

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN SELULOSA
ASETAT/POLIETILEN GLIKOL DARI SELULOSA AMPAS BONGGOL
NANAS DENGAN METODE INVERSI FASE**

(Skripsi)

Oleh

**KADEK SUPRAJAYA
NPM 1717011066**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

ABSTRACT

SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION OF CELLULOSE ACETATE MEMBRANE/POLYETHYLENE GLYCOL FROM PINEAPPLE LUMP AMP CELLULOSE BY PHASE INVERSION METHOD

By

KADEK SUPRAJAYA

Cellulose is a natural polymer contained in a growing fiber, such as pineapple fibers. Cellulose can be modified into cellulose acetate. Cellulose acetate is a modified polymer, it can be used in the synthesis of a cellulose acetate/polyethylene glycol (CA/PEG) membrane. The phase inversion method was used in this study to produce CA/PEG membranes. Variations in PEG concentration with a ratio of 1:1 to cellulose acetate, where variations in PEG concentrations are used are 2%, 5%, and 8%. Acetone and dimethyl formamide are used as organic solvents. Membrane morphological analysis using Scanning Electron Microscope (SEM), and functional group analysis using a Fourier Transform-Infrared (FT-IR) spectrometer were performed for membrane characterization. The result of the synthesis of the CA/PEG membrane is in the form of a thin white layer. The characterization results of the FT-IR spectrometer showed the vibration of the carbonyl bond at wavenumber 1729 cm^{-1} and the vibration of the hydroxy bond torque at the wave number 648 cm^{-1} , where the vibration intensity decreased with each addition to the concentration. The results of SEM characterization show that the effect of adding PEG percentage porosity is increasing, where SP1, SP2, and SP3 have porosity percentages are 51.54%, 68.70%, and 73.50%. The SP1 membrane has a smaller percent porosity. Therefore, the smaller porosity has more potential in removing or filtering solutes from a fluid.

Keywords: cellulose acetate, characterization, phase inversion, polyethylene glycol, pore

ABSTRAK

SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN SELULOSA ASETAT/POLIETILEN GLIKOL DARI SELULOSA AMPAS BONGGOL NANAS DENGAN METODE INVERSI FASE

Oleh

KADEK SUPRAJAYA

Selulosa adalah polimer alami yang terkandung dalam serat tumbuhan, seperti serat nanas. Selulosa dapat dimodifikasi menjadi selulosa asetat. Selulosa asetat adalah polimer termodifikasi, dapat digunakan dalam pembuatan suatu membran selulosa asetat/polietilen glikol (SA/PEG). Metode inversi fase digunakan dalam penelitian ini untuk menghasilkan membran SA/PEG. Variasi konsentrasi PEG dengan rasio 1:1 terhadap selulosa asetat, dimana variasi konsentrasi PEG digunakan adalah 2%, 5%, dan 8%. Aseton dan dimetil formamida digunakan sebagai pelarut organik. Analisis morfologi membran menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM), dan analisis gugus fungsi menggunakan spektrometer *Fourier Transform-Infrared* (FT-IR) dilakukan untuk karakterisasi membran. Hasil sintesis membran SA/PEG berupa lapisan tipis berwarna putih. Hasil karakterisasi spektrometer FT-IR menunjukkan vibrasi ikatan karbonil pada bilangan gelombang 1729 cm^{-1} dan vibrasi torsi ikatan hidroksi pada bilangan gelombang 648 cm^{-1} , dimana intensitas vibrasi berkurang pada setiap penambahan konsentrasi. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan efek penambahan PEG persentase porositas semakin meningkat, dimana SP1, SP2, dan SP3 memiliki persen porositas adalah 51,54%, 68,70%, dan 73,50%. Membran SP1 memiliki persen porositas lebih kecil. Oleh karena itu, porositas semakin kecil lebih berpotensi dalam menghilangkan atau memfiltrasi zat terlarut dari suatu fluida.

Kata Kunci: inversi fase, karakterisasi, polietilen glikol, pori, selulosa asetat

**SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN SELULOSA
ASETAT/POLIETILEN GLIKOL DARI SELULOSA AMPAS BONGGOL
NANAS DENGAN METODE INVERSI FASE**

Oleh

KADEK SUPRAJAYA

Skripsi

**Sebagai Salah Satu Syarat untuk Mencapai Gelar
SARJANA SAINS**

Pada

**Jurusan Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung**



**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS LAMPUNG
BANDAR LAMPUNG
2022**

Judul Skripsi

**: SINTESIS DAN KARAKTERISASI MEMBRAN
SELULOSA ASETAT/POLIETILEN GLIKOL
DARI SELULOSA AMPAS BONGGOL NANAS
DENGAN METODE INVERSI FASE**

Nama Mahasiswa

: Kadek Suprajaya

Nomor Pokok Mahasiswa

: 1717011066

Jurusan

: Kimia

Fakultas

: Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



MENYETUJUI

1. Komisi Pembimbing

Dr. Eng. Sufipto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

Nazarudin, S.Si., M.Si., Ph.D.
NIP 19740412 199903 1 004

2. Ketua Jurusan Kimia

Mulyono, Ph.D.
NIP 19740611 200003 1 002

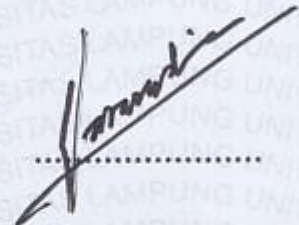
MENGESAHKAN

1. Tim Penguji

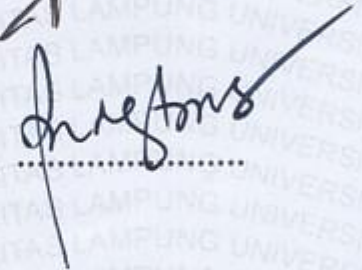
Ketua : **Dr. Eng. Sripto Dwi Yuwono, M.T.**



Sekretaris : **Nazarudin, S.Si., M.Si., Ph.D.**



Anggota : **Prof. Dr. Rudy T.M. Situmeang, M.Sc.**



2. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam



Dr. Eng. Sripto Dwi Yuwono, M.T.
NIP 19740705 200003 1 001

Tanggal Lulus Ujian Skripsi : **3 Agustus 2022**

SURAT PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan di bawah ini:

Nama : Kadek Suprajaya
NPM : 1717011066
Jurusan : Kimia
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Perguruan Tinggi : Universitas Lampung

Dengan ini menyatakan bahwa skripsi yang berjudul “Sintesis dan Karakterisasi Membran Selulosa Asetat/Polietilen Glikol dari Selulosa Ampas Bonggol Nanas dengan Metode Inversi Fase” ini tidak terdapat karya yang ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini sebagaimana disebutkan dalam daftar pustaka. Selanjutnya, saya juga tidak keberatan jika sebagian atau seluruh data di dalam skripsi tersebut digunakan oleh dosen atau program studi untuk kepentingan publikasi, sepanjang nama saya disebutkan dan terdapat kesepakatan sebelum dilakukan publikasi.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sadar dan sebenar-benarnya untuk digunakan sebagai mestinya.

Bandar Lampung, 23 Agustus 2022

Yang menyatakan,



Kadek Suprajaya

NPM 1717011066

RIWAYAT HIDUP



Penulis dilahirkan di Kota Bumi, Lampung Utara pada tanggal 21 Februari 2000, sebagai anak kedua dari tiga bersaudara, dari bapak I Putu Sana dan Ibu Ni Komang Serni. Pendidikan Sekolah Dasar (SD) diselesaikan di SDN 02 Bali Sadhar Selatan Way Kanan tahun 2011, Sekolah Menengah Pertama (SMP) di SMPN 02 Banjit Way Kanan tahun 2014, Sekolah Menengah Atas (SMA) di SMAN 01 Banjit Way Kanan tahun 2017.

Tahun 2017, penulis terdaftar sebagai mahasiswa Jurusan Kimia FMIPA Unila melalui jalur SBMPTN. Selama menjadi mahasiswa penulis pernah menjadi asisten praktikum Kimia Organik I dan II dan aktif di Organisasi Unit Kegiatan Kemahasiswaan (UKM) Hindu Unila periode 2018, UKM Saintek Unila periode 2017, dan Himpunan Mahasiswa Kimia (HIMAKI) periode 2018 dan 2019. Penulis pernah melakukan Praktik Kerja Lapangan (PKL) dan penelitian di Laboratorium Kimia Organik. Pada akhir tahun 2019 sampai awal tahun 2020, penulis pernah melaksanakan program Kuliah Kerja Nyata (KKN) selama 40 hari di Pekon Marga Jaya, Kecamatan Pagar Dewa, Kabupaten Lampung Barat.

QUOTES

Kamu adalah apa yang kamu yakini. Kamu menjadi apa yang kamu yakini bisa
kamu capai
“Bhagavad Gita”

Yang membuat orang dikenal adalah hasil perbuatannya, perkataannya, dan
pikirannya. Melalui ketiganya ini orang mengetahui kepribadian diri
“Sarasamuscaya 77”

Nyatakan perasaan, hentikan penyesalan, maafkan kesalahan, tertawakan
kenangan, kejar impian
“Fiersa Besari”

Tetap tenang dan selalu berpikir positif dalam menentukan tujuan hidup, karena
kamulah yang satu segalanya tentang dirimu
“Anonymous”

Kepada Ayahanda dan Ibunda Tersayang

SANWACANA

Puji syukur penulis ucapkan kehadiran Tuhan Yang Maha Esa, karena atas *Asung Kerta Wara Nugraha-Nya* skripsi ini dapat diselesaikan.

Skripsi dengan judul “*Sintesis dan Karakterisasi Membran Selulosa Asetat/Poli Etilen Glikol dari Selulosa Ampas Bonggol Nanas dengan Metode Inversi Fase*” adalah salah satu syarat untuk memperoleh gelar sarjana Kimia di Universitas Lampung.

Dalam kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Bapak dan Ibu Kandung, selalu mendukung dan mendoakan yang terbaik untuk saya.
2. Bapak Dr. Eng Suropto Dwi Yuwono, S.Si., M.T., selaku dekan FMIPA Unila dan selaku pembimbing utama atas kesediaannya untuk memberikan bimbingan, saran, dan kritik dalam proses penyelesaiannya skripsi ini;
3. Bapak Mulyono, Ph.D., selaku Ketua Jurusan Kimia;
4. Bapak Nazarudin, S.Si., M.Si., Ph.D., selaku pembimbing kedua atas kesediaannya untuk memberikan bimbingan, saran, dan kritik dalam proses penyelesaiannya skripsi ini;
5. Bapak Prof. Rudy T.M. Situmeang, Ph.D., selaku penguji pada ujian skripsi. Terima kasih atas segala masukan dan saran-saran/kritik pada awal seminar proposal penelitian sampai sidang komprehensif;
6. Ibu Dr. Yuli Ambarwati, M.Si., selaku pembimbing akademik.

Terimakasih telah membimbing penulis dari menjadi mahasiswa baru hingga lulus ujian skripsi;

7. Bapak dan Ibu Staf administrasi Kimia Unila atas kesediannya membantu administrasi penulis;
8. Mahasiswa kimia angkatan 2015, dan 2016, atas pembelajarannya, sewaktu menjadi mahasiswa baru hingga tahun pertama;
9. Mahasiswa kimia angkatan 2017, yang selalu kebersamai dalam suka duka selama 4 tahun ini, hingga satu per satu telah memperoleh kelulusan.
10. Tim lab kimia organik, mba Wiwit, Kak Arif, Antin, Andi, Lek Nur, Isti, Fitri, Dhita, Feni, Azizah, Ramy, Alya dkk. Mereka menemani saya dari awal PKL hingga hampir lima tahun ini menemani.
11. Temen menginap sewaktu mahasiswa baru, sangaji.
12. Teman-teman KKN Lampung Barat yang pernah tinggal bareng selama 40 hari dan menyelesaikan progja.
13. Masyarakat pekon Marga Jaya yang telah menjadikan sebagai saudara bukan hanya di kegiatan KKN bahkan sampai sekarang. Peratin, Pemangku (Rega), Oki, Alm. Mami, Papi dkk.
14. Rusydi, Arya, Baiti, Ikrom, Rizky, Luthfi Azizah, Azizah Malik. Terimakasih sudah hampir lima tahun bersama kalian.
15. Tim lab kimia polimer. Icen, Deas, Kak Oci, Oca, Mba Tika, Mba Diska, Mba Ruli telah menerima kami sewaktu PKL sampai penelitian dan selalu pulang hampir pagi.
16. Tim Chemen 17 telah menemani hampir lima tahun ini. Walaupun selalu pindah tongkrongan, mulai dari kosan A2 Mahardika, kosan Rizky, sampai kontrakan saat ini.
17. Tim pak Dwi *research* '17, yaitu Ramy dan Bang Jere selalu membantu hingga penelitian ini selesai.
18. Terimakasih almamater Unila.

Bandar Lampung, Agustus 2022

Kadek Suprajaya

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR ISI	i
DAFTAR TABEL	iii
DAFTAR GAMBAR	iv
I. PENDAHULUAN	1
1. 1. Latar Belakang	1
1. 2. Tujuan Penelitian	3
1. 3. Manfaat Penelitian	3
II. TINJAUAN PUSTAKA	4
2. 1. Selulosa.....	4
2.1.1. <i>Alkali Pretreatment</i>	4
2.1.2. <i>Delignification</i>	5
2.1.3. <i>Bleaching</i>	6
2. 2. Hemiselulosa.....	7
2. 3. Lignin	8
2. 4. Selulosa Asetat.....	9
2. 5. Sintesis Selulosa Asetat.....	10
2. 6. Kegunaan Selulosa Asetat	11
2.6.1. Membran	11
2.6.2. Film.....	11
2. 7. Karakterisasi Membran SA/PEG	12
2.7.1. Spektroskopi <i>Fourier Transform-Infrared</i> (FT-IR)	12
2.5.1. <i>Scanning Electron Microscopy</i> (SEM).....	14
III. METODE PENELITIAN	16
3.1. Waktu dan Tempat	16
3.2. Alat dan Bahan.....	16
3.3. Prosedur Kerja	17

3.3.1. Isolasi Selulosa dari Limbah Bromelin Nanas	17
3.3.2. Sintesis Selulosa Asetat (SA).....	19
3.3.3. Penentuan Kadar Asetil dari Selulosa Asetat.....	20
3.3.4. Pembuatan Membran SA/PEG.....	21
3.4. Karakterisasi Membran SA/PEG	22
3.4.1 Analisis Spektroskopi FT-IR.....	22
3.4.2 Analisis <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM)	23
IV. HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1. Isolasi Selulosa.....	24
4.2. Sintesis Selulosa Asetat.....	27
4.3. Pembuatan Membran SA/PEG	29
4.4. Karaterisasi Membran SA/PEG	30
4.4.1. Spektroskopi <i>Fourier Transform-Infrared</i> (FT-IR)	31
4.4.2. <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM).....	34
V. SIMPULAN DAN SARAN	37
5.1. Simpulan.....	37
5.2. Saran.....	37
DAFTAR PUSTAKA	39
LAMPIRAN	46
Lampiran 1. Diagram Alir Penelitian.....	47
Lampiran 2. Spektrum FT-IR Selulosa Standar	49
Lampiran 3. Spektrum FT-IR Selulosa Asetat Komersial	50
Lampiran 4. Karakterisasi SEM Membran SA.....	50
Lampiran 5. Kadar Lignoselulosa (lignin, hemiselulosa, selulosa).....	51
Lampiran 6. Kadar Asetil Selulosa Asetat	52
Lampiran 7. Analisis Porositas Membran (SA/PEG)	53
Lampiran 8. Pembuatan Larutan	55

DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Variasi PEG dalam pembuatan Membran.....	21
2. Interpretasi spektrum FT-IR	26
3. Hasil penentuan kadar asetil.....	28
4. Interpretasi spektrum FT-IR SA	32
5. Interpretasi spektrum FT-IR membran SA/PEG	34

DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Struktur glukuronoksilan (primer hemiselulosa)	8
2. Struktur lignin.....	9
3. Mekanisme sintesis selulosa asetat	10
4. Pembentukan gugus karbonil	11
5. Spektrum FTIR membran selulosa asetat/PEG	13
6. Diagram isolasi selulosa I.....	17
7. Diagram isolasi selulosa II	18
8. Diagram sintesis selulosa asetat.....	19
9. Diagram penentuan kadar asetil.....	20
10. Diagram pembuatan membran SA/PEG	22
11. Selulosa isolasi.....	24
12. Tahapan isolasi selulosa	25
13. Spektrum FT-IR selulosa.....	26
14. Hasil sintesis selulosa asetat (SA) dengan variasi anhidrida asam asetat	27
15. Kelarutan selulosa asetat	29
16. Proses pembuatan membran	30
17. Preparasi SA-PEG.....	30
18. Spektrum FT-IR selulosa asetat.....	31
19. Spektrum FT-IR membran SA/PEG	33
20. Hasil karakterisasi SEM dari membran SA/PEG	35

I. PENDAHULUAN

1. 1. Latar Belakang

Produksi nanas di Provinsi Lampung mencapai 114 kiloton, menghasilkan banyak limbah yang kurang termanfaatkan. Limbah nanas kebanyakan berasal dari bagian bonggol, serat kasar, dan mahkota nanas. Serat nanas memiliki kandungan selulosa sebesar 81,27%, hemiselulosa 12,31%, dan lignin 3,46%, sehingga selulosa dari limbah serat nanas memiliki banyak sekali manfaat seperti produksi *bioethanol* (Tropea *et al.*, 2014), pembuatan *nanofiller* dengan penambahan *Polyvinyl Alcohol* (Wahyuningsih *et al.*, 2016), dan pembuatan membran/film filtrasi dengan modifikasi selulosa menjadi turunannya (Zhou *et al.*, 2016). Selulosa banyak dipilih dalam produksi suatu material karena memiliki beberapa keuntungan, seperti mudah diperoleh dengan memisahkan dari biomassa, sifat *biodegradable*, dan memiliki ketahanan yang tinggi terhadap tarikan (Assis *et al.*, 2020).

Pada saat ini, selulosa asetat (SA) merupakan salah satu modifikasi selulosa melalui reaksi esterifikasi dengan asam asetat/anhidrida asam asetat yang masih dikembangkan. Salah satu biomassa yang dimanfaatkan untuk diambil selulosa dan diubah menjadi selulosa asetat adalah tandan kosong kelapa sawit dengan hasil kadar asetil yang diperoleh berkisar antara 1.86 dan 2.60 (Yuwono *et al.*, 2019). Material ini telah banyak digunakan sebagai campuran dalam produk film fotografi, kaca, dan membran. Selulosa asetat memiliki ketahanan yang baik terhadap pengotor dan ketahanan klorin, harganya rendah serta biokompatibilitas yang baik. Namun, kelemahan dari bahan ini adalah kekuatan mekanik yang buruk, ketahanan termal yang rendah, dan ketahanan terhadap kimia yang rendah (Sánchez-Márquez *et al.*, 2015). Teknologi membran memiliki beberapa keuntungan yaitu tidak memerlukan banyak sekali air dan bisa digunakan berulang kali (Japonika, 2015).

Membran polimer telah banyak perkembangan yang memanfaatkan polimer alam sebagai adsorben logam berat, tetapi kapasitas adsorpsi yang diperoleh masih di bawah 50%. Oleh karena itu, perkembangan membran polimer sebagai adsorben logam berat telah mengalami modifikasi untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi besar. Salah polimer yang masih terus dikembangkan sebagai adroben adalah modifikasi membran polimer selulosa asetat dengan penambahan polimer lain seperti akrilonitrile, asam akrilik, akrilamida, dan yang mengandung gugus epoksi, seperti *glycidyl methacrylate*, *divinylbenzene*, ke permukaan membran yang disiapkan (Makowka dan Pospiech, 2019).

Inversi fasa merupakan metode digunakan dalam membuat suatu membran polimer. Inversi fasa adalah proses pencampuran, dimana larutan polimer homogen pertamanya diubah dari keadaan cair menjadi padat secara terkontrol. Metode ini paling umum digunakan untuk menghasilkan membran berpori polimer dengan bentuk struktur yang besar. Ketika film dibuat dengan metode inversi fase, struktur, sifat dan interaksi kimia dari film bergantung pada pilihan polimer dan pilihan aditif yang digunakan dalam larutan pencetakan (Purkait *et al.*, 2018).

Pada penelitian ini, selulosa asetat disintesis dari selulosa limbah bromelin nanas. Selulosa asetat akan diukur kadar asetil untuk mendapatkan selulosa diasetat. Selulosa diasetat dijadikan sebagai material membran polimer dengan polietilen Glikol (PEG) sebagai campuran dan memvariasikan konsentrasi: PEG 2%, PEG 5%, dan PEG 8% sebagai variable bebas. Metode inversi digunakan dalam penelitian ini untuk menghasilkan membran SA/PEG. Campuran pelarut dan polimer dilapiskan di atas plat kaca dan direndam dalam zat non-organik, umumnya air (Nurkhamidah, 2020). Karakterisasi membran dilakukan secara *Scanning Electron Microscopy* (SEM) untuk mengamati permukaan pori membran, dan *Fourier Transform-Infrared* (FT-IR) *Spectroscopy* untuk mengetahui gugus fungsi membran SA/PEG.

1. 2. Tujuan Penelitian

Tujuan dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Memperoleh selulosa dari limbah bromelin nanas.
2. Memperoleh selulosa asetat dari selulosa limbah bromelin nanas.
3. Mempelajari pengaruh variasi konsentrasi PEG pada pembuatan membran SA/PEG.
4. Mengetahui karakterisasi membran SA/PEG menggunakan SEM dan FT-IR.

1. 3. Manfaat Penelitian

Manfaat yang diperoleh dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Informasi mengenai pengaruh variasi konsentrasi PEG pada pembuatan membran selulosa asetat/PEG.
2. Informasi mengenai peningkatan kemampuan fisika dan kimia membran selulosa asetat/PEG.

II. TINJAUAN PUSTAKA

2. 1. Selulosa

Selulosa adalah salah satu jenis polisakarida, terdiri dari unit glukosa dengan kelipatan sebesar x , dengan rumus $(C_6H_{10}O_5)_x$. Ini umumnya disintesis oleh tanaman. *Biodegradability* dan ketahanan terhadap hidrolisis adalah sifat utama dari polisakarida ini. Biopolimer ini ditemukan di sebagian besar tanaman terutama di daun dan tangkai. Serat kapas dan kayu adalah sumber industri prinsip selulosa untuk aplikasi industri. Selulosa terdiri dari lignin dan hemicellulose. Turunan selulosa dan selulosa memiliki aplikasi yang berbeda dalam industri. Misalnya, makanan hewan, kayu, kertas, pakaian, industri kosmetik dan farmasi sebagai *excipient*. Isolasi selulosa umumnya dilakukan dalam beberapa tahap, yaitu *alkali pretreatment*, *delignification*, dan *bleaching* (Ibrahim *et al.*, 2019).

2.1.1. Alkali Pretreatment

Pretreatment merupakan proses penting dalam mengkonversi biomassa lignoselulosa. Lignoselulosa akan diubah bentuk strukturalnya menjadi polimer selulosa dan lignin. Salah satu teknik pretreatment adalah *pretreatment* alkali yang umumnya menggunakan bahan kimia bersifat basa seperti natrium hidroksida, kalsium hidroksida, ammonium hidroksida dan ammonia. *Pretreatment* alkali memainkan peran penting dalam delignifikasi. Efektivitas *pretreatment* alkali bergantung pada komposisi biomassa serta kondisi *pretreatment*. *Pretreatment* relatif selektif untuk memecah lignin. Prinsip-prinsip dari hidrolisis alkali didasarkan pada solvasi dan safonifikasi, yang menginduksi depolimerisasi dan pembelahan ikatan lignin-karbohidrat (selulosa). Selain itu, hemiselulosa *xylan*

juga dilarutkan dengan menghilangkan ikatan ester intermolekuler (misalnya, substitusi asam asetil dan uronat, dan lainnya) meskipun hingga tingkat yang lebih sedikit daripada *pretreatment* asam (Guangyin dan Youcai, 2017; Sindhu *et al.*, 2015).

2.1.2. Delignification

Delignifikasi bahan kayu terutama dilakukan melalui dua jenis proses: proses sulfat (kertas kraft) dan proses sulfit. Saat ini, metode pembuatan pulp yang dominan adalah proses kertas kraft. Dalam pembuatan *pulp* kertas *kraft*, serpihan perantara basah yang terletak di antara serat alkali dan serat kayu di bawah suhu tinggi dihilangkan. Proses pembuatan *pulp kraft* yang benar-benar baru dan lebih baik dengan menggunakan kondisi memasak yang berubah (seperti kondisi basa yang relatif seragam dan suhu memasak yang berkurang) telah diperkenalkan. Tujuan utama dari metode pembuatan pulp ini adalah untuk menghasilkan *pulp* yang lebih memutih dengan kandungan lignin yang relatif rendah dan sifat kekuatan yang dapat diterima karena kristalinitas dan linieritasnya, lignoselulosa sampai batas tertentu dapat menahan kondisi keras yang digunakan dalam produksi *pulp* kimia. Namun, komponen hemiselulosa kayu sangat dimodifikasi selama proses pembuatan *pulp*. Pada awal pemasakan kertas *kraft* konvensional, xilan dalam kayu sebagian terlarut dalam cairan masak alkali, dan banyak gugus samping dan residu asam asetat yang terpecah. Pada tahap awal pemasakan *kraft*, gugus asam metilglutamat liontin dalam asam sisa dan terlarut hampir seluruhnya diubah menjadi asam adipat (Viikari *et al.*, 2009).

Ketika konsentrasi basa menurun pada akhir pemasakan kertas *kraft*, maka xilan terlarut cenderung terbaca pada permukaan serat mikro selulosa. Selain rantai xilan bebas, juga diyakini bahwa lignin dan xilan terlarut serta lignin yang terikat pada *valencene* akan berpindah ke permukaan serat, sehingga menghasilkan lignin dalam jumlah yang relatif besar pada permukaan serat. Jumlah xilan yang terbaca selama memasak tergantung pada jenis kayu yang digunakan untuk pembuatan *pulp*. Telah ditemukan bahwa sejumlah besar xilan ditemukan pada permukaan serat *birch* dari

kertas *kraft*, kemungkinan karena sebagian karena resorpsi. Kebanyakan *xyloglucomannans* juga dapat dilarutkan pada awal pemasakan *kraft*, tetapi karena ketidakstabilannya dalam alkali, polimer terlarut akan terdegradasi sepenuhnya dalam cairan (Viikari *et al.*, 2009).

Dalam pemanasan sampel (setelah *pretreatment*) menggunakan sulfit, senyawa mono dan oligomerik sangat membutuhkan hemiselulosa, dan pengendapan ulang tidak terjadi. Oleh karena itu, distribusi hemiselulosa pada serat *pulp* relatif konstan. Meskipun terdapat beberapa gugus asetil dalam pulp sulfit, gugus samping arabinosa dari kayu lunak xilan telah dihilangkan seluruhnya dalam pemasakan sulfit (Viikari *et al.*, 2009).

2.1.3. Bleaching

Hidrogen peroksida menarik sebagai bahan pemutih untuk serat sekunder. Jika warna putih tinggi diperlukan, hidrogen peroksida adalah bahan kimia yang paling umum digunakan untuk memutihkan *pulp* dengan hasil tinggi. Untuk furnitur limbah campuran ONP dan OMG, pemutihan agak mirip dengan pemutihan pulp mekanis. Akan tetapi, sebagian besar serat sekunder telah diputihkan sebelumnya, sehingga responsnya terhadap tahap pemutihan tidak selalu sama dengan *pulp* asli (Bajpai, 2018)

Telah ditemukan bahwa hidrogen peroksida sangat efektif dalam memutihkan pulp daur ulang. Ini dapat dilakukan di pulper, menara pemutih atau disperser. Cairan pemutih biasanya mengandung hidrogen peroksida, soda kaustik, dietilene triamine pentaasetat (DTPA) dan/atau natrium silikat, dan/atau penstabil peroksida lainnya. Jika diterapkan pada *pulper*, sabun atau surfaktan dapat ditambahkan untuk membantu menghilangkan tinta. Dalam kebanyakan kasus, untuk muatan hidrogen peroksida yang sama, kecerahan *pulp* daur ulang yang dihasilkan umumnya lebih rendah daripada *pulp* yang diputihkan secara mekanis. Ini karena furnitur daur ulang mengandung beberapa partikel sisa tinta. Pemutihan *pulp* peroksida daur ulang dapat dilakukan dalam disperser cakram. Waktunya singkat, tetapi suhu

tinggi (90–95 ° C) dan konsistensi *pulp* juga tinggi (30% –35%). Metode ini secara efektif mengurangi hilangnya kecerahan yang disebabkan oleh partikel tinta yang pecah dan meningkatkan efisiensi operasi flotasi selanjutnya. Hasil pemutihan sangat dipengaruhi oleh parameter proses: konsistensi bahan baku, suhu, waktu reaksi dan bahan kimia yang digunakan (Bajpai, 2018).

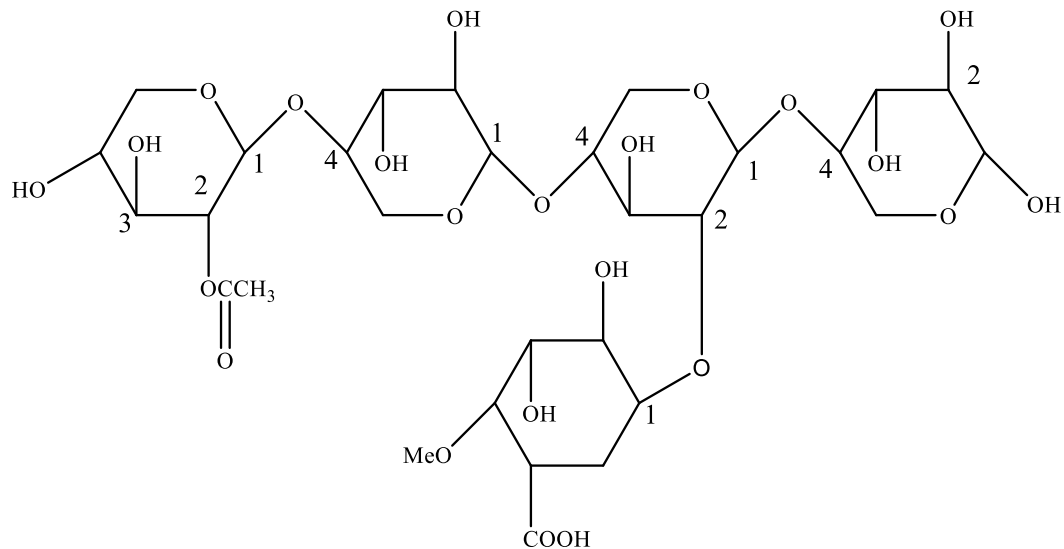
Pada konsistensi *pulp* yang lebih tinggi, kecerahannya lebih tinggi. Ketika konsistensi *pulp* lebih tinggi dari 30%, masalah pencampuran ditemui. Jika metode pencampuran yang efisien tidak digunakan, pemutih tidak akan tercampur secara merata ke dalam *pulp*. Ini menyebabkan tingkat kecerahan meningkat. Oleh karena itu, dalam tahap pemutihan terpisah, konsistensi dibatasi hingga 25%. Hidrogen peroksida juga digunakan dalam tahap lain dari pemrosesan serat sekunder, seperti dalam proses pembuatan pulp, aplikasi tidak selalu dilakukan dalam kondisi optimal. Konsistensi pemutihan biasanya berkisar antara 10% -25%. Tidak ada alternatif praktis atau dapat diterima untuk konsistensi tinggi yang ada karena alasan ekonomi. Namun, suhu, waktu reaksi, dan alkalinitas dapat mengoptimalkan reaksi (Bajpai, 2018).

2. 2. Hemiselulosa

Hemiselulosa merupakan komponen primer dari dinding sel tumbuhan. Hemiselulosa adalah karbohidrat dominan dalam senyawa lamela tengah, sedangkan selulosa lebih banyak di lapisan sekunder. Pada kayu keras (dan tanaman herba), glukuronoksilan adalah hemiselulosa utama, sedangkan glukomanan lebih banyak terdapat pada kayu lunak (Holtzapfel, 2003).

Glukuronosilan adalah hemiselulosa utama dari kayu keras. Cabang samping asam 4-O-metil glukuronat dihubungkan oleh ikatan (1 → 2). Rasio xilosa dengan 4-O-metil asam glukuronat biasanya 7:1 tetapi bervariasi dari 3-20:1. Sekitar 70% -80% unit xilosa diasetilasi pada posisi C-2 atau C-3. Xilan ini memiliki DP 40–200 (biasanya 180) dan membentuk 15%–30% kayu keras. Glukomanan memiliki

backbone (1 → 4)-linked glukosa dan kelompok manosa dalam rasio 1:1 sampai 2:1 dengan jumlah asetilasi yang sangat kecil dan DP 40-100. Mereka terjadi pada 2% -5%.

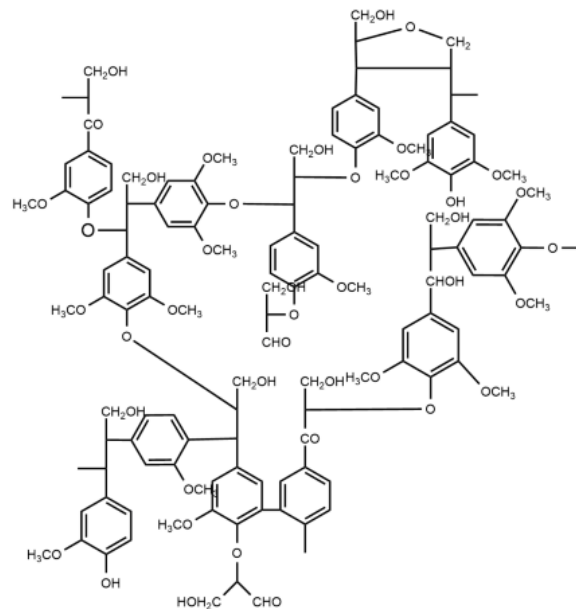


Gambar 1. Struktur glukuronoksilan (primer hemiselulosa)

2. 3. Lignin

Lignin merupakan polimer aromatik kompleks yang terbentuk melalui polimerasi tiga dimensi dari sinamil alkohol dengan bobot molekul 11.000 (Adie dan Krisnawati, 2013). Lignin merupakan biopolimer kompleks yang terdiri dari tiga monolignol dalam jumlah yang berbeda, yaitu p-kumaril alkohol, koniferil alkohol, dan sinapil alkohol (Kakroodi dan Sain, 2016). Lignin adalah kelompok polimer hidrokarbon yang terdiri dari struktur alifatik dan aromatik. Lignin memiliki polimer amorf tiga dimensi dengan berat molekul tinggi, dan polimer ini mengandung unit fenilpropana, yang tersubstitusi oleh hidroksil dan metoksi. Unit fenilpropana yang terlibat adalah unit guaiakol (G) yang diperoleh dari trans-koniferil alkohol, unit *syringe* (S) yang diperoleh dari trans-sinapil alkohol, dan unit p-hidroksifenil (H) yang menandakan prekursor trans-p-kumaril alkohol. Lignin dapat dikategorikan menjadi dua kelompok utama: *guaiacyl lignins* dan *guaiacyl-syringyl lignins*. *Guaiacyl lignin* ada di kayu lunak, sedangkan *guaiacyl-*

syringyl lignin tersedia di kayu keras. *Guaiacyl lignin* terutama terdiri dari unit koniferil alkohol, sedangkan lignin *guaiacyl-syringe* termasuk unit monomer yang diperoleh dari kedua koniferil dan sinapil alkohol (Ghalia dan Dahman, 2017).



Gambar 2. Struktur lignin

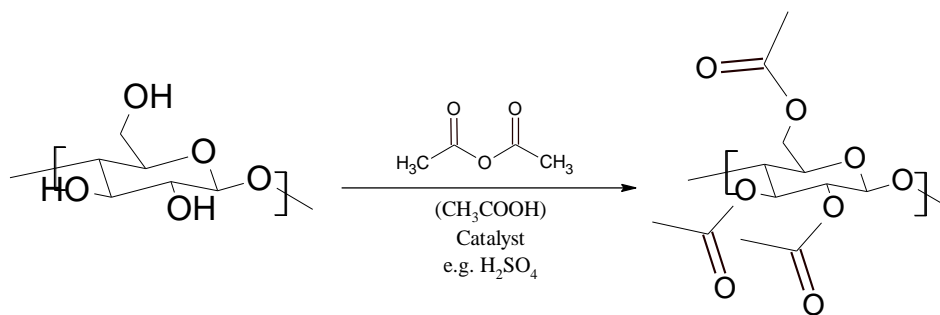
2. 4.Selulosa Asetat

Selulosa asetat adalah turunan selulosa yang tidak larut, yang dianggap sebagai bahan yang tidak beracun, tidak merusak, dan dapat terurai secara hayati. Bahan ini tahan panas dan kurang higroskopis. Selulosa asetat merupakan bagian dari gugus selulosa asetil, dimana kandungan gugus asetilnya adalah 29,0% sampai 44,8%, sesuai dengan monoasetat, diasetat dan triasetat. Selulosa asetat digunakan untuk membangun lapisan semipermeabel pada tablet, terutama tablet pompa osmotik dan mikropartikel, untuk mengontrol pelepasan obat. (Arjun *et al.*, 2016; Kaur *et al.*, 2018; Riaz dan Masud, 2013)

2. 5. Sintesis Selulosa Asetat

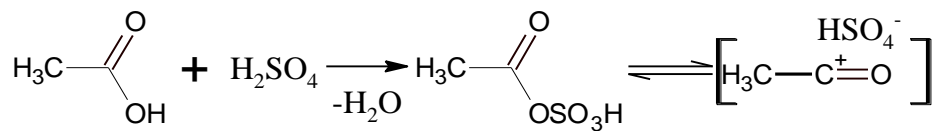
Selulosa asetat didapatkan melalui reaksi esterifikasi antara selulosa asetat, anhidrida asam asetat dan asam asetat glasial, dikatalisis oleh asam sulfat pekat. Reaksi dilakukan pada kondisi optimal $\pm 50^\circ\text{C}$, dan waktu asetilasi 9-14 jam pada suhu kamar (Candido dan Gonçalves, 2016). Penggunaan katalis H_2SO_4 korosif dapat berdampak negatif terhadap lingkungan. Oleh karena itu, telah banyak penelitian yang dilakukan untuk mengganti katalis H_2SO_4 dengan katalis yang lebih ramah lingkungan, seperti iodium dan ZnCl_2 pada natrium tiosulfat (Das *et al.*, 2014; Goswami dan Das, 2019).

Secara industri, selulosa asetat didapatkan melalui perubahan selulosa dengan campuran anhidrida asam asetat dan asam asetat glasial (penambahan sebesar 10-40% untuk menaikkan jumlah selulosa triasetat yang terbentuk) dalam katalis H_2SO_4 sampai dengan 15% (w/w). Campuran asam sulfat-anhidrida asam asetat membentuk intermediet (yang dikenal *acetyl sulfuric acid*) menggerakkan pada pembentukan kation asetil (Heinze dan Liebert, 2012).



Gambar 3. Mekanisme sintesis selulosa asetat (Heinze *and* Liebert, 2012)

Secara komersial, selulosa asetat dengan metilen klorida sebagai material tambahan dan mengontrol kondisi temperatur dengan baik serta mengatur jumlah katalis, 1% (w/w) H_2SO_4 . Proses ini berhasil terbentuk pada reaksi fase terakhir. Sebuah alternatif adalah asetilasi suatu selulosa dalam pelarut inert seperti toluena menggunakan katalis asam perklorat (Heinze dan Liebert, 2012).



Gambar 4. Pembentukan gugus karbonil (Heinze dan Liebert, 2012)

2. 6. Kegunaan Selulosa Asetat

2.6.1. Membran

Banyak penelitian terbaru yang menggunakan selulosa asetat sebagai *starting material* yang digunakan sebagai membran dan adsorben. Selulosa asetat sebagai membran dibentuk dengan menambahkan suatu atau beberapa aditif polimer yang penting dalam pembentukan pori. Modifikasi membran selulosa asetat yang digunakan dalam proses pertukaran proton dengan menambah polieter sulfon berpotensi sebagai *fuel cells*. *Fuel cells* adalah perangkat elektrokimia. Mereka menawarkan efisiensi listrik yang lebih tinggi ($\geq 40\%$) dibandingkan dengan sistem pembangkit listrik konvensional seperti mesin timbal balik ($\approx 35\%$), generator turbin (30–40) %, fotovoltaiik (6–20) % dan turbin angin ($\approx 25\%$) (Mahapatra dan Singh, 2013; Xu *et al.*, 2018). Modifikasi lainnya selulosa asetat bersumber dari dari selulosa nira kelapa dengan penambahan aditif polietilen glikol sebagai membran ultrafiltrasi dalam pemisahan logam berat seperti logam Hg, Cd, dan Cr serta membran *reverse osmosis* dalam fungsinya untuk desalinasi air laut dengan sistem pompa osmotik (Tonglairoum *et al.*, 2019; Vaulina *et al.*, 2018).

2.6.2. Film

Selulosa asetat umumnya dimanfaatkan sebagai material plastik yang dikembangkan menjadi film kemudian dihasilkan menjadi produk yang dikenal sebagai kemasan makanan. Material ini memiliki kemampuan tambahan untuk tahan terhadap bakteri patogen atau secara sederhana diartikan sebagai antibakteri serta bersifat *biodegradable* (Gouvêa *et al.*, 2015). Selulosa asetat dimodifikasi

menjadi selulosa asetat ftalat dibentuk menjadi *coating material* yang dikombinasikan dengan material film. *Coating* dan *film material* ini diaplikasikan ke bidang farmasi untuk enkapsulasi bakteri probiotik yang memberikan keuntungan agar melindungi mikroorganisme baik dalam tubuh dan juga mengurangi efek negatif yang berdampak pada sistem gastrointestinal, karena komponen ini tidak larut pada kondisi pH di bawah 5 sedangkan larut baik pada kondisi pH di atas 6 (Morales dan Ruiz, 2016).

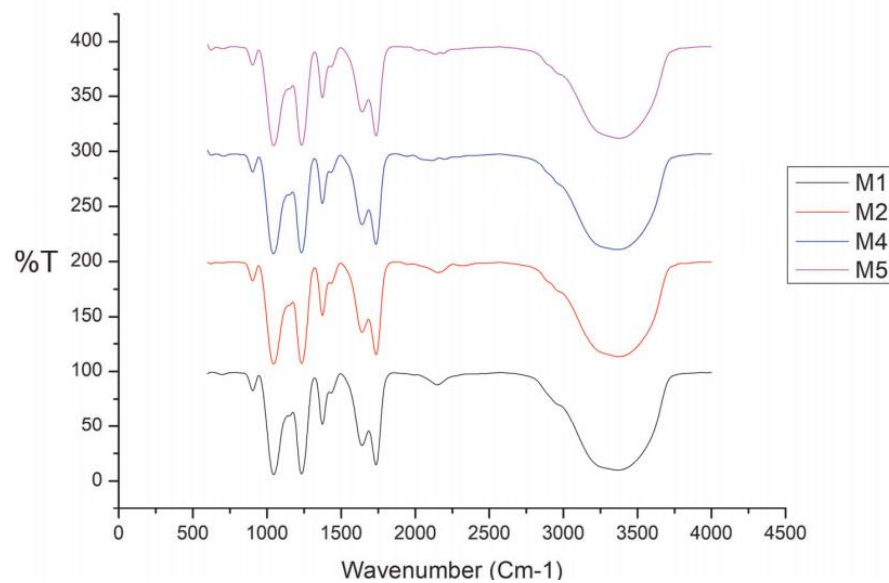
2. 7. Karakterisasi Membran SA/PEG

2.7.1. Spektroskopi *Fourier Transform-Infrared* (FT-IR)

Spektroskopi FT-IR adalah salah satu metode karakterisasi yang menampilkan data absorpsi, emisi, dan fotokonduktivitas dari sampel padatan, cairan, dan gas dalam satu bentuk spektrum IR. Teknik karakterisasi ini digunakan untuk mendeteksi beragam gugus fungsi dalam membran selulosa asetat. Spektrum FT-IR direkam dengan rentang bilangan gelombang berkisar antara 4000 dan 400 cm^{-1} (Sindhu *et al.*, 2015).

Spektroskopi FT-IR mempelajari pengaruh interaksi antara materi dan energi radiasi dalam rentang IR dan mengevaluasi pengaruh ini dengan mengukur penyerapan berbagai frekuensi IR oleh sampel yang terletak di jalur berkas IR. Ketika berkas radiasi infra merah melewati sampel, ia dapat diserap atau ditransmisikan tergantung pada frekuensi dan struktur molekul dalam sampel. Radiasi inframerah mempengaruhi kelompok molekul tertentu, sehingga menghasilkan getaran keadaan tereksitasi pada panjang gelombang tetap. Ketika kuantum energi disediakan, itu akan mengubah perilaku mekanik molekul, dengan demikian mengubah vibrasi dan rotasinya. Penyerapan energi terjadi pada frekuensi yang sesuai dengan vibrasi dari molekul atau gugus kimia yang sesuai. Gugus fungsi yang berbeda menyerap frekuensi karakteristik radiasi infra merah, teknologi ini digunakan untuk identifikasi sampel dan penelitian struktur molekul (Titus *et al.*, 2019).

Semua vibrasi ini memiliki frekuensi gerak alami, yang ditentukan oleh massa atom yang terhubung satu sama lain dan kekuatan ikatannya. Massa yang lebih besar memiliki frekuensi yang lebih rendah, sedangkan ikatan yang lebih kuat memiliki frekuensi yang lebih tinggi. Energi yang terkait dengan transisi rotasi biasanya jauh lebih kecil daripada energi transisi getaran, dan nilai puncaknya kurang dari 300 cm^{-1} . Spektroskopi inframerah berkaitan dengan konversi antara tingkat energi getaran molekul. Oleh karena itu disebut spektroskopi vibrasi. Dalam spektroskopi inframerah, sebagian besar vibrasi terdeteksi untuk sampel biologis (seperti padatan, cairan, atau larutan). Umumnya, untuk perangkat optik NaCl, spektrum vibrasi diukur antara 4.000 dan 650 cm^{-1} ; untuk perangkat optik KBr atau NaBr, spektrum vibrasi diukur antara 4.000 dan 450 cm^{-1} (Alvarez-Ordóñez dan Prieto, 2012).



Gambar 5. Spektrum FTIR membran selulosa asetat dengan variasi penambahan Polietilen Glikol (PEG)(Mulyati *et al.*, 2018)

Gambar 5 menunjukkan analisis FT-IR membran selulosa asetat murni dan membran selulosa asetat termodifikasi, dimana variasi PEG antara 0% dan 10%. Spektrum semua sampel menunjukkan bahwa baik film murni maupun film yang dimodifikasi mengandung hidroksil (O-H). Bilangan gelombang pada kelompok ini adalah $3376\text{-}3377\text{ cm}^{-1}$. Vibrasi tekuk gugus (C-H) sp^3 muncul pada bilangan

gelombang 1374 cm^{-1} . Vibrasi gugus (C-O) muncul pada 1044.90 dan 1233 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1641 cm^{-1} , terlihat bahwa gugus karbonil. Untuk film yang ditambah dengan PEG, muncul puncak kecil pada bilangan gelombang 619.33 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi torsi O-H (Mulyati *et al.*, 2018).

2.5.1. Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM digunakan untuk menggambarkan dan analisis morfologi pada permukaan zat padat. Persiapan sampel relatif mudah, karena sebagian besar sampel SEM hanya perlu konduktif. Kombinasi pembesaran yang lebih tinggi, kedalaman fokus yang lebih besar, resolusi yang lebih besar, dan kemudahan pengamatan sampel menjadikan SEM adalah instrumen penting yang paling banyak digunakan saat ini. SEM menyediakan pembesaran hingga $\times 300.000$ dan memiliki resolusi spasial tinggi kurang dari 2 nm (sebagaimana diukur dengan partikel emas pada karbon). Analisis komposisi suatu bahan juga dapat diperoleh dengan mengamati emisi sinar-X yang dihasilkan oleh interaksi antara elektron dan spesimen. Karakterisasi materi partikulat halus dalam hal ukuran, bentuk, dan distribusi, serta analisis statistik dari parameter ini, dapat dilakukan (Altawell, 2022).

SEM adalah alat yang dapat menghasilkan gambar yang diperbesar yang dapat menampilkan informasi skala mikro tentang ukuran, bentuk, komposisi, kristalografi, dan sifat fisik dan kimia terhadap sampel yang uji. Prinsip kerja dasar SEM melibatkan berkas elektron berenergi tinggi yang dihasilkan terfokus dengan baik melalui emisi sumber elektron. Biasanya energi elektron E_0 dalam berkas ini dipilih dalam kisaran $E_0 = 0,1$ hingga 30 keV . Setelah dipancarkan dari sumber dan diakselerasi menjadi energi tinggi, berkas elektron dimodifikasi oleh bukaan, lensa magnet dan/atau elektrostatik dan kumparan elektromagnetik. Fungsi kumparan elektromagnetik adalah untuk mengurangi diameter berkas elektron secara berurutan dan memindai elektron terfokus dalam raster (x-y). Pola pancaran ditempatkan secara kontinyu pada sampel dalam serangkaian posisi yang jaraknya berdekatan, tetapi terputus-putus secara teratur. Pada masing-masing posisi diskrit ini dalam mode pemindaian, interaksi berkas elektron dengan sampel menghasilkan

dua produk elektron keluaran: (1) Elektron hamburan balik (BSE), yaitu elektron yang keluar dari sampel dengan sebagian besar energi datang. Berkas tetap utuh setelah dihamburkan dan dibelokkan oleh medan listrik atom dalam sampel; (2) Elektron sekunder (SE) adalah elektron yang lepas dari permukaan sampel setelah berkas elektron melepaskannya dari atom dalam sampel (Goldstein *et al.*, 2018).

III. METODE PENELITIAN

3.1. Waktu dan Tempat

Penelitian ini dilaksanakan pada bulan November 2021 sampai dengan April 2022 di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Lampung. Analisis *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan spektroskopi *Fourier Transform-Infrared* (FT-IR) dilakukan di Unit Pelaksanaan Teknis – Lembaga Sentra Inovasi dan Teknologi (UPT-LTSIT) Universitas Lampung.

3.2. Alat dan Bahan

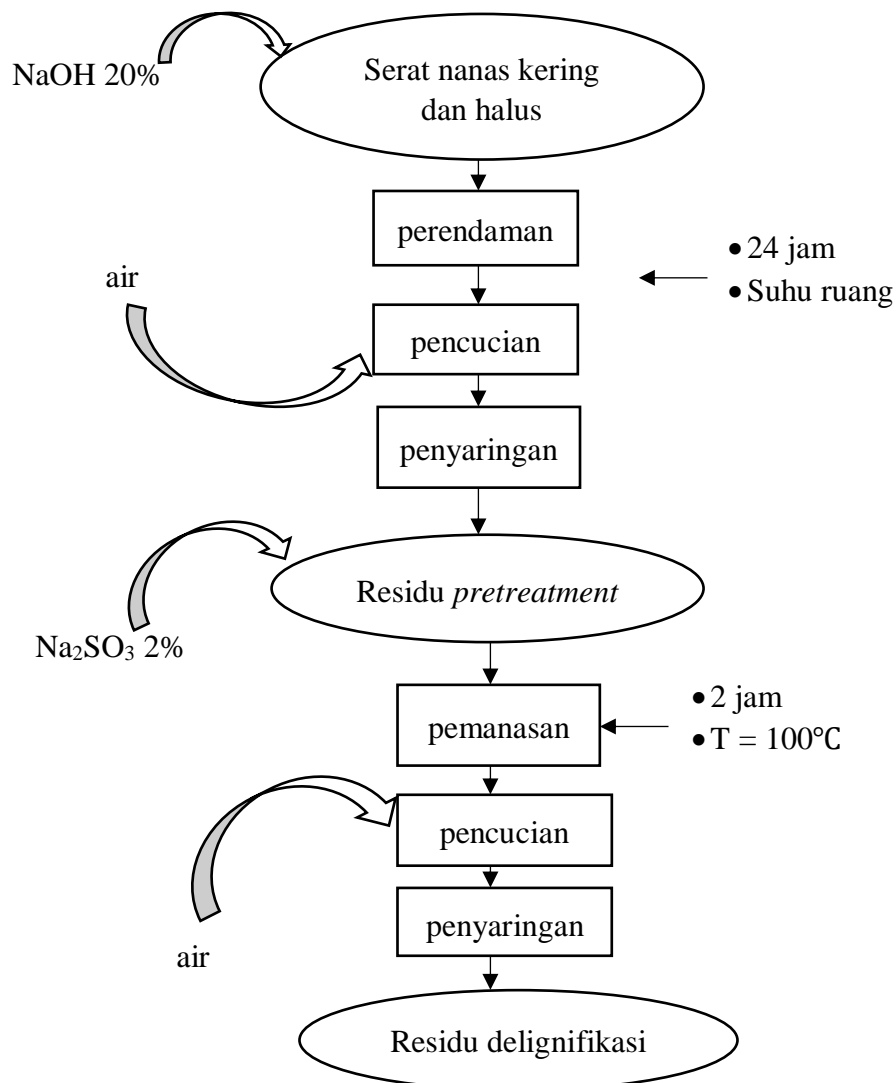
Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain gelas kimia Pyrex (1000 mL; 500 mL; 250 mL), erlenmeyer Pyrex 250 mL, corong kaca Pyrex 7,5 mm, pipet tetes, gelas ukur Pyrex (50 mL; 25 mL; 10 mL), oven, refluks, botol gelap 500 mL, neraca analitik, batang pengaduk, *hotplate-stirrer*, *magnetic stirrer bar*, lemari asam, statif, buret Pyrex 50 mL, plat kaca 5 mm, labu leher tiga, termometer dan wadah plastik.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain selulosa, selulosa asetat dari *Sigma Aldrich*, H₂SO₄ pekat, asam asetat glasial, asetat anhidrida, indikator pH universal, NaOH 0,5 N, HCl 0,5 N, indikator fenolftalein, akuades, etanol 72%, Polietilen Glikol (PEG) 6000, Dimetil Formamida (DMF), dan aseton.

3.3. Prosedur Kerja

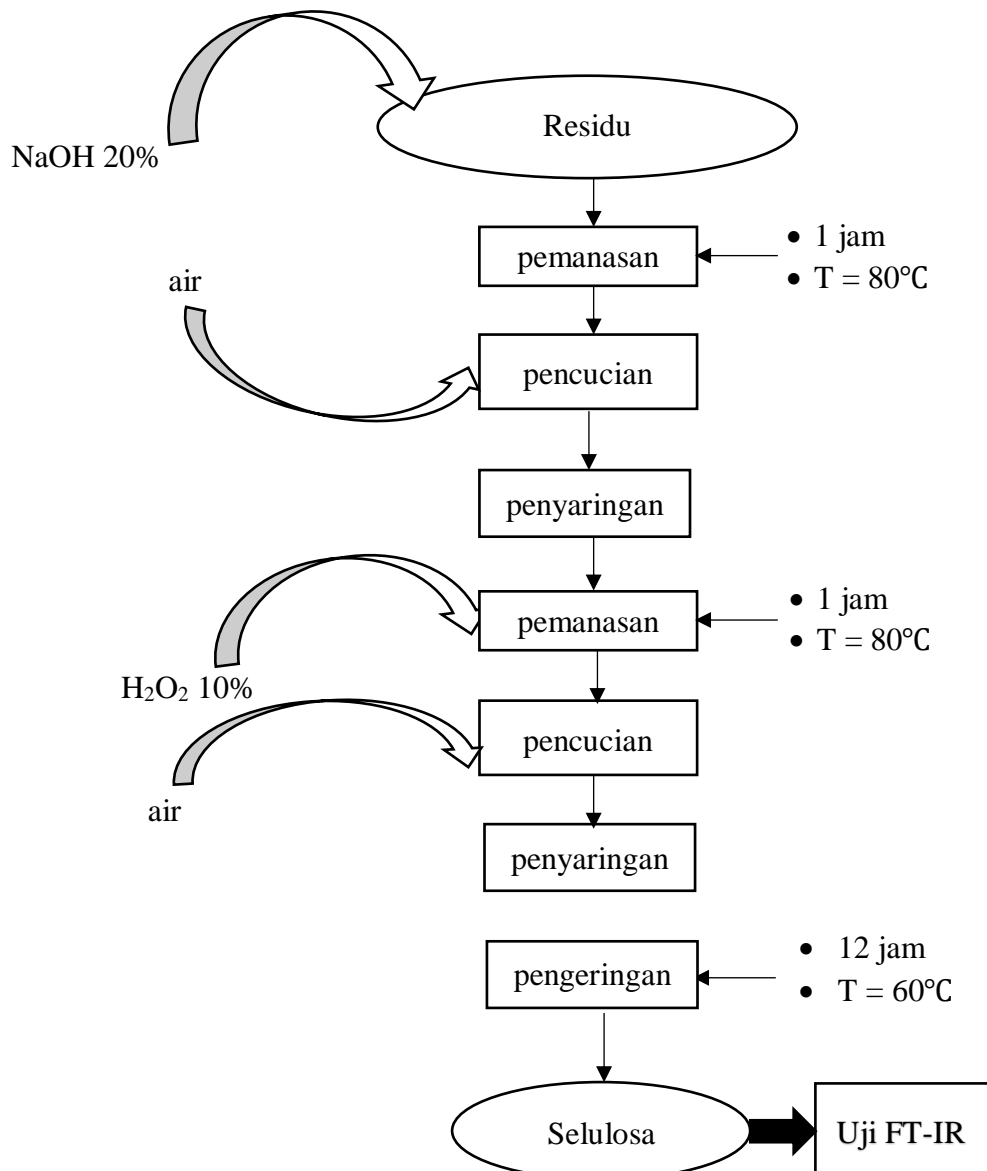
3.3.1. Isolasi Selulosa dari Limbah Bromelin Nanas

Tahap *pretreatment*; 50 g sampel ditambahkan NaOH 20%, dibiarkan selama 24 jam pada suhu ruang, dicuci dengan akuades hingga pH netral, disaring untuk diambil residunya. Tahap delignifikasi; residu pretreatment ditambahkan Na_2SO_3 2% dengan perbandingan 1:15 (w/v), dipanaskan dan diaduk pada suhu 100°C selama 2 jam, dicuci dengan akuades hingga bersih, dan disaring dengan mengambil residunya.



Gambar 6. Diagram isolasi selulosa I

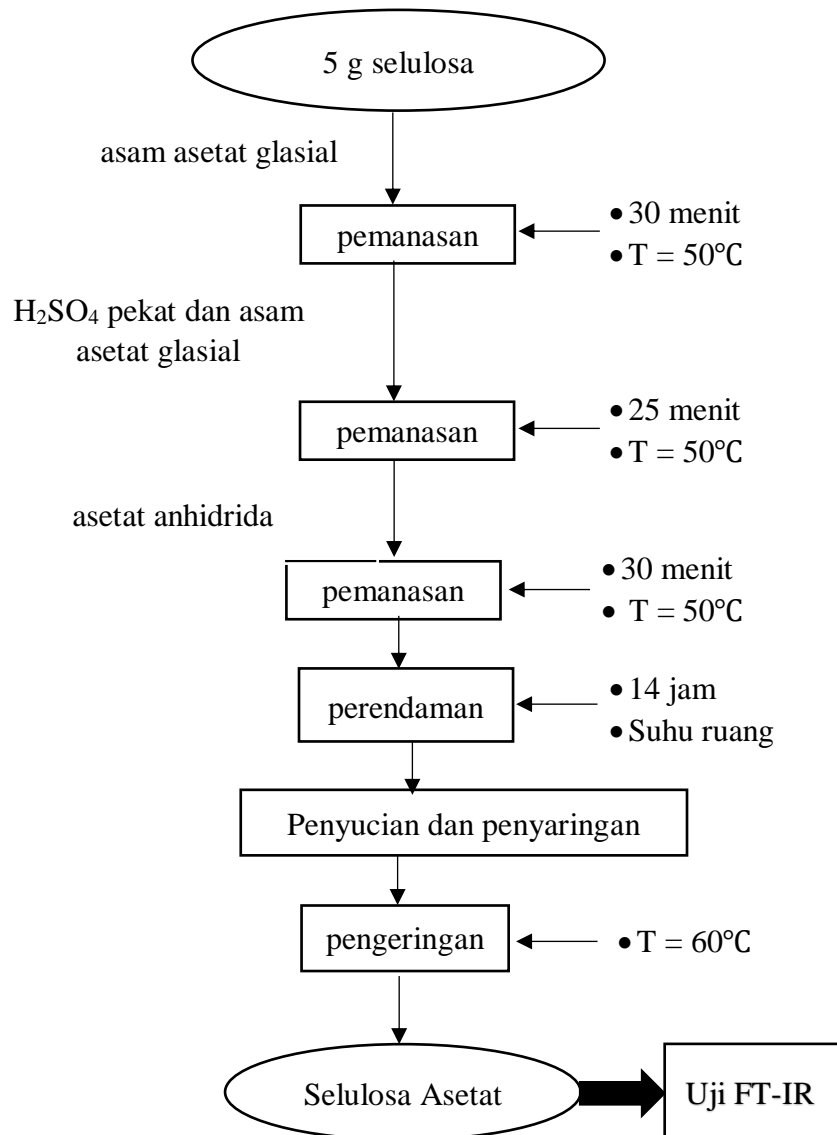
Selanjutnya, residu delignifikasi dimurnikan sebanyak dua kali dengan menambahkan NaOH 20% ke dalam sampel pada suhu 80°C dan diaduk dengan magnetic stirrer selama 1 jam. Hasil dicuci dengan air lalu disaring. Tahap *bleaching*; residu hasil delignifikasi ditambahkan H₂O₂ 10% dengan suhu 60°C dan diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam, dicuci dengan akuades hingga bersih, disaring untuk diambil residu, dan dioven pada suhu 60°C selama 12 jam. Residu hasil *bleaching* ditimbang.



Gambar 7. Diagram isolasi selulosa II

3.3.2. Sintesis Selulosa Asetat (SA)

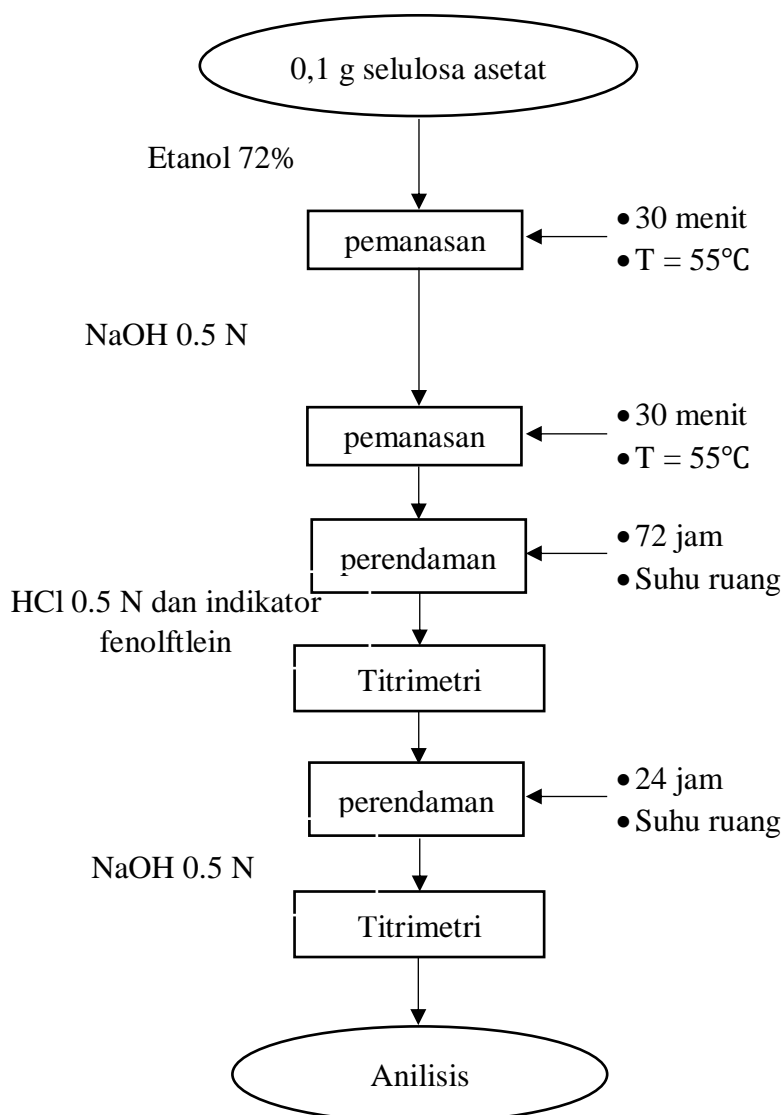
5 g selulosa dan 50 mL asam asetat glasial dimasukkan dalam labu leher tiga pada penangas air suhu 50°C lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 30 menit. 6 tetes H₂SO₄ pekat dan 10 mL asam asetat glasial ditambahkan dan dipanaskan selama 25 menit. Selanjutnya, asetat anhidrida dengan rasio (1:5; 1:10; 1:15) g/mL ditambahkan ke dalam labu leher tiga dan tetap dipanaskan pada 50°C selama 30 menit, kemudian didiamkan selama 14 jam pada suhu ruang. Selulosa asetat dicuci hingga bau asam asetat hilang. Selulosa asetat disaring dan dikeringkan di dalam oven pada 60°C, kemudian ditimbang.



Gambar 8. Diagram sintesis selulosa asetat

3.3.3. Penentuan Kadar Asetil dari Selulosa Asetat

0,1 g selulosa asetat terlebih dahulu dipanaskan dengan 4 mL etanol 72% di dalam erlenmeyer pada 55°C selama 30 menit dalam penangas air. Selulosa asetat dikeluarkan dari penangas air lalu ditambahkan larutan 4 mL NaOH 0,5 N dan dipanaskan kembali dalam penangas air selama 30 menit. Sampel didiamkan selama 72 jam.



Gambar 9. Diagram penentuan kadar asetil

Setelah itu, sampel dititrasi dengan larutan HCl 0,5 N dan indikator fenolftalein. Titrasi dilakukan sampai titik ekuivalen, warna merah muda hilang. Sampel

didiamkan selama 24 jam. Setelah didiamkan selama 24 jam, sampel dititrasi dengan NaOH 0,5 N sampai titik ekuivalen tercapai.

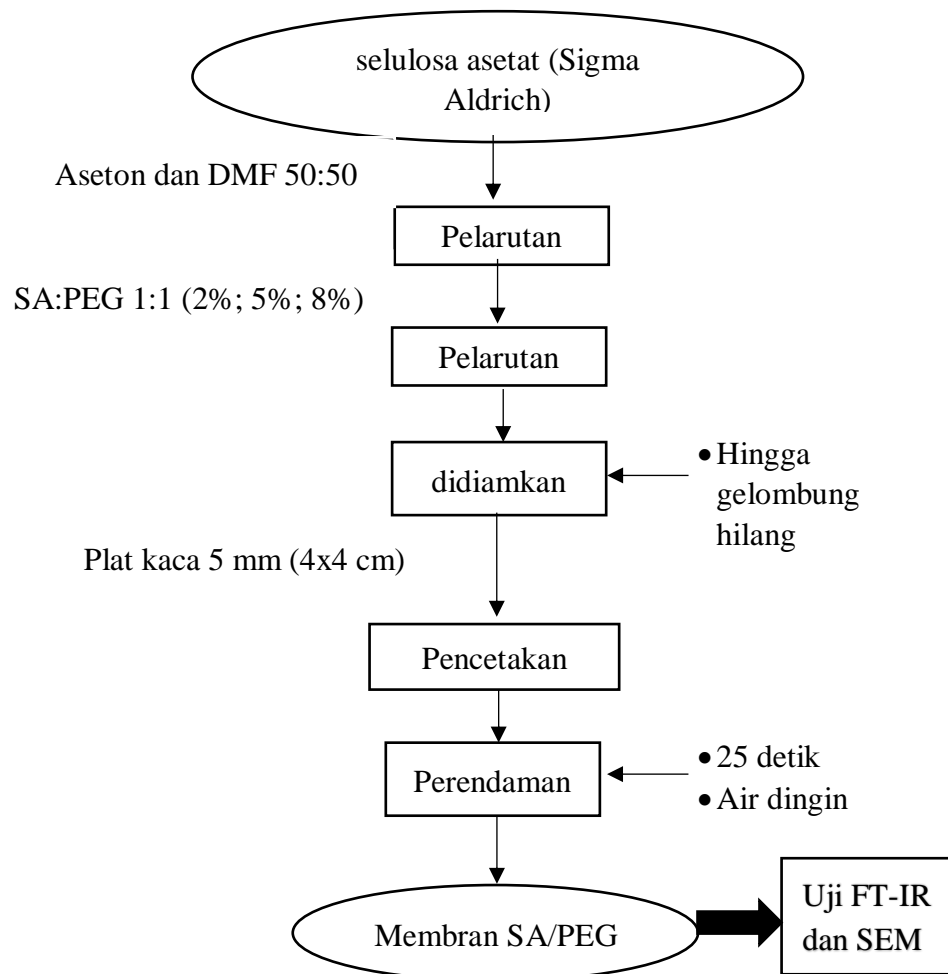
3.3.4. Pembuatan Membran SA/PEG

Membran selulosa asetat disiapkan menggunakan teknik inversi fasa. Polimer SA, zat aditif PEG dengan rasio 1:1 dan pelarut aseton/DMF diaduk pada suhu kamar. Larutan dihomogenkan. Pada Tabel 1 larutan didiamkan beberapa saat tanpa pengadukan untuk menghilangkan gelembung air dalam media larutan. Spesifikasi media pencetakan membran adalah pelat kaca 5 mm berukuran 10x12 cm yang dilapisi selotip hitam hingga dimensi tengah berukuran 5x5 cm.

Tabel 1. Variasi PEG dalam pembuatan membran

Kode	SA (g)	SA:PEG (1:1) (%)	Aseton/DMF (50:50) (mL)
SP1	0.5	2	4,2
SP2	0.5	5	4,2
SP3	0.5	8	4,2

Setelah itu, cara pencetakan dengan teknik inversi fasa yaitu dengan menuangkan larutan *dope* ke atas pelat kaca yang bagian tepinya telah diberi selotip. Selanjutnya batang pengaduk digerakkan ke atas untuk membentuk lapisan tipis pada pelat kaca dan dibiarkan dengan waktu penguapan pelarut selama 25 detik. Pelat kaca dimasukkan ke dalam bak koagulasi yang berisi air dengan suhu koagulan suhu kamar. Membran yang telah dicetak kemudian dibiarkan selama 1 hari dalam air dingin, selanjutnya membran dicuci dengan air yang mengalir untuk menghilangkan kelebihan pelarut.



Gambar 10. Diagram pembuatan membran SA/PEG

3.4. Karakterisasi Membran SA/PEG

3.4.1 Analisis Spektroskopi FT-IR

Analisis membran SA/PEG menggunakan spektrometer FT-IR untuk mengidentifikasi struktur membran SA/PEG. Identifikasi struktur didasarkan pada vibrasi antar ikatan dari struktur membran SA/PEG. Analisis dilakukan dengan mencampurkan membrane SA/PEG dengan KBr dan dianalisis pada bilangan gelombang berkisar antara 4000 dan 650 cm^{-1} .

3.4.2 Analisis *Scanning Electron Microscope* (SEM)

Analisis morfologi membran SA/PEG menggunakan SEM untuk menampilkan gambar yang diperbesar yang dapat menampilkan informasi skala mikro ataupun skala nano tentang ukuran, bentuk, komposisi, kristalografi, dan sifat fisik dan kimia terhadap membrane SA/PEG yang berhasil disintesis. Analisis dengan SEM didasarkan pada berkas elektron berenergi tinggi yang dihasilkan terfokus dengan baik melalui emisi sumber elektron. Biasanya energi elektron E_0 dalam berkas ini dipilih dalam kisaran $E_0 = 0,1$ hingga 30 keV. Pengukuran membran SA/PEG dilakukan pada energi elektron sebesar 10 keV dengan perbesaran 750 dan 10.000 kali.

V. SIMPULAN DAN SARAN

5.1. Simpulan

Adapun simpulan yang diperoleh dalam penelitian ini adalah sebagai berikut.

1. Isolasi selulosa diperoleh padatan putih dengan kadar selulosa sebesar 59,84%.
2. Sintesis selulosa asetat dengan tiga variasi (SA1, SA2, dan SA3), memiliki kadar asetat sebesar 51,2736%, 49,1372%, dan 31,117%. Untuk itu, SA1, SA2, dan SA3, tergolong dalam selulosa triasetat, selulosa triasetat, dan selulosa monoasetat.
3. Intensitas serapan spektroskopi FT-IR pada bilangan gelombang 1729 cm^{-1} untuk selulosa asetat komersial lebih kuat daripada selulosa asetat sintesis.
4. Karakterisasi SEM memberikan struktur pori yang lebih besar pada variasi membran SP1. Sedangkan, membran SP2 dan SP3 memberikan struktur pori yang semakin lebih kecil karena terbentuk penggumpalan pada permukaan membran.
5. Membran SP1, SP2, dan SP3 memiliki persen porositas adalah 51,54%, 68,70%, dan 73,50%. Oleh karena itu, membran SP1 lebih efisien dalam menghilangkan atau memfiltrasi zat terlarut dari suatu fluida.

5.2. Saran

Adapun saran yang diberikan untuk pengembangan studi ini kedepannya adalah

1. Preparasi sampel kering untuk isolasi selulosa, tidak perlu digiling sampai halus sekali.

2. Uji suhu dan waktu optimum dalam melakukan selulosa asetat untuk memperoleh selulosa diasetat yang dapat digunakan sebagai pembuatan membran.
3. Karakterisasi FT-IR dilakukan pada bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} untuk mengamati dengan lebih jelas vibrasi torsional ikatan hidroksi terhadap efek penambahan PEG pada daerah *fingerprint*
4. Karakterisasi *Brunauer-Emmet-Teller (BET) Surface Area*;
5. Melakukan uji fluks dan *salt rejection* serta *permeability* pada membran.

DAFTAR PUSTAKA

- Adie, M. M dan A. Krisnawati. 2013. *Biologi Tanaman Kedelai. Balai Penelitian Tanaman Kacang-Kacangan dan Umbi-Umbian*. Malang.
- Alvarez-Ordóñez, A., and Prieto, M. 2012. *Fourier transform infrared spectroscopy in food microbiology. Fourier Transform Infrared Spectroscopy in Food Microbiology*.
- Arjun, N., Narendar, D., Sunitha, K., Harika, K., and Nagaraj, B. 2016. Development, evaluation, and influence of formulation and process variables on in vitro performance of oral elementary osmotic device of atenolol. *International Journal of Pharmaceutical Investigation*, 6(4), 238.
- Assis, R. Q., Rios, P. D. A., Rios, A. de O., and Olivera, F. C. 2020. Biodegradable packaging of cellulose acetate incorporated with norbixin, lycopene or zeaxanthin. *Industrial Crops and Products*, 147(October 2019), 112212.
- Najib Altawell. 2022. *Introduction to Machine Olfaction Devices: Machine olfaction device nanostructure coating*. Academic Press. United States.
- Bajpai, P. 2018. *Fiber From Recycled Paper and Utilization. Biermann's Handbook of Pulp and Paper*.
- Candido, R. G., and Gonçalves, A. R. 2016. Synthesis of cellulose acetate and

- carboxymethylcellulose from sugarcane straw. *Carbohydrate Polymers*, 152, 679–686.
- Cao, Y., Zhang, J., He, J., Li, H., and Zhang, Y. 2010. Homogeneous acetylation of cellulose at relatively high concentrations in an ionic liquid. *Chinese Journal of Chemical Engineering*, 18(3), 515–522.
- Dalwadi, M. P., Griffiths, I. M., and Bruna, M. 2015. Understanding how porosity gradients can make a better filter using homogenization theory. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Science*, 471(2182), 20150464.
- Das, A. M., Ali, A. A., and Hazarika, M. P. 2014. Synthesis and characterization of cellulose acetate from rice husk: Eco-friendly condition. *Carbohydrate Polymers*, 112, 342–349.
- Fengel, D. dan G. Wegener. 1995. *Kayu, Kimia, Ultrastruktur, Reaksi-reaksi. Edisi 1*: Gajah Mada University Press. Yogyakarta.
- Fonseca, W. T., Santos, R. F., Alves, J. N., Ribeiro, S. D., Takeuchi, R. M., Santos, A. L., Muñoz, R. A. A. 2015. Square-Wave Voltammetry as Analytical Tool for Real-Time Study of Controlled Naproxen Releasing from Cellulose Derivative Materials. *Electroanalysis*, 27(8), 1847–1854.
- Ghalia, M. Abu and Y. Dahman. 2017. *Lignocellulosic Fibre and Biomass-Based Composite Materials: Processing, Properties, and Applications*. Woodhead Publishing Series in Composites Science and Engineering. The United Kingdom.
- Gao, D., and Clark, W. R. 2003. *Chapter 10 Structural and performance characteristics of Hemodialysis membranes*. *Membrane Science and Technology* (Vol. 8). Elsevier Masson SAS. <https://doi.org/10.1016/S0927->

5193(03)80013-X

Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Scott, J. H. J., and Joy, D. C. 2018. *X-ray microscopy and x-ray microanalysis*. Springer (fourth edi).

Goswami, M., and Das, A. M. 2019. Synthesis and characterization of a biodegradable Cellulose acetate-montmorillonite composite for effective adsorption of Eosin Y. *Carbohydrate Polymers*, 206, 863–872.

Gouvêa, D. M., Mendonça, R. C. S., Soto, M. L., and Cruz, R. S. 2015. Acetate cellulose film with bacteriophages for potential antimicrobial use in food packaging. *LWT - Food Science and Technology*, 63(1), 85–91.

Guangyin, Z., and Youcai, Z. 2017. *Harvest of Bioenergy From Sewage Sludge by Anaerobic Digestion. Pollution Control and Resource Recovery*.

Haramkar, S. S., Thombre, G. N., Jadhav, S. V., and Thorat, B. N. 2021. The influence of particle(s) size, shape and distribution on cake filtration mechanics-a short review. *Comptes Rendus Chimie*, 24(2), 255–265.

Heinze, T., and Liebert, T. 2012. Celluloses and Polyoses/Hemicelluloses. In *Polymer Science: A Comprehensive Reference, 10 Volume Set* (Vol. 10, pp. 83–152). Elsevier.

Holtzaple, M. T. 2003. *Hemicelluloses: Encyclopedia of Food Sciences and Nutrition*, 3060–3071. Academic Press. United States.

Ibrahim, S., Riahi, O., Said, S. M., Sabri, M. F. M., and Rozali, S. 2019.

Biopolymers From Crop Plants. *Reference Module in Materials Science and Materials Engineering*, 1–10.

Japonika, H. 2015. Pemisahan dengan Membran Ultrafiltrasi dalam Industri Bioproses. *Journal of Bioengineering*, (December), 0–8.

Judoamidjoyo, M. 1992. *Teknologi Fermentasi*. Raja Wali Press. Jakarta.

Kakroodi, Adel R. and Mohini Sain. 2016. *Lignin in Polymer Composites*. William Andrew. Norwich.

Kang, X., Sun, Y., Li, L., Kong, X., and Yuan, Z. 2018. Improving methane production from anaerobic digestion of Pennisetum Hybrid by alkaline pretreatment. *Bioresource Technology*, 255, 205–212.

Kassim, N. A., Mohamed, A. Z., Zainudin, E. S., Zakaria, S., Azman, S. K. Z., and Abdullah, H. H. 2019. Isolation and characterization of macerated cellulose from pineapple leaf. *BioResources*, 14(1), 1198–1209.

Kaur, G., Grewal, J., Jyoti, K., Jain, U. K., Chandra, R., and Madan, J. 2018. Oral controlled and sustained drug delivery systems: Concepts, advances, preclinical, and clinical status. In *Drug Targeting and Stimuli Sensitive Drug Delivery Systems* (pp. 567–626). Elsevier.

Mahapatra, M. K., and Singh, P. 2013. *Fuel Cells. Energy Conversion Technology. Future Energy: Improved, Sustainable and Clean Options for our Planet*.

Makowka, A., and Pospiech, B. 2019. Synthesis of Polymer Inclusion Membranes based on Cellulose Triacetate for Recovery of Lanthanum(III) from Aqueous Solutions. *Autex Research Journal*, 19(3), 288–292.

- Morales, M. E., and Ruiz, M. A. 2016. *Microencapsulation of probiotic cells: applications in nutraceutic and food industry. Nutraceuticals*. Elsevier Inc.
- Mulyati, S., Aprilia, S., Safiah, Syawaliah, Armando, M. A., and Mawardi, H. 2018. The effect of poly ethylene glycol additive on the characteristics and performance of cellulose acetate ultrafiltration membrane for removal of Cr(III) from aqueous solution. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 352(1).
- Nurkhamidah, S., Devi, B. C., Febriansyah, B. A., Ramadhani, A., Nyamiati, R. D., Rahmawati, Y., and Chafidz, A. 2020. Characteristics of Cellulose Acetate/Polyethylene Glycol membrane with the addition of Graphene Oxide by using surface coating method. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 732(1).
- Purkait, M. K., Sinha, M. K., Mondal, P., and Singh, R. 2018. Introduction to Membranes. In *Interface Science and Technology* (Vol. 25, pp. 1–37). Elsevier B.V.
- Riaz, Q. U. A., and Masud, T. 2013. Recent Trends and Applications of Encapsulating Materials for Probiotic Stability. *Critical Reviews in Food Science and Nutrition*, 53(3), 231–244.
- Rusdianto, A. S., Amilia, W., and Sinta, V. J. D. 2021. The Optimization Of Cellulose Content In Tobacco Stems (*Nicotiana tabaccum L.*) With Acid Extraction Method And Alkaline Extraction Method. *International Journal on Food, Agriculture and Natural Resources*, 2(2), 13–19.
- Sánchez-Márquez, J. A., Fuentes-Ramírez, R., Cano-Rodríguez, I., Gamiño-

- Arroyo, Z., Rubio-Rosas, E., Kenny, J. M., and Rescignano, N. 2015. Membrane made of cellulose acetate with polyacrylic acid reinforced with carbon nanotubes and its applicability for chromium removal. *International Journal of Polymer Science*, 2015.
- Sindhu, R., Binod, P., and Pandey, A. 2015. *Microbial Poly-3-Hydroxybutyrate and Related Copolymers. Industrial Biorefineries and White Biotechnology*. Elsevier B.V.
- Sindhu, R., Pandey, A., and Binod, P. 2015. Alkaline Treatment. *Pretreatment of Biomass: Processes and Technologies*, 51–60.
- Sundararajan, S., Samui, A. B., and Kulkarni, P. S. 2017. Shape-stabilized poly(ethylene glycol) (PEG)-cellulose acetate blend preparation with superior PEG loading via microwave-assisted blending. *Solar Energy*, 144, 32–39.
- Taufikurahman, T., and Delimanto, W. O. 2020. A Comparison of Alkali and Biological Pretreatment Methods in Napier Grass (*Pennisetum purpureum* Scumach.) for Reducing Lignin Content in the Bioethanol Production Process. *3BIO: Journal of Biological Science, Technology and Management*, 2(1), 31.
- Titus, D., James Jebaseelan Samuel, E., and Roopan, S. M. 2019. Nanoparticle characterization techniques. In *Green Synthesis, Characterization and Applications of Nanoparticles* (pp. 303–319). Elsevier.
- Tonglairoum, P., Pitaktunskul, B., Ngawhirunpat, T., Akkaramongkolporn, P., Opanasopit, P., and Nattapulwat, N. 2019. Effect of polyethylene glycol on cellulose acetate films designed for controlled porosity osmotic pump systems. *Indian Journal of Pharmaceutical Sciences*, 81(1), 117–123.
- Tropea, A., Wilson, D., Torre, L. G. La, Curto, R. B. Lo, Saugman, P., Troy-Davies,

- P., Waldron, K. W. 2014. Bioethanol Production From Pineapple Wastes. *Journal of Food Research*, 3(4), 60.
- Vaulina, E., Widyaningsih, S., Kartika, D., and Romdoni, M. P. 2018. The Effect of Cellulose Acetate Concentration from Coconut Nira on Ultrafiltration Membrane Characters. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 349(1).
- Viikari, L., Suurnäkki, A., Grönqvist, S., Raaska, L., and Ragauskas, A. 2009. Forest Products: Biotechnology in Pulp and Paper Processing. *Encyclopedia of Microbiology*, 80–94.
- Wahyuningsih, K., Iriani, E. S., and Fahma, F. 2016. Utilization of cellulose from pineapple leaf fibers as nanofiller in polyvinyl alcohol-based film. *Indonesian Journal of Chemistry*, 16(2), 181–189.
- Wyman, C.E., Dale, B.E., Elander, Rt., Holtzapple, M., Ladisch, M.R. dan Lee, Y.Y. 2005. Coordinated development of leading biomass pretreatment technologies”, *Bioresource Technology*. 96: 1959-1966.
- Xu, X., Li, R., Tang, C., Wang, H., Zhuang, X., Liu, Y., Shi, L. 2018. Cellulose nanofiber-embedded sulfonated poly (ether sulfone) membranes for proton exchange membrane fuel cells. *Carbohydrate Polymers*, 184, 299–306.
- Yuwono, S. D., Iryani, D. A., Gusti, C., Suharto, Buhani, and Suharso. 2019. Production of acetyl cellulose from agricultural waste of oil palm empty fruit bunches. *Asian Journal of Chemistry*, 31(12), 2725–2728.
- Zhou, J., Chen, J., He, M., and Yao, J. 2016. Cellulose acetate ultrafiltration membranes reinforced by cellulose nanocrystals: Preparation and characterization. *Journal of Applied Polymer Science*, 133(39), 1–7.