serbuk kayu setelah perawatan dan pemutihan untuk menghilangkan hemiselulosa, lignin, dan komponen lainnya permukaan menjadi lebih halus. Gambar II.7 bagian c merupakan mikrokristal selulosa dari limbah serbuk kayu yang menunjukkan struktur permukaan yang halus tanpa lapisan permukaan setelah hidrolisis asam dan memiliki ukuran partikel sekitar 30-100  $\mu\text{m}$ .

## Bab III Metode

### III.1 Waktu dan Tempat Penelitian

Pengambilan data penelitian ini dilaksanakan di Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK), Center for Material Processing and Failure Analysis (CMPFA) dan Politeknik STMI Jakarta, dimulai pada bulan Januari 2020 hingga Juli 2020. Penyusunan data dilakukan pada bulan Januari 2020 hingga Juli 2020.

### III.2 Alat dan Bahan

#### III.2.1 Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain:

1. gelas kimia,
2. gelas ukur,
3. timbangan,
4. oven,
5. lemari asam,
6. *aluminium foil*,
7. label penanda,
8. alat uji TGA,
9. alat uji FTIR,
10. Alat uji SEM,
11. *overhead stirrer mixer*,
12. sentrifugasi.

#### III.2.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain :

1. *aquadest*,
2. alginat,
3. larutan  $H_2SO_4$ .

### III.3 Variabel

Penelitian ini memiliki dua jenis variabel, yaitu variabel tetap dan variabel bebas.

#### III.3.1 Variabel Tetap

Variabel tetap adalah variabel yang digunakan dalam penelitian ini yang tidak berubah selama penelitian berlangsung. Variabel tetap dalam penelitian ini sebagai berikut:

1. massa alginat 3 gram sebagai bahan baku pembuatan mikrokrystal selulosa,
2. suhu pemanasan saat proses hidrolisis 100°C,
3. konsentrasi larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5%.

### III.3.2 Variabel Bebas

Variabel bebas adalah variabel digunakan dalam penelitian ini yang dapat divariasikan agar mendapatkan hasil yang diinginkan. Variabel bebas sebagai standar untuk mengetahui pengaruh variabel bebas terhadap variabel tetap. Variabel bebas yang dilakukan dalam penelitian ini yaitu variasi waktu pengadukan dan kecepatan pengadukan seperti pada Tabel III.1

Tabel III. 1 Variasi waktu dan kecepatan pengadukan dalam pembuatan mikrokrystal selulosa

Sampel	Massa Alginat (gram)	Konsentrasi H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> (%)	Kecepatan Pengadukan (rpm)	Waktu Pengadukan Pada Kecepatan (menit)
1	3	5	1000	90
2	3	5	2000	90
3	3	5	1500	30
4	3	5	1500	90

### III.4 Prosedur Penelitian

Tahapan penelitian ini terdiri dari preparasi sampel, pembentukan mikrokrystal selulosa, dan karakterisasi mikrokrystal selulosa dengan alat uji TGA dan alat uji FTIR. Prosedur penelitian ini dapat dilihat pada Gambar III.3.

#### III.4.1 Preparasi Sampel

Alginat diperoleh dari Balai Besar Kimia dan kemasan yang akan digunakan sebagai bahan baku pembuatan mikrokrystal selulosa.

#### III.4.2 Pembentukan Mikrokrystal Selulosa

Pembentukan mikrokrystal selulosa dilakukan dengan tahapan persiapan larutan asam sulfat 5%, lalu setelah itu dimasukkan ke setiap gelas kimia 500 ml. Kemudian penimbangan alginat 3 gram, setelah ditimbang alginat dicampurkan ke setiap gelas kimia yang sudah berisi asam sulfat. Setelah dicampurkan lalu larutan asam sulfat yang

berisi alginat tersebut dipanaskan terlebih dahulu di oven dengan suhu 100°C selama 30 menit. Setelah dipanaskan di oven, larutan tersebut diaduk menggunakan *overhead stirrer mixer* dengan variasi waktu pengadukan selama 30 menit dan 90 menit pada kecepatan pengadukan 1500 rpm dan dengan variasi kecepatan pengadukan 1000 rpm dan 2000 rpm dalam waktu 90 menit. Setelah selesai pengadukan, dilakukan sentrifugasi selama 1 jam. Kemudian setelah dilakukan sentrifugasi hasilnya di diamkan hingga kering di bawah sinar matahari. Setelah kering maka didapatkan mikrokrystal selulosa berupa serbuk.

#### III.4.3 Gugus Fungsi

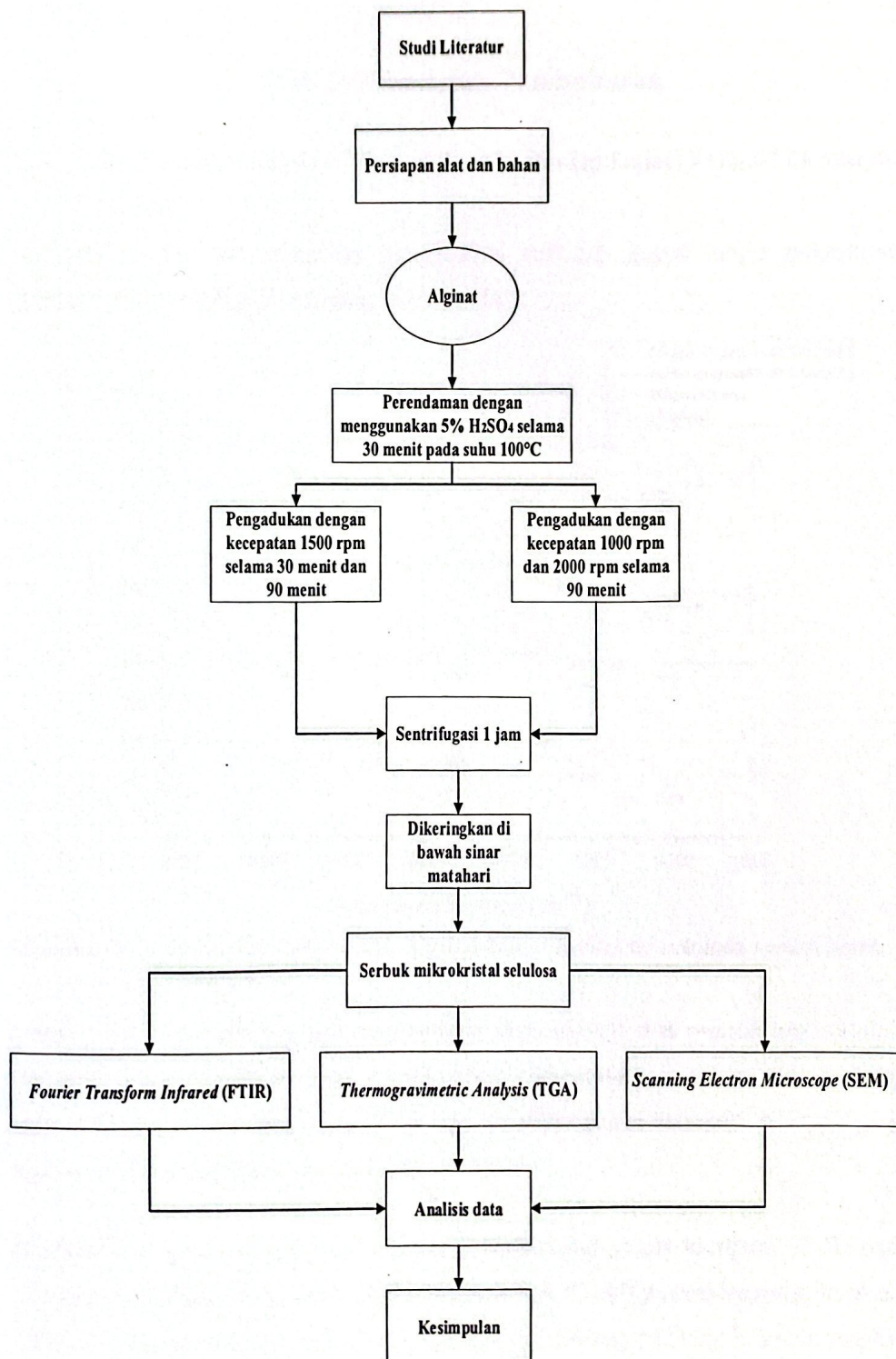
Alginat dan mikrokrystal selulosa yang dihasilkan selanjutnya diidentifikasi gugus fungsinya menggunakan instrumen FTIR. Semua sampel disiapkan sebanyak 0,1 gram (alginat, mikrokrystal selulosa dengan variasi waktu pengadukan dan mikrokrystal selulosa dengan variasi kecepatan pengadukan). Sampel mikrokrystal selulosa dipreparasi melalui pemanasan suspensi dengan oven pada suhu 105°C. Analisis dengan FTIR dilakukan pada bilangan gelombang 370-4000  $\text{cm}^{-1}$  dan pada suhu ruang.

#### III.4.4 Suhu Dekomposisi

Analisa suhu dekomposisi pada mikrokrystal selulosa dilakukan dengan dialiri gas  $\text{N}_2$  dengan laju alir 20 ml/min dan sampel sebanyak 0,015 gram (mikrokrystal dengan variasi waktu pengadukan dan mikrokrystal selulosa dengan variasi kecepatan pengadukan) dipanaskan pada suhu 30-600°C dengan kecepatan pemanasan 20°C/min.

#### III.4.5 Morfologi

Analisa morfologi dilakukan dengan cara membekukan sampel diatas permukaan alumuniun hingga kering. Selanjutnya memercikkan emas ke dalam sampel selama 30 detik dengan alat polaron. Kemudian menampilkan hasil dengan stereoscan.

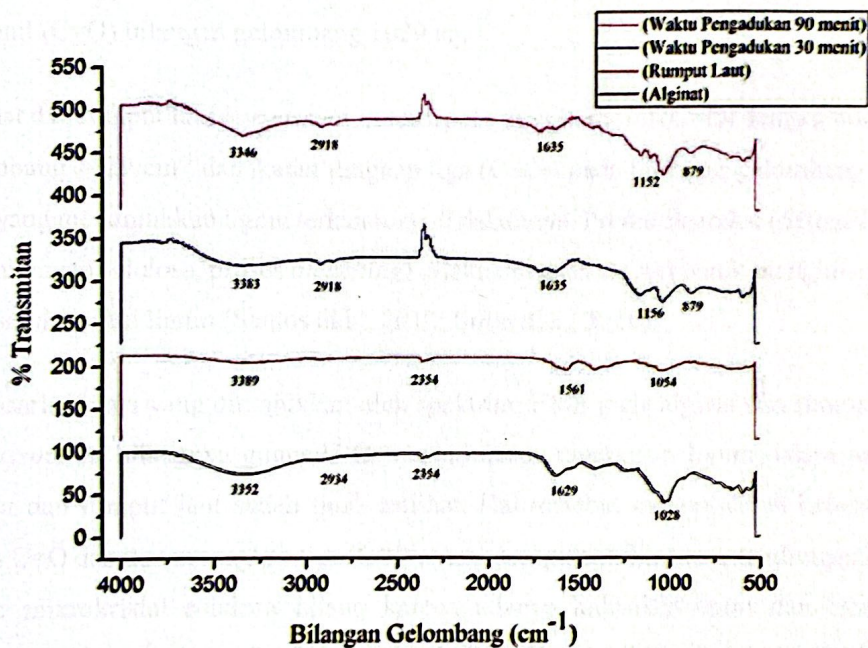


Gambar III. 1 Diagram Alir Penelitian

## Bab IV Hasil dan Pembahasan

### IV.1 Waktu dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Gugus Fungsi Mikrokrystal selulosa

Pengaruh waktu dan kecepatan pengadukan terhadap gugus fungsi mikrokrystal selulosa ditunjukkan pada Gambar IV.1 dan IV.2.



Gambar IV. 1 Spektrum rumput laut, alginat dan mikrokrystal selulosa variasi waktu pengadukan

Gambar IV.1 merupakan spektrum rumput laut, alginat dan mikrokrystal selulosa variasi waktu pengadukan yang menghasilkan terbentuknya gugus hidroksil (O-H), gugus alkana (C-H), gugus rangkap tiga ( $\text{C}\equiv\text{N}$ ), gugus karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ), gugus karboksil (C-O) dan ikatan  $\beta$ -glikosidik.

Karakterisasi gugus fungsi pada alginat menghasilkan gugus hidroksil (O-H) pada bilangan gelombang  $3352 \text{ cm}^{-1}$ , ikatan rangkap tiga ( $\text{C}\equiv\text{N}$ ) pada bilangan gelombang  $2354 \text{ cm}^{-1}$  dan gugus karbonil ( $\text{C}=\text{O}$ ) bilangan gelombang  $1629 \text{ cm}^{-1}$ . Ikatan rangkap tiga ( $\text{C}\equiv\text{N}$ ) pada alginat menunjukkan lignin yang terkandung di dalamnya.

Penghilangan hemiselulosa dan lignin melalui proses ekstraksi (delignifikasi, penghilangan selulosa, proses *bleaching*) dilakukan pada alginat (Santos dkk., 2013; Sofla dkk., 2016).

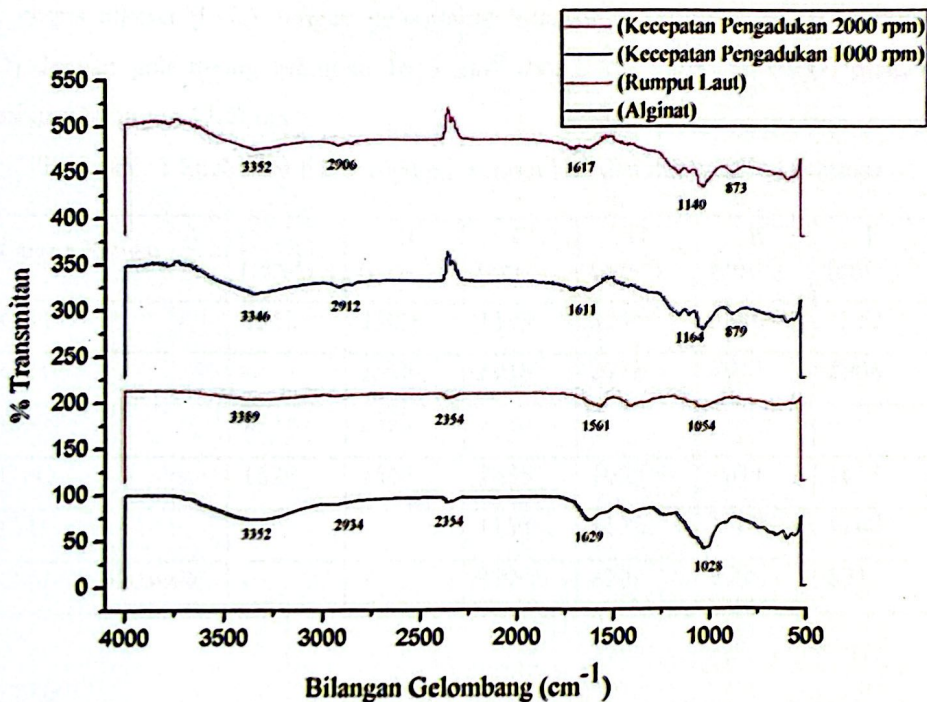
Gugus fungsi yang terdapat pada rumput laut *Sargassum sp* yaitu gugus hidroksil (O-H) pada bilangan gelombang  $3389\text{ cm}^{-1}$ , gugus alkana (C-H) pada bilangan gelombang  $2918\text{ cm}^{-1}$ , ikatan rangkap tiga ( $\text{C}\equiv\text{N}$ ) pada bilangan gelombang  $2354\text{ cm}^{-1}$  dan gugus karbonil (C=O) bilangan gelombang  $1629\text{ cm}^{-1}$ .

Alginat dan rumput laut *Sargassum sp* terdapat gugus karbonil (C=O) dengan bilangan gelombang  $1629\text{ cm}^{-1}$  dan ikatan rangkap tiga ( $\text{C}\equiv\text{N}$ ) pada bilangan gelombang  $2354\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan lignin terkandung di dalamnya. Proses ekstraksi (delignifikasi, penghilangan selulosa, proses *bleaching*) dilakukan pada alginat untuk menghilangkan hemiselulosa dan lignin (Santos dkk., 2013; Sofla dkk., 2016).

Berdasarkan data yang ditunjukkan oleh spektrum FTIR pada alginat dan rumput laut *Sargassum sp* hilangnya gugus C-O menunjukkan kandungan lignin dalam sampel alginat dan rumput laut sudah tidak terlihat. Hal tersebut menunjukkan keberadaan gugus C=O dan ikatan rangkap tiga ( $\text{C}\equiv\text{N}$ ) yang mengidentifikasi kandungan lignin dalam mikrokristal selulosa hilang karena adanya hidrolisis asam dan ekstraksi mengakibatkan nilai intensitas kandungan lignin berkurang sehingga pada mikrokristal selulosa kandungan lignin tidak terlihat.

Mikrokristal selulosa dengan variasi waktu pengadukan 30 menit memiliki beberapa gugus fungsi seperti gugus hidroksil (O-H) dengan gelombang bilangan  $3383\text{ cm}^{-1}$ , gugus alkana (C-H) dengan gelombang bilangan  $2918\text{ cm}^{-1}$ , gugus karbonil (C=O) dengan gelombang bilangan  $1635\text{ cm}^{-1}$ , gugus karboksil (C-O) dengan gelombang bilangan  $1158\text{ cm}^{-1}$  dan bilangan gelombang  $879\text{ cm}^{-1}$  merupakan ikatan  $\beta$ -glikosidik yang mengindikasikan peningkatan kadar dari mikrokristal selulosa pada sampel.

Gugus hidroksil (O-H) dengan gelombang bilangan 3346  $\text{cm}^{-1}$ , gugus alkana (C-H) dengan gelombang bilangan 2918  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonil (C=O) dengan gelombang bilangan 1611  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karboksil (C-O) dengan gelombang bilangan 1164  $\text{cm}^{-1}$  dan adanya ikatan  $\beta$ -glikosidik pada bilangan gelombang 896  $\text{cm}^{-1}$  juga terbentuk pada mikrokristal selulosa dengan variasi waktu pengadukan 90 menit.



Gambar IV. 2 Spektrum rumput laut, alginat dan mikrokristal selulosa variasi kecepatan pengadukan

Pada Gambar IV.2 merupakan spektrum alginat, rumput laut *Sargassum sp* dan mikrokristal selulosa dengan variasi kecepatan pengadukan 1000 rpm dan 2000 rpm. Gambar IV.2 yang dilakukan menghasilkan terbentuknya gugus hidroksil (O-H), gugus alkana (C-H), gugus rangkap tiga ( $\text{C}\equiv\text{N}$ ), gugus karbonil (C=O), gugus karboksil (C-O) dan ikatan  $\beta$ -glikosidik.

Karakterisasi gugus fungsi pada mikrokristal selulosa dengan variasi kecepatan pengadukan 1000 rpm memiliki beberapa gugus fungsi seperti gugus hidroksil (O-H) dengan gelombang bilangan 3346  $\text{cm}^{-1}$ , gugus alkana (C-H) dengan gelombang

bilangan 2918  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonil (C=O) dengan gelombang bilangan 1635  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karboksil (C-O) dengan gelombang bilangan 1152  $\text{cm}^{-1}$  dan bilangan gelombang 896  $\text{cm}^{-1}$  sebagai ikatan  $\beta$ -glikosidik.

Gugus fungsi yang terdapat pada mikrokrystal selulosa dengan variasi kecepatan pengadukan 2000 rpm yaitu gugus hidroksil (O-H) dengan gelombang bilangan 3352  $\text{cm}^{-1}$ , gugus alkana (C-H) dengan gelombang bilangan 2906  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonil (C=O) dengan gelombang bilangan 1617  $\text{cm}^{-1}$  dan gugus karboksil (C-O) dengan gelombang bilangan 1140  $\text{cm}^{-1}$ .

Tabel IV. 1 Spektrum FTIR alginat, rumput laut dan mikrokrystal selulosa

Gugus Fungsi	A ( $\text{cm}^{-1}$ )	B ( $\text{cm}^{-1}$ )	C ( $\text{cm}^{-1}$ )	D ( $\text{cm}^{-1}$ )	E ( $\text{cm}^{-1}$ )	F ( $\text{cm}^{-1}$ )
O-H	3352	3389	3383	3346	3346	3352
C-H	-	2918	2918	2918	2912	2906
C $\equiv$ N	2354	2354	-	-	-	-
C=O	1629	1561	1635	1635	1611	1617
C-O	-	-	1158	1152	1164	1140
C-O-C glikosidik	-	-	879	879	879	873

Keterangan :

A : alginat

B : rumput laut *Sargassum sp*

C : mikrokrystal selulosa waktu pengadukan 30 menit

D : mikrokrystal selulosa waktu pengadukan 90 menit

E : mikrokrystal selulosa kecepatan pengadukan 1000 rpm

F : mikrokrystal selulosa kecepatan pengadukan 2000 rpm

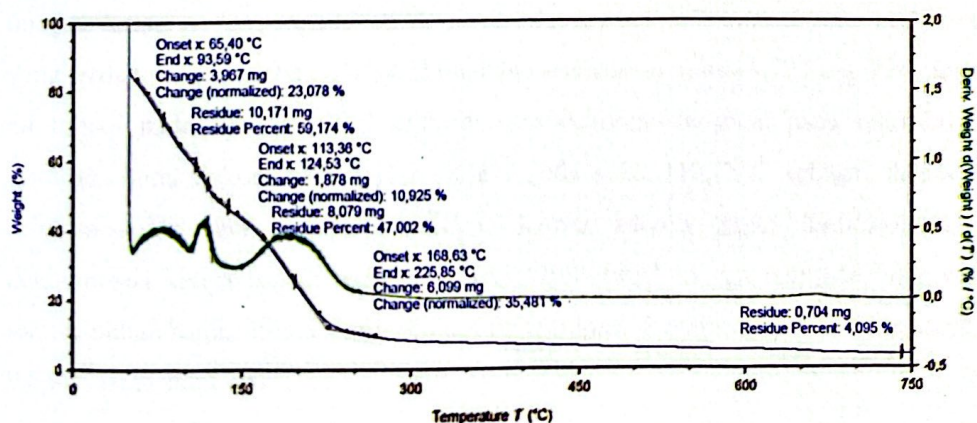
Berdasarkan Tabel IV.1 spektrum FTIR mikrokrystal selulosa dengan variasi waktu dan kecepatan pengadukan serta spektrum alginat yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa hidrolisis asam hanya mempengaruhi morfologi bahan selulosa dan bukan struktur

kimianya (Spagnol dkk., 2012). Spektrum FTIR mikrokrystal selulosa yang telah dilakukan menunjukkan bilangan gelombang selulosa yang khas. Bilangan gelombang pada  $3383\text{ cm}^{-1}$ ,  $3346\text{ cm}^{-1}$  dan  $3352\text{ cm}^{-1}$  sebagai peregangan gugus hidroksil (O-H). Ikatan hidrogen pada selulosa akan dilemahkan melalui hidrolisis asam menghasilkan gugus hidroksil (O-H) menjadi kecil intensitasnya. Bilangan gelombang  $1158\text{ cm}^{-1}$ ,  $1152\text{ cm}^{-1}$ ,  $1164\text{ cm}^{-1}$  dan  $1140\text{ cm}^{-1}$  merupakan gugus karboksil (C-O) dan disebabkan oleh peregangan pada  $\beta$ -1,4 glikosidik. Gugus karbonil (C=O) baru muncul saat pembuatan mikrokrystal selulosa pada bilangan gelombang  $1635\text{ cm}^{-1}$ ,  $1611\text{ cm}^{-1}$  dan  $1617\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan bahwa proses hidrolisis asam menyebabkan perubahan dalam spektrum FTIR namun struktur khas selulosa tetap dipertahankan (Yu dkk., 2013).

Berdasarkan karakterisasi gugus fungsi yang telah dilakukan dan dibandingkan dengan penelitian pada pembuatan mikrokrystal selulosa dari serat daun nanas yang dilakukan oleh Moreno dkk., (2019) dengan adanya gugus hidroksil (O-H), gugus alkana (C-H) dan gugus karbonil (C=O).

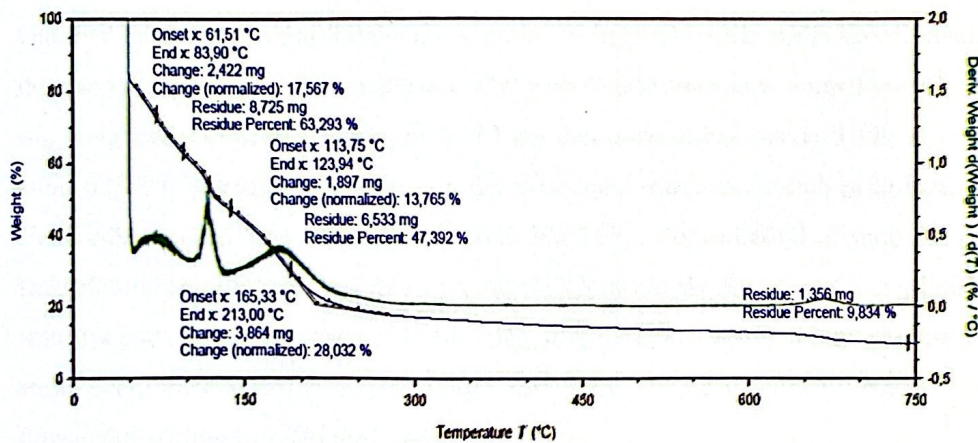
#### IV.1.1 Waktu dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Suhu Dekomposisi Mikrokrystal Selulosa

Pengaruh waktu dan kecepatan pengadukan terhadap suhu dekomposisi mikrokrystal selulosa ditunjukkan pada Gambar IV.3 hingga Gambar IV.6.



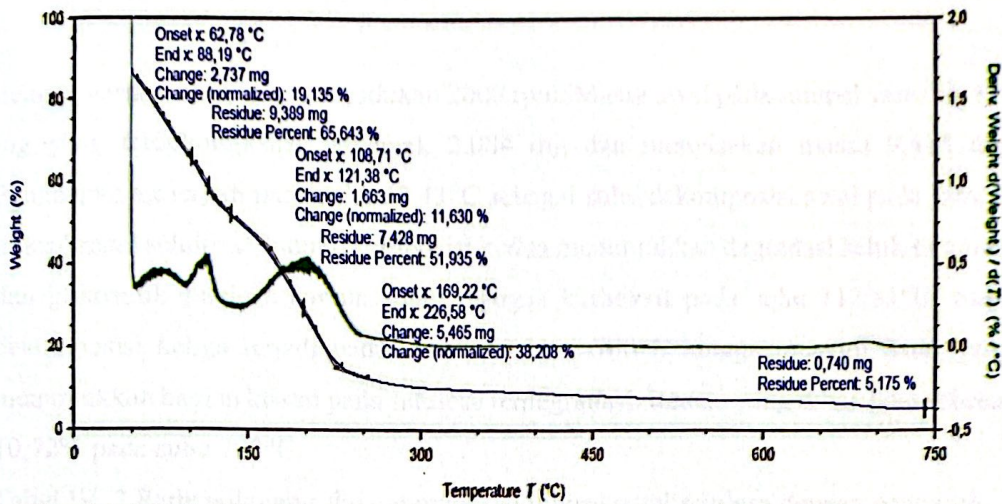
Gambar IV. 3 Suhu dekomposisi variasi waktu pengadukan 30 menit

Gambar IV.3 merupakan karakterisasi suhu dekomposisi pada mikrokrystal selulosa dengan variasi waktu pengadukan 30 menit. Massa awal pada sampel yaitu 14,138 mg yang terdekomposisi sebanyak 3,967 mg dan menyisakan massa 10,171 mg. Suhu dekomposisi awal terjadi pada suhu 65,40°C yang disebabkan oleh penguapan air. Suhu dekomposisi kedua terjadi pada suhu 113,36°C. Suhu dekomposisi kedua menunjukkan degradasi selulosa amorf dan glikosidik selulosa karena adanya gugus karboksil. Suhu dekomposisi ketiga terjadi pada suhu 168,63°C-700°C hingga menjadi datar. Suhu dekomposisi ketiga menunjukkan bagian kristal pada selulosa terdegradasi. Residu akhir sebesar 4,095% diperoleh pada suhu di atas 700°C.



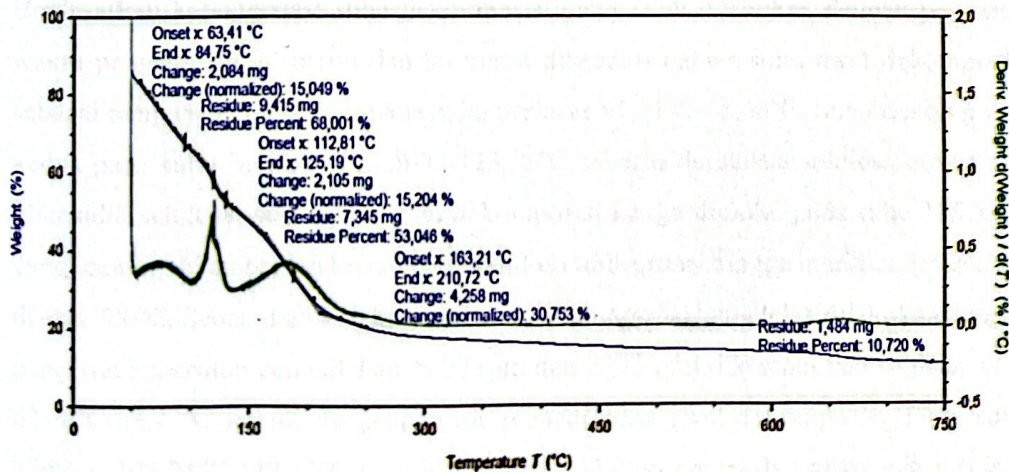
Gambar IV. 4 Suhu dekomposisi variasi waktu pengadukan 90 menit

Gambar IV.4 merupakan karakterisasi suhu dekomposisi pada mikrokrystal selulosa dengan variasi waktu pengadukan 90 menit. Massa awal pada sampel yaitu 11,147 mg yang terdekomposisi sebanyak 2,422 mg dan menyisakan massa 8,725 mg. Penguapan air terjadi pada suhu 61,51°C sebagai suhu dekomposisi awal pada mikrokrystal selulosa. Suhu dekomposisi kedua terjadi pada suhu 113,75°C sebagai degradasi selulosa amorf dan glikosidik selulosa karena adanya gugus karboksil. Suhu dekomposisi ketiga terjadi pada suhu 165,33°C-700°C hingga menjadi datar yang menunjukkan bagian kristal pada selulosa terdegradasi. Residu yang dihasilkan sebesar 9,834% pada suhu 700°C.



Gambar IV. 5 Suhu dekomposisi variasi kecepatan pengadukan 1000 rpm

Gambar IV.5 merupakan karakterisasi suhu dekomposisi pada mikrokristal selulosa dengan variasi kecepatan pengadukan 1000 rpm. Massa awal pada sampel yaitu 12,126 mg yang terdekomposisi sebanyak 2,737 mg dan menyisakan massa 9,389 mg. Pada suhu 62,78°C sebagai suhu dekomposisi awal yang disebabkan oleh penguapan air. Suhu dekomposisi kedua terjadi pada suhu 108,71°C. Gugus karboksil yang ada pada mikrokristal selulosa menyebabkan terjadinya degradasi selulosa amorf dan glikosidik selulosa pada suhu dekomposisi kedua. Bagian kristal pada selulosa terdegradasi pada suhu dekomposisi ketiga terjadi mulai dari suhu 169,22°C -700°C. Residu yang dihasilkan sebesar 5,175% pada suhu 700°C.



Gambar IV. 6 Suhu dekomposisi variasi kecepatan pengadukan 2000 rpm

Gambar IV.6 merupakan karakterisasi suhu dekomposisi pada mikrokristal selulosa

dengan variasi kecepatan pengadukan 2000 rpm. Massa awal pada sampel yaitu 11,499 mg yang terdekomposisi sebanyak 2,084 mg dan menyisakan massa 9,415 mg. Penguapan air terjadi pada suhu 63,41°C sebagai suhu dekomposisi awal pada sampel mikrokristal selulosa. Suhu dekomposisi kedua menunjukkan degradasi selulosa amorf dan glikosidik selulosa karena adanya gugus karboksil pada suhu 112,81°C. Suhu dekomposisi ketiga terjadi pada suhu 163,21°C-700°C hingga menjadi datar yang menunjukkan bagian kristal pada selulosa terdegradasi. Residu yang dihasilkan sebesar 10,72% pada suhu 700°C.

Tabel IV. 2 Perbandingan suhu dekomposisi mikrokristal selulosa dengan pengaruh waktu pengadukan dan kecepatan pengadukan

Suhu Dekomposisi	A (°C)	B (°C)	C (°C)	D (°C)
Pertama	65,40	61,51	62,78	63,41
Kedua	113,36	113,75	108,71	112,81
Ketiga	168,63	165,33	169,22	163,21

Keterangan :

A : mikrokristal selulosa waktu pengadukan 30 menit

B : mikrokristal selulosa waktu pengadukan 90 menit

C : mikrokristal selulosa kecepatan pengadukan 1000 rpm

D : mikrokristal selulosa kecepatan pengadukan 2000 rpm

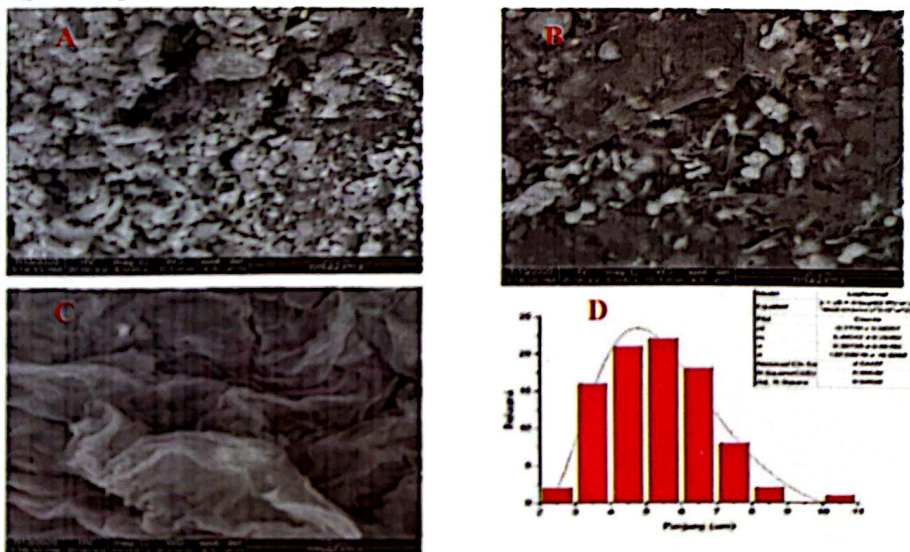
Berdasarkan karakterisasi suhu dekomposisi yang telah dilakukan dengan pengaruh waktu pengadukan 30 menit dan 90 menit diketahui bahwa suhu awal dekomposisi sebagai penguapan air terjadi pada suhu berkisar 61,51°C-65,40°C. Suhu dekomposisi kedua pada suhu berkisar 113,36°C-113,75°C sebagai degradasi selulosa amorf dan glikosidik selulosa, sedangkan suhu dekomposisi ketiga dimulai pada suhu 165,33°C yang menunjukkan bagian kristal pada selulosa terdegradasi hingga mendatar pada suhu di atas 700°C. Sedangkan karakterisasi suhu dekomposisi yang telah dilakukan dengan pengaruh kecepatan pengadukan 1000 rpm dan 2000 rpm diketahui bahwa pada suhu 62,78°C-63,41°C terjadi penguapan air sebagai suhu awal dekomposisi. Pada suhu berkisar 108,71°C-112,81°C terjadi degradasi selulosa amorf dan glikosidik selulosa sebagai suhu dekomposisi kedua dan pada suhu 163,21°C sebagai suhu dekomposisi

ketiga sebagai degradasi bagian kristal pada selulosa hingga mendatar pada suhu di atas 700°C.

Berdasarkan karakterisasi suhu dekomposisi yang telah dilakukan dan dibandingkan dengan penelitian pada pembuatan mikrokristal selulosa dari serat daun nanas yang dilakukan oleh Moreno dkk., (2019) suhu dekomposisi awal disebabkan oleh penguapan air pada sekitar suhu 29°C sampai 100°C. Tingkat suhu untuk penguapan air tergantung pada kadar air asli sampel. Suhu dekomposisi kedua terjadi pada suhu 160°C sampai 280°C. Suhu dekomposisi kedua menunjukkan degradasi selulosa amorf dan glikosidik selulosa karena adanya gugus karboksil. Suhu dekomposisi ketiga terjadi pada suhu diatas 400°C hingga 700°C. Suhu dekomposisi ketiga menunjukkan bagian kristal pada selulosa terdegradasi.

#### IV.1.2 Waktu dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Morfologi Mikrokristal Selulosa

Pengaruh waktu dan kecepatan pengadukan terhadap morfologi mikrokristal selulosa ditunjukkan pada Gambar IV.7.



Gambar IV. 7 Morfologi (a) rumput laut *Sargassum* sp, (b) alginat, (c) mikrokristal selulosa alginat, (d) analisa ukuran permukaan dengan Image-J dan Origin

Karakterisasi morfologi dengan perbesaran 10.000 kali pada Gambar IV.7 bagian A yaitu rumput laut *Sargassum sp* ditutupi dengan hemiselulosa dan lignin yang terdapat pada rumput laut. Alginat pada Gambar IV.7 bagian B sebagai hasil ekstraksi yang dilakukan pada rumput laut menjadi lebih kasar dan lebih bersih sebagai hasil penghapusan hemiselulosa dan lignin yang terkandung pada rumput laut *Sargassum sp* (Xiao dkk., 2015). Karakterisasi morfologi mikrokristal selulosa dari alginat pada Gambar IV.7 bagian C memiliki ukuran dengan panjang berdasarkan hasil diagram pada Gambar IV.7 bagian D dengan panjang rata-rata  $5,44 \mu\text{m} \pm 0,25 \mu\text{m}$  (Tabel perhitungan ukuran mikrokristal selulosa tertera pada Lampiran E).

## Bab V Penutup

### V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa:

1. Pengaruh waktu pengadukan berbanding terbalik dengan karakteristik gugus fungsi mikrokristal selulosa, semakin tinggi waktu pengadukan akan menyebabkan semakin pendek intensitas gelombang yang dihasilkan, namun untuk suhu dekomposisi yang dihasilkan berbanding lurus dengan waktu pengadukan yang dihasilkan, semakin tinggi waktu pengadukan menghasilkan penguapan air dalam suhu yang lebih tinggi serta degradasi selulosa bagian amorf, glikosidik selulosa dan bagian kristalin terjadi di suhu yang lebih rendah. Morfologi mikrokristal yang didapatkan juga memiliki ukuran panjang rata-rata  $5,44 \mu\text{m} \pm 0,25 \mu\text{m}$ .
2. Pengaruh kecepatan pengadukan berbanding terbalik dengan karakteristik gugus fungsi mikrokristal, semakin tinggi kecepatan pengadukan akan menyebabkan semakin kecil intensitas gelombang yang dihasilkan. Pengaruh lainnya yaitu pada dekomposisi suhu, kecepatan pengadukan 2000 rpm menghasilkan degradasi selulosa bagian amorf, glikosidik selulosa serta bagian kristalin pada suhu yang rendah dibanding kecepatan pengadukan 1000 rpm namun penguapan air yang dihasilkan mempunyai suhu yang lebih tinggi dibandingkan pada kecepatan pengadukan 1000 rpm. Morfologi mikrokristal yang didapatkan juga memiliki panjang ukuran panjang rata-rata  $25,44 \mu\text{m} \pm 0,25 \mu\text{m}$

### V.2 Saran

Berdasarkan hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa:

1. diharapkan adanya pengujian *X-ray diffraction* (XRD) untuk mengetahui karakteristik struktul mikrokristal selulosa,
2. diharapkan adanya pengujian *Particle Size Analsis* (PSA) untuk mengetahui ukuran partikel dari mikrokristal selulosa,
3. diharapkan adanya pembuatan aplikasi mikrokristal selulosa sebagai bahan *biodegradable*.

## Daftar Pustaka

- Anggadireja, J., Azatniko, W., Sujatmiko dan Noor I. (1993): *Teknologi produk perikanan dalam industri farmasi*, Stadium general teknologi dan alternatif produk perikanan dalam industri farmasi.
- Anirudhan, T. S., dan Rejeena, S. R. (2013): Selective adsorption of hemoglobin using polymer grafted magnetite nanocellulose composite, *Carbohydrate Polymers*, **93**, 518-527.
- Aziz, A. A., Husin, M., dan Mokhtar, A. (2002): Preparation of cellulose from oil palm empty fruit bunches via ethanol digestion, *Journal of Oil Palm Research*, **14**, 9-14.
- Bala, R., Khanna, S., dan Pawar, P. K. (2013): Formulation and optimization of fast dissolving intraoral drug delivery system for clobazam using response surface methodology, *Journal of advanced pharmaceutical technology and research*, **4**, 151-159.
- Berglund, L.A., Benight A.S., Bismarck A., dan Peijs T. (2010): Review: Current International Research Into Cellulose Nanofibres and Nanocomposites, *Journal of Material Science*. **45**, 1-33.
- Borjesson, M. dan Westman, G. (2015): *Crystalline nanocellulose preparation, modification and properties*, Rijeka Intech.
- Brinchi, L., Fortunati, E., Cotana, E., dan Kenny, J. M. (2013): Production of nanocrystalline cellulose from lignocellulosic biomass, *Carbohydrate Polymers*, **94**, 154-169.
- Broderick, E., Lyons, H., Pembroke, T., Bryne, H., Murray, B., dan Hall, M. (2006): The characterisation of a novel covalently modified amphiphilic alginate derivative which retains gelling and non toxic properties, *Journal of Colloid and Interface Science*, **298**, 154-161.
- Chuayplod, P., dan Aht-Ong, D. (2018): A study of microcrystalline prepared from parawood (*Hevea brasiliensis*) sawdust waste using different acid types, *Journal of Metals*, **28**, 106-114.
- Correia, J. A. D. C., Jose, E. M. J., Luciana, R. B. G., dan Maria V. P. R., (2013): Alkaline hydrogen peroxide pretreatment of cashew apple bagasse for ethanol production: Study of parameters, *Bioresour technol*, **139**, 249-256.
- Cottrell, I. W., dan Kovacs, P. (1980): *Alginates*, In Davidson R.L, Hand Book of Water Soluble Gums and Resin, McGraw Hill Book Co, New York.
- Deepa, B., Abraham, E., Cherian, B. M., Bismark, A., Baker, J. J., Pothan, L. A., Leao, A. L., Souza, S. F., dan Kottaisamy, M. (2011): Structure, morphology and thermal characteristic of banana nano fibers obtained by steam explosion, *Bioresource Technology*, **102**, 1988-1997.
- Djalal, T., Hussin, M. H., Chuin, C. T. H., Sabar, S., Fazita, M. R. N., Taiwo, O. F. A., Hassan, T. M., dan Haafiz, M. K. M. (2016): Microcrystalline cellulose: isolation, characterization and biocomposites application-a review, *International Journal of Biological Macromolecules*, **93**, 789-804.

- Draget, K. I., Gåserød, O., Aune, I., Anderse, P. O., Storbakken, B, Stoke, B. T., dan Smidsrød, O. (2001): *Effects of molecular weight and elastic segment flexibility on syneresis in CaAlginate gels*, *Food Hydrocolloids*, **15**, 485–490.
- Effendi, D. B., Rosyid, N. H., Nandiyanto, A. B. D., dan Mudzakir, A. (2015): Review sintesis nanoselulosa, *Jurnal Integrasi Proses*, **2**, 61-74.
- Eichorn, S.J., Dufresne, A., Aranguren, M., Marcovich, N. E., Capadona, J. R., Rowan, S. J., Weder, C., Thielemans, W., Roman, M., Rennecar, S., Gindl, W., Veigel, S., Keckes, J., Yano, H., Abe, K., Nogi, M., Nakagaito, A. N., Mangalam, A., Simonsen, J., Benight, A. S., Bismarck, A., Berglund, L. A., Peijs, T. (2009): Review current international research into cellulose nanofibre and nanocomposites, *J Material Science*, **45**, 1-33.
- Erningsih, R., R. Marlina, T., Mutia, A. W., Sana, A., dan Titis. (2014): Eksplorasi kandungan pigmen dan alginat dari rumput laut cokelat untuk proses pewarnaan kain sutera, *Jurnal Arena Tekstil*, **29**, 73-80.
- Fan, L. T., Y. H. dan Lee, M. M. (1982): The nature of lignocellulosic and their pretreatment for enzymatic hydrolysis, *Advances Bichemical Engineering*, **23**, 158-187.
- Groggins, P. H. (1958): *Unit processes in organic synthesis*, 5<sup>th</sup> Edition, pp. 775 – 777, McGraw Hill Book Company, New York.
- Habibi, Y., Lucia, L. A., dan Rojas, O. J. (2010): Cellulose nanocrystals chemistry, self-assembly, and applications, *Chemical Reviews*, **110**, 3479 – 3500.
- Holtzapple, M. T. (2003): *Hemicellulose in encyclopedia of food sciences and nutrition*, pp. 3060-3071, Academic Press.
- Ioelovich, M. (2012): Optimal conditions for isolation of nanocrystalline cellulose particles, *Nanoscience and Nanotechnology*, **2**, 9-13.
- Islam, M. T., Alam, M. M., Patrucco, A., Montarsolo, A., and Zoccola, M. (2014): Preparation of Nanocellulos, *American Association of Textile Chemist and Colorists Journal of Research*, **1**, 17-23.
- Johar, N., Ahmad, I., Dufresne, A. (2012): Extraction, preparation and characterization of cellulose fibres and nanocrystals from rice husk, *Industrial Crops and Products*, **37**, 93–99.
- Jonoobi, M., Mathew, A. P., dan Oksman, K. (2012): Producing lowcost cellulose nanofiber from sludge as new source of raw materials, *Industrial Crops Products*, **40**, 232-238.
- Kalia, S., Dufresne, A., Cherian, B. M., Kaith, B. S., Averous, L., Njuguna, J., dan Nassiopoulos, E. (2011): Cellulose based bio and nanocomposite a review, *International Journal of Polymer Science*, 1-35.
- Lee, H. V., Hamid, S. B. A., dan Zain, S. K. (2014): Conversion of lignocellulosic biomass to nanocellulose: structure and chemical process, *The Scientific World Journal*.
- Li, W., Yue, J., dan Liu, S. (2012): Preparation of nanocrystalline cellulose via ultrasound and its reinforcement capability for polyvinyl alcohol composites, *Ultrasonic Sonochemistry*, **19**, 479-485.

- Liu, C., Li, B., Du, H., Lv, D., Zhang, Y., Yu, G., dan Peng, H. (2016): Properties of nanocellulose isolated from corncob residue using sulfuric acid, formic acid, oxidative and mechanical methods, *Carbohydrate Polymer*, **151**, 716–724.
- Manjanna, K. M., Kumar, T. M. P., dan Shivakumar, B. (2010): *Calcium alginate cross-linked polymeric microbeads for oral sustained drug delivery in arthritis*, *Drug Discoveries and Therapeutics*, **4**, 109-122.
- Martin, A., Swarbick, J., dan Cammarata, A. (1990): *Farmasi fisik dasar dan kimia fisik*, Edisi Ketiga, 141-142, Universitas Indonesia Press, Jakarta
- Moon, R. J., Martini, A., Nairn, J., Simonsen, J., dan Youngblood, J. (2011): Cellulose nanomaterials review structure, properties and nanocomposites, *Chemical Society Reviews*, **40**.
- Moreno, G., Ramirez, K., Esquivel, M., dan Jimenez, G. (2019): Biocomposite films of polylactic acid reinforced with microcrystalline cellulose from pineapple leaf fibers, *Journal of Renewable Materials*, **7**.
- Oyeniya, Y.J., dan Itiola, O.A. (2012): The physicochemical characteristic of microcrystalline cellulose, derived from sawdust, agricultural waste products, *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science*, **1**, 197-200.
- Peng, B. L., Dhar, N., Liu, H. L., Tam, K. C. (2011): Chemistry and applications of nanocrystalline cellulose and its derivatives: a nanotechnology perspective, *The Canadian Journal of Chemical Engineering*. **1**.
- Rowe. dan Raymond, C. (2009): Handbook of pharmaceuyantical excipients, 6th Edition. *Pharmaceutical Press*, USA, 110-11, 242-243.
- Sacui, I. A., Nieuwendaal, R. C., Burnett, D. J., dan Stranick, S. J. (2014): *Comparison of the properties of cellulose nanocrystals and cellulose nanofibrils isolated from bacteria, tunicate, and wood processed using acid, enzymatic, mechanical, and oxidative methods*, *American Chemical Society Applied Materials and Interfaces*, **6**, 27-38.
- Santos, R. M., Neto, W. P. F., Silverio, H. A., Martins, D. F., Dantas, N. O., dan Pasquini, D. (2013): Cellulose nanocrystals from pineapple leaf a new approach for the resue of this agro waste, *Industrial Crops and Product*, **50**, 707-714.
- Silverio, H. A., Flauzino Neto, W. P., Dantas, N. O., dan 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.
- Siqueira, G., Bras, J., dan Dufresne, A. (2010): *A review of preparation, properties and applications*, *Journal of Polymers*.
- Siro, I., dan Plackett, D. (2010): *Microfibrillated cellulose and new nanocomposite materials: a review*, *Cellulose*, **17**, 459–494.
- Sofla, M. R. K., Brown, R. J., Tsuzuki, T., dan Rainey, T. J. (2016): A comparison of cellulose nanocrystal and cellulose nanofibres extracted from bagasse using acid and ball milling method, *Advance in Natural Science*, **7**, 1-9.

- Spagnol, C., Rodrigues, F. H. A., Pereira, A. G. B., Fajardo, A. R., Rubira, A. F. dan Muniz, E.C. (2012): Superabsorbent hydrogel composite made of cellulose nanofibrils and chitosan-graft-poly(acrylic acid), *Carbohydrate Polymers* **87**, 2038-2045.
- Suvachittanont, S., dan Ratanapan, P. (2013): Optimization of Micro Crystalline Cellulose Production from Corn Cob for Pharmaceutical Industry Investment. *Nanoscience and Nanotechnology Research*, **1**, 17-24.
- Tair, F., Carreras, L., Camps, J., Farjas, J., Roura, P., Calleja, A., Puig, T., Obradors, X. (2017): Melting temperature of  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  and  $\text{GdBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{7-x}$  at subatmospheric partial pressure, *Journal of Alloys and Compounds*, **692**, 787-792.
- Xiao, S., Gao, R., Lu, Y., Sun, Q. (2015): Fabrication and characterization of nanofibrillated cellulose and its aerogels from natural pine needles, *Carbohydrate Polymers*, **119**, 202-209.
- Yahya, M., Lee, H. V., dan Hamid, S. B. A. (2016): Preparation of cellulose nanocrystals Bio-polymer from agro industrial waste: separation and characterization, *Polymers and Polymer Composites*, **24**.
- Yu, H. Y., Qin, Z. Y., Liang, B. L., Liu, N., Zhou, Z., dan Chen, L. (2013): Facile extraction of thermally stable cellulose nanocrystals with a high yield of 93% through hydrochloric acid hydrolysis under hydrothermal conditions, *Journal Material Chemical*, **1**, 3938-3944.
- Zawawi, D., Hatta, M. Z. M., Kassim, A. S. M. dan Awang, H. (2014): Exploring of agro waste pineapple leaf, corn stalk, napier grass by chemical composition and morphological, *Bioresources Journal*, **9**, 872-880.

## LAMPIRAN



**BADAN PENGEMBANGAN SUMBER DAYA MANUSIA INDUSTRI**  
**POLITEKNIK STMI JAKARTA**  
Jl. Kelapa Sawah No. 26 Cempaka Putih, Jakarta 10510  
Telp: (021) 47054111 ex. 1021-14705224  
www.stmi.ac.id



Nomor  
Lampiran  
Hal

BP/SDM/STMI/KV/2019  
Permohonan Penelitian

Jakarta, 27 November 2019

Kepada  
YB. Bapak/Ibu Pimpinan  
Balai Besar Kema dan Kemasan  
Jl. Balai Kema No 1 Pekayon Pasar Hebo  
Jakarta Timur

Dalam rangka menambahi wawasan dan mengaplikasikan teori yang didapat Mahasiswa di Politeknik STMI Jakarta, Kementerian Perindustrian RI, dengan ini memohon bantuan Bapak/Ibu agar bersedia menerima mereka yang namanya tersebut di bawah ini untuk melakukan Penelitian di Perusahaan/Instansi yang Bapak/Ibu pimpin selama kurang lebih 6 (enam) bulan.

Adapun nama mahasiswa yang akan melakukan Penelitian adalah

No	Nama	NIM	Bidang Kompetensi
1.	Sofiani Eka Putri	1516043	Proses Produksi

Dalam pelaksanaannya kami mengharapkan bantuan bimbingan Bapak/Ibu agar mahasiswa kami dapat melakukannya dengan baik. Untuk selanjutnya kompetensi yang diperoleh dan hasil bimbingan Bapak/Ibu akan dipresentasikan dan mudah-mudahan dapat bermanfaat bagi perusahaan.

Demikian atas bantuan dan kerjasama Bapak/Ibu, kami ucapkan terima kasih.



**Dr. Ridky Kremanandita, S.Kom. M.T**  
NIP : 19740302 200212 1 001

- Tembusan:
1. Direktur STMI,
  2. Ka Prodi TKP,
  3. Mahasiswa yang bersangkutan,
  4. Peringgal

Lampiran B

Lembar Bimbingan Tugas Akhir

Nama : Sofiani Eka Putri

NIM : 1516043

Judul TA Penelitian : Pengaruh Waktu dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Karakteristik Mikrokrystal Selulosa.

Pembimbing : Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng

Tanggal	BAB	Keterangan	Paraf
03 – 12 – 2019	Judul	Membahas judul sementara.	
10 – 12 – 2019	Bab I	Membahas penulisan isi latar belakang.	
13 – 12 – 2019	Bab I	Membahas revisi penulisan latar belakang.	
17 – 12 – 2019	Bab II	Membahas penulisan tinjauan pustaka dan hubungan rumput laut dengan pembuatan mikrokrystal selulosa.	
18 – 12 – 2019	Bab II	Membahas revisi penulisan tinjauan pustaka.	
19 – 12 – 2019	Bab III	Membahas penulisan deskripsi proses dan pengujian mikrokrystal selulosa.	
23 – 12 – 2019	Bab III	Membahas revisi penulisan deskripsi proses.	
27 – 03 – 2020	Bab II	Membahas tinjauan pustaka mengenai mikrokrystal selulosa untuk pembuatan <i>edible</i> , teori <i>edible</i> dan fungsi serta manfaat pengujian yang digunakan.	
15 – 04 – 2020	Abstark	Membahas hasil metode yang digunakan terhadap hasil yang didapat kan dan kualitas yang diinginkan.	

16 – 04 – 2020	Bab III	Membahas diagram alir pada percobaan yang dilakukan dan bahan utama yang digunakan dapat diaplikasikan dalam bentuk apa saja.	
28 – 04 – 2020	Bab III	Membahas pengujian mutu yang dilakukan pada alginat dan pengujian karakterisasi untuk mikrokristal selulosa.	
03 – 05 – 2020	Abstrak	Membahas hasil pengujian mutu yang dilakukan pada alginat dan dibandingkan dengan tinjauan pustaka.	
05 – 05 – 2020	Abstrak	Membahas konsentrasi larutan dengan hasil pengujian mutu dari alginat.	
05 – 06 – 2020	Bab I  Bab II	Membahas latar belakang dengan kebutuhan mikrokristal selulosa dari alginat yang banyak tumbuh di Indonesia. Membahas sifat atau karakteristik mikrokristal selulosa.	
08 – 06 – 2020	Judul Bab II	Membahas judul sementara. Memperbaiki tinjauan pustaka mengenai mikrokristal selulosa pada laporan dan ppt.	
09 – 06 – 2020	Abstrak  Bab I  Bab II	Mengubah kalimat alginat menjadi mikrokristal beserta pengaruh dari waktu dan kecepatan pengadukan terhadap produk yang dihasilkan. Memfokuskan penulisan terhadap mikrokristal. Membahas rumusan masalah serta tujuan dalam pembuatan mikrokristal selulosa pada laporan dan power point. Menggabungkan sub bab waktu dan kecepatan pengadukan.	
10 – 06 – 2020	Bab I	Memperbaiki latar belakang pada laporan dan ppt dengan menambahkan pengaruh waktu dan konsentrasi pengadukan.	

	Bab V	Kesimpulan dan saran pada laporan dan ppt diperbaiki dan di perdalam pada teori di Bab II.	
12 – 06 – 2020	Abstrak  Bab I	Memperbaiki isi pada abstrak dengan penambahan hasil pada pengaruh waktu dan kecepatan. Memperbaiki penulisan pada rumusan masalah, tujuan penelitian dan batasan masalah.	
23 – 06 – 2020	-	Latihan presentasi tugas akhir	
24 – 06 – 2020	Bab II	Memperbaiki tinjauan pustaka mengenai sub bab alginat dan selulosa dengan lebih menjelaskan mengenai mikrokrystal selulosa.	

Mengetahui,

Ketua Program Studi  
Teknik Kimia Polimer

Dosen Pembimbing

Fitria Ika Aryanti, S.T., M.Eng  
NIP. 198505112014022001

Ir. Rochmi Widjajanti, M.Eng  
NIP. 195609101984032002

Lampiran C



**BADAN PENGEMBANGAN SUMBER DAYA MANUSIA INDUSTRI**  
**POLITEKNIK STMI JAKARTA**  
Jl. Letjen Suprpto No. 26 Cempaka Putih, Jakarta 10510  
Telp. (021)42886064 Fax:(021)42888206

Nomor : B/ 715 /BPSPDM/STMI/PPN/2020  
Lampiran :-  
Hal : Penugasan Proses Bimbingan Tugas Akhir  
Tahun Akademik 2019/2020

Jakarta, 02 Mei 2020

Yth. Ibu Ir Rochmi Widajanti, M.Eng  
Di Jakarta

Berdasarkan Keputusan Direktur Politeknik STMI Jakarta Nomor 01/BPSPDM/STMI/KEP/II/2020 tanggal 02 Januari 2020 tentang pengangkatan Dosen Pembimbing dan Asisten Dosen Pembimbing Tugas Akhir Politeknik STMI Jakarta Tahun Akademik 2019/2020, maka dengan ini kami mengharap bantuan Ibu untuk dapat memberikan bimbingan dalam penulisan / penyusunan Tugas Akhir kepada mahasiswa yang namanya tersebut di bawah ini:

Nama : Sofani Eka Putri  
No. Induk : 1516043

Adapun judul Tugas Akhir yang bersangkutan berdasarkan proposal yang terdaftar adalah:

" optimasi pembuatan alginat dari sargassum sp dengan larutan KOH. "

Demikian surat penugasan ini disampaikan. Atas perhatian dan bantuan Ibu kami ucapkan terima kasih.

Direktur,



Mustofa

Tembusan:  
1. Pudir 1;  
2. Ka Prodi TKP;  
3. Mahasiswa yang bersangkutan;



Lampiran D



BADAN PENGEMBANGAN SUMBER DAYA MANUSIA INDUSTRI

**POLITEKNIK STMI JAKARTA**

Jl. Letjen Suprpto No. 26 Cempaka Putih, Jakarta 10510  
Telp: (021) 42886064 Fax: (021) 42888206

Nomor : 110/BPSDM/STMI/J/2020

Jakarta, 11 Juni 2020

Lampiran : 1 (satu)

Perihal : Asistensi Bimbingan Tugas Akhir  
Tahun Akademik 2019/2020

Yth. Ibu Reviana Ina Dwi Suyatno, ST, M.Eng  
Di Jakarta

Berdasarkan Surat Keputusan Direktur Politeknik STMI Jakarta No: 01/BPSDM/STMI/KEP/J/2020 tanggal 02 Januari 2020 tentang pengangkatan Dosen Pembimbing dan Asisten Dosen Pembimbing Tugas Akhir Politeknik STMI Jakarta, Tahun Akademik 2019/2020, maka dengan ini kami mengharap bantuan Ibu untuk dapat memberikan bimbingan dalam penulisan / penyusunan Tugas Akhir kepada mahasiswa yang namanya tersebut di bawah ini:

Nama : Sofiani Eka Putri  
No. Induk : 1516043

Adapun judul Tugas Akhir mahasiswa tersebut adalah:

" optimasi pembuatan alginat dari sargassum sp dengan larutan KOH. "

Demikian surat ini kami sampaikan. Atas perhatian dan bantuan Ibu kami ucapkan terima kasih.



- Tembusan:
1. PuDir 1;
  2. Ka Prodi TKP;
  3. Dosen Pembimbing;
  4. Mahasiswa yang bersangkutan;



## Lampiran E

### Perhitungan

#### A. Pembuatan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5%

Pengenceran H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dari larutan induk (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%), di mana volume yang diambil dalam pembuatan 1000 mL adalah 51,03 mL.

Diketahui :

Berat jenis = 1,84 g/ml

Berat molekul = 98,08 g/mol

Konsentrasi larutan = 98%

Mencari molaritas H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat

$M = (10 \times \text{konsentrasi larutan} \times \text{berat jenis}) : \text{BM}$

$M = (10 \times 98\% \times 1,84) : 98,08$

$M_1 = 18,38$

Mencari molaritas H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 5%

$M = (10 \times \text{konsentrasi larutan} \times \text{berat jenis}) : \text{BM}$

$M = (10 \times 5\% \times 1,84) : 98,08$

$M_2 = 0,938$

$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$

$18,38 \times V_1 = 0,938 \times 1000\text{ml}$

$V_1 = 51,03 \text{ ml}$

#### B. Akumulasi perhitungan ukuran mikrokristal selulosa

Area	Sudut (°)	Panjang (µm)
0,703	-25,56	5,929
0,433	14,931	3,61
0,487	30,964	4,068
0,473	49,764	3,96
0,5	0	4,186
0,473	-20,556	3,974
0,595	10,784	4,972

0,352	-61,39	2,914
0,392	-90	3,256
0,676	-11,768	5,701
0,5	-90	4,186
0,568	-39,094	4,794
0,595	-27,759	4,993
0,798	-90	6,744
0,446	-86,424	3,728
0,635	-55,62	5,354
0,717	-87,797	6,051
0,527	-57,995	4,388
0,649	-62,354	5,513
0,879	-14,47	7,445
0,608	-7,765	5,164
0,419	-70,346	3,457
0,676	-80,538	5,658
0,446	-60,255	3,75
0,892	-139,97	7,593
0,69	-28,61	5,828
0,5	-90	4,186
0,933	-90	7,907
0,284	-36,87	2,326
0,446	-21,801	3,757
0,581	0	4,884
0,568	-11,31	4,743
1,041	113,199	8,856
0,5	-63,435	4,16
0,69	-85,426	5,833
0,717	-40,365	6,104
0,717	136,548	6,087
0,717	-17,745	6,104
0,811	-78,311	6,887
0,649	-99,866	5,429
0,771	-87,955	6,516
0,757	-25,641	6,449
0,581	-90	4,884
0,5	-6,34	4,212
0,825	0	6,977
0,69	-36,87	5,814
0,46	-64,983	3,85

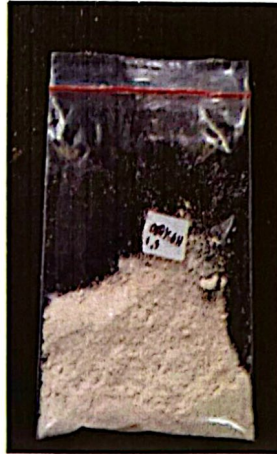
0,473	-45	3,947
0,608	-90	5,116
0,649	140,194	5,449
0,825	-95,711	7,012
1,257	-38,853	10,751
0,744	107,103	6,326
0,46	-37,569	3,814
0,608	30,069	5,106
0,568	-14,036	4,794
0,676	-11,768	5,701
0,608	-50,528	5,122
0,527	-32,005	4,388
0,46	-47,49	3,786
0,514	-40,601	4,288
0,69	-43,363	5,758
0,446	-7,125	3,75
0,784	102,095	6,659
0,5	-70,56	4,193
0,825	-60,018	6,981
0,865	106,699	7,284
0,73	-8,746	6,118
0,663	-92,386	5,586
0,825	0	6,977
0,622	-63,435	5,2
0,473	-90	3,953
0,595	-21,801	5,009
0,5	-90	4,186
0,798	-20,323	6,696
0,865	-18,435	7,354
1,055	-82,504	8,913
0,541	-14,744	4,569
0,744	-53,973	6,326
0,69	-33,69	5,87
0,635	0	5,349
0,392	0	3,256
0,771	-90	6,512
0,473	-86,634	3,96
0,825	-3,814	6,992
0,865	-18,435	7,354
0,554	-36,87	4,651

0,622	-63,435	5,2
0,933	-52,125	7,955
0,554	-63,435	4,68
Rata-rata		5,44

Rata – rata panjang yang didapatkan dengan penjumlahan pada kolom panjang pada tabel tersebut didapatkan hasil 5,44  $\mu\text{m}$

## Lampiran F

### Dokumentasi



a. bahan baku alginat



b. perendaman alginat dengan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  5%



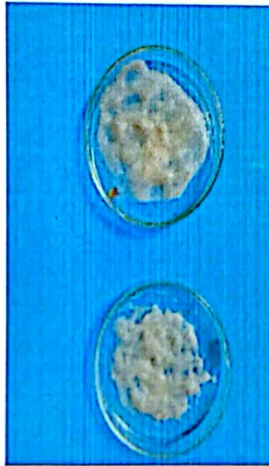
- c. pemanasan campuran alginat dengan larutan  $H_2SO_4$  di oven selama 30 menit pada suhu  $100^\circ C$



- d. proses pengadukan menggunakan *overhead stirrer mixer*



e. sentrifugasi hasil pengadukan selama 1 jam



f. hasil produk setelah dilakukan sentrifugasi



g. hasil produk setelah dikeringkan