

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ISOLASI DAN KARAKTERISASI α -SELULOSA DARI
TUMBUHAN ALANG-ALANG (*Imperata cylindrical*) SEBAGAI
BAHAN MIKROFILTER**

**Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh
derajat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) di
Program D III Analisis Kimia**



Disusun oleh:

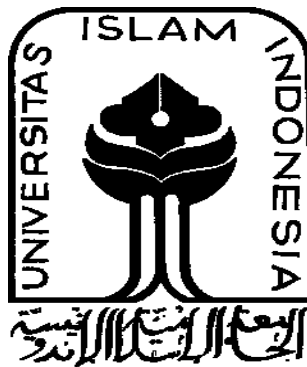
**Imas Siti Nurhamidah
NIM: 17231016**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ISOLASI DAN KARAKTERISASI α -SELULOSA DARI
TUMBUHAN ALANG-ALANG (*Imperata cylindrical*) SEBAGAI
BAHAN MIKROFILTER**

**ISOLATION AND CHARACTERIZATION OF α -CELLULOSE
OF THE PLANTS OF THE REEDS (*Imperata cylindrical*) AS
THE MATERIALS MICROFILTER**



Disusun oleh:

**Imas Siti Nurhamidah
NIM: 17231016**

**PROGRAM STUDI DIPLOMA III ANALISIS KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU ENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS ISLAM INDONESIA
YOGYAKARTA
2020**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ISOLASI DAN KARAKTERISASI α -SELULOSA DARI
TUMBUHAN ALANG-ALANG (*Imperata cylindrical*) SEBAGAI
BAHAN MIKROFILTER**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Imas Siti Nurhamidah

NIM: 17231016

Telah disetujui oleh Dosen Pembimbing Tugas Akhir Program Studi D III
Analisis Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia
pada tanggal 13 Agustus 2020

Menyetujui,

Ketua Program Studi



**Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.
NIK. 132311102**

Pembimbing



**Kuntari, S.Si., M.Sc.
NIK. 162310401**

HALAMAN PENGESAHAN

LAPORAN TUGAS AKHIR

**ISOLASI DAN KARAKTERISASI α -SELULOSA DARI
TUMBUHAN ALANG-ALANG (*Imperata cylindrical*) SEBAGAI
BAHAN MIKROFILTER**

Dipersiapkan dan disusun oleh:

Imas Siti Nurhamidah

NIM: 17231016

Telah dipertahankan di depan Tim Penguji pada tanggal 13 Agustus 2020

Susunan Tim Penguji

Pembimbing/Penguji



Kuntari, S.Si., M.Sc.

NIK. 162310401

Penguji I



Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si.

NIK. 132311102

Penguji II



Muhaimin, S.Si., M.Sc.

NIK. 156141305

**Mengetahui,
Dekan Fakultas MIPA UII**



Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D.

NIK. 006120101

PERNYATAAN

Saya menyatakan bahwa Laporan Tugas Akhir ini tidak terdapat bagian yang pernah digunakan untuk memperoleh gelar Ahli Madya atau gelar lainnya di suatu Perguruan Tinggi dan sepengetahuan saya tidak terdapat bagian yang pernah ditulis dan diterbitkan orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka. Saya memperbolehkan sebagian pengutipan karya ini sebagai materi praktikum setelah penerbitan karya ini.

Yogyakarta, 26 September 2020
Penyusun,



(Imas Siti Nurhamidah)

MOTTO

Allah ﷻ berfirman dalam Al-Quran:

*“Barangsiapa yang bertaqwa kepada Allah niscaya
Dia akan mengadakan jalan keluar baginya. Dan
memberi-nya rizki dari arah yang tiada disangka-
sangkanya.”*

QS. At Talaq: 2-3

Rasulullah ﷺ bersabda:

*“Sebaik-baik manusia adalah yang paling bermanfaat
bagi manusia.”*

(HR. Ahmad, ath-Thabrani, ad-Daruqutni)

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahilladzi bini'matihii tatimmu ash-shaalihat

Segala puji dan syukur hanyalah bagi Allah ﷻ yang Maha Pengasih dan Maha Pemurah kepada hambaNya atas limpahan nikmat Iman, Islam dan hidayah taufiqNya sehingga saya diberikan kesempatan untuk menimba ilmu di Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII, sebagai salah satu ladang ilmu dan bakti saya kepada kedua orangtua. *Alhamdulillah*, saya dapat menyelesaikan penyusunan tugas akhir dengan semaksimal yang saya mampu. *Biidznillah*.

Keluarga yang saya cintai karena Allah ﷻ

Terima kasih teruntuk Bapak yang selalu berusaha memberikan yang terbaik, yang selalu berusaha menjadi ayah terbaik dengan ketegaran dan keberaniannya, dan yang selalu berusaha membimbing keluarga untuk tetap teguh di atas Islam. Terima kasih teruntuk Mamah yang telah menjadi pendidik pertama dan utama, penuh kesabaran dan tak hentinya memanjatkan do'a pada Allah ﷻ untuk kebaikan dunia dan akhirat putra-putrinya. Mereka yang selalu berusaha menjadi orangtua yang terbaik untuk buah hatinya. Mereka adalah harta paling berharga dalam hidupku. Terima kasih kepada ketiga adikku Ali, Imam, dan Akbar yang telah banyak memberikan peran dalam hidupku untuk menjadi seorang kakak yang baik untuk kalian. Terima kasih teruntuk nenek, paman, uwa, bibi dan tetangga yang banyak memberikan dukungan, semangat, dan nasihat kepada saya. Semoga Allah ﷻ kumpulkan kita kembali di surgaNya sebagaimana Allah ﷻ telah mengumpulkan kita di dunia. *Aamiin YaaAllah*.

Dosen, Staff dan Laboran Program Studi DIII Analisis Kimia UII yang saya cintai karena Allah

Terima kasih yang sebesar-besarnya saya ucapkan kepada seluruh Dosen, Staff dan Laboran program DIII Analisis Kimia FMIPA UII yang banyak memberikan ilmu, adab, dan kebaikan kepada saya sehingga saya banyak mengambil banyak pelajaran dari apa yang kalian sampaikan. Semoga Allah ﷻ membalas kebaikan kalian semua. *Aamiin YaaAllah*.

Tim Program Kreativitas Mahasiswa bidang Penelitian 2019, dan seluruh pihak yang membantu selama penelitian

Terima kasih kepada Tim Program Kreatifitas Mahasiswa bidang Penelitian, kepada Ibu Kuntari, S.Si., M.Sc., selaku dosen pembimbing dan Nofa Armelia Sari dan Syahla Alimah Mulyana selaku anggota penelitian yang banyak memberikan bantuan pemikiran, tenaga, nasihat, motivasi, kasih sayang, dan kekompakan untuk

menyelesaikan penelitian Tugas Akhir, dan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah banyak membantu saya selama penelitian Tugas Akhir sampai selesai.

Teman-Teman seperjuangan Analisis Kimia Angkatan 2017

Terima kasih kepada teman-teman seperjuanganku yang saling memberikan motivasi dan saling membantu selama 3 tahun ini. Semoga Allah ﷻ menjadikan pertemanan ini pertemanan yang erat hingga ke surgaNya Allah. *Aamiin YaaAllah.*

Vika Nurjinan, Rini Rahayu, Mba Yerika dan Mba Astin serta seluruh pihak yang membantu dalam penyusunan Tugas Akhir

Terima kasih saya ucapkan teman seperjuangan saya, Vika Nurjinan banyak memberikan motivasi juga arahan untuk tetap semangat, kepada Rini Rahayu yang telah membantu saya dalam pengurusan alat laboratorium, kepada mba Yerika (Kimia, 2016) yang selalu memberikan nasihat untuk menyelesaikan amanah ini sekaligus memberikan masukan terkait jurnal-jurnal untuk menunjang terselesaikannya penyusunan Tugas Akhir, dan kepada mba Astin (Analisis Kimia, 2016) yang telah memberikan arahan, masukan, dan motivasi terkait penyusunan Tugas Akhir, serta terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu saya untuk terselesaikannya Tugas Akhir ini. Mohon maaf saya tidak bisa menyebutkannya satu-persatu. Semoga Allah ﷻ membalas kebaikan kalian semua. *Aamiin Allahumma Aamiin.*

KATA PENGANTAR

Bismillahirrahmaanirrahiim

Assalaamu'alaikum warahmatullahi wabarakaatuh

Segala puji hanyalah bagi Allah ﷻ yang telah memberikan nikmat Iman, Islam, dan hidayah taufiq-Nya. Shalawat dan salam semoga tercurahkan kepada Nabi kita, Muhammad ﷺ, para keluarga dan para sahabat beliau semuanya. Aamiin. Atas ijin Allah ﷻ dan atas pertolongan Allah ﷻ pula penulis dapat menyelesaikan Laporan Tugas Akhir yang berkaitan dengan “Isolasi dan Karakterisasi α -Selulosa dari Alang-alang (*Imperata cylindrica*) sebagai Bahan Mikrofilter.”

Laporan Tugas Akhir disusun sebagai salah satu syarat untuk menyelesaikan pendidikan tingkat Ahli Madya Sains (A.Md.Si) pada Program Studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia (UII) Yogyakarta. Selama proses penyusunan ini penulis menyadari bahwa tanpa bimbingan dari berbagai pihak yang tentunya semua itu adalah atas ijin dari Allah ﷻ dari masa perkuliahan sampai pada penyusunan Laporan Tugas Akhir ini sulit bagi penulis untuk menyelesaikannya. Oleh karena itu, pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Prof. Riyanto, S.Pd., M.Si., Ph.D. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
2. Tri Esti Purbaningtias, S.Si., M.Si. selaku Ketua Program studi DIII Analisis Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Islam Indonesia.
3. Yuli Rohyami, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Akademik.
4. Kuntari, S.Si., M.Sc. selaku Dosen Pembimbing Praktik Kerja Lapangan dan Tugas Akhir yang banyak memberikan nasihat, bimbingan, saran, dan semangat untuk menyelesaikan amanah ini.
5. Seluruh Dosen dan Staff Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII yang telah memberikan ilmu dan bantuan perihal akademik selama perkuliahan.
6. Laboran Program Studi DIII Analisis Kimia FMIPA UII yang banyak memberikan bantuan selama proses penelitian Tugas Akhir berlangsung.
7. Tim Program Kreativitas Mahasiswa bidang penelitian 2019 Nofa Armelia Sari dan Syahla Alimah Mulyana yang memiliki andil besar selama penelitian Tugas Akhir.

8. Seluruh pihak yang telah memberikan dukungan dalam bentuk nasihat dan motivasi dalam penyusunan Tugas Akhir yang tidak bisa penulis sebutkan satu persatu.

Semoga Allah ﷻ membalas kalian semua dengan kebaikan. *Aamiin Yaa Rabbal 'Aalamiin.*

Tak ada gading yang tak retak, begitulah pepatah mengatakan. Penulis menyadari bahwa laporan ini masih jauh dari kata sempurna. Penulis sangat membutuhkan kritik dan saran yang membangun untuk hasil laporan Tugas Akhir yang lebih baik di waktu mendatang. Semoga laporan ini dapat memberikan manfaat khususnya bagi penulis, umumnya bagi semuanya.

Wa billahi taufiq wal-hidayah,

Wassalamu 'alaikum warahmatullahi wabarakatuh

Yogyakarta, September 2020

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL.....	i
HALAMAN PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
MOTTO	v
HALAMAN PERSEMBAHAN	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR	xii
DAFTAR TABEL.....	xiii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiv
INTISARI.....	xv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Tujuan	2
1.4 Manfaat	3
BAB II DASAR TEORI	4
2.1 Alang-alang (<i>Imperata cylindrica</i>).....	4
2.2 Selulosa.....	6
2.3 Maserasi	8
2.4 Analisis Titrimetri Reaksi Reduksi-Oksidasi.....	9
2.5 Ketidakpastian Pengukuran	10
2.6 Asetosolv.....	11
2.7 Spektrofotometer FTIR (<i>Fourier Transform InfraRed</i>).....	11
2.8 Analisis SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>).....	14
BAB III METODOLOGI.....	16
3.1 Bahan	16
3.2 Alat.....	16
3.3 Cara Kerja.....	16

3.3.1	Pembuatan larutan NaOH 17,5 %	16
3.3.2	Pembuatan larutan standar $K_2Cr_2O_7$ 0,5 N.....	16
3.3.3	Pembuatan larutan $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ 0,1 N.....	16
3.3.4	Standardisasi larutan $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ 0,1 N	17
3.3.5	Persiapan contoh uji	17
3.3.6	Proses maserasi untuk isolasi α -selulosa.....	17
3.3.7	Penentuan kadar air (SNI 08-7070-2005)	18
3.3.8	Penentuan α -selulosa (SNI 0444:2009).....	18
3.3.9	Proses aetosolv	20
3.3.10	Karakterisasi dengan FTIR	20
3.3.11	Preparasi serat sebagai bahan mikrofilter	20
3.3.12	Karakterisasi dengan SEM.....	21
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN		22
4.1	Penentuan Kadar α -Selulosa	22
4.1.1	Persiapan contoh uji	22
4.1.2	Maserasi contoh uji	22
4.1.3	Kadar air.....	24
4.1.4	Penentuan α -selulosa menggunakan metode SNI 0444:2009 ...	24
4.2	Karakterisasi α -selulosa	30
4.2.1	Karakterisasi α -selulosa menggunakan FT-IR.....	30
4.2.2	Pembuatan serat sebagai bahan mikrofilter.....	33
4.2.3	Karakterisasi bahan mikrofilter menggunakan SEM	33
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		35
5.1	Kesimpulan	35
5.2	Saran	35
DAFTAR PUSTAKA		36
LAMPIRAN.....		39

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Alang-alang (<i>Imperata cylindrica</i>).....	5
Gambar 2.2 Struktur Lignoselulosa	6
Gambar 2.3 Struktur α -Selulosa.....	7
Gambar 2.4 Struktur β -Selulosa.....	7
Gambar 2.5 Proses Maserasi Contoh Uji	9
Gambar 2.6 Mekanisme Kerja Spektrofotometer ATR-FTIR	14
Gambar 2.7 Skema Alat SEM (<i>Scanning Electron Microscope</i>).....	15
Gambar 4.1 Perendaman Sampel dengan Pelarut NaOH 17,5%	22
Gambar 4.2 Proses Degradasi Lignoselulosa oleh NaOH	23
Gambar 4.3 Hasil Proses Maserasi.....	23
Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Konsentrasi α -Selulosa	28
Gambar 4.5 Sampel α -Selulosa dalam Bentuk Serbuk	31
Gambar 4.6 Spektrum IR Sampel α -Selulosa	32
Gambar 4.7 Karakterisasi Menggunakan SEM dengan (a) pembesaran 500 kali (b) pembesaran 1500 kali	34

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Kedudukan Taksonomi Tumbuhan Alang-Alang	4
Tabel 2.2 Kandungan Kimia pada Tanaman Alang-alang	5
Tabel 2.4 Contoh Gugus Fungsi dari Beberapa Daerah Serapan.....	13
Tabel 4.1 Hasil Kadar α -Selulosa dengan Metode SNI 0444:2009	26
Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Presisi	27
Tabel 4.3 Hasil Estimasi Ketidakpastian Pengukuran α -Selulosa	29
Tabel 4.4 Penyumbang Ketidakpastian Pengukuran.....	30

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1 Pembuatan Reagen	39
Lampiran 2 Penentuan Rendemen dan Kadar Air.....	41
Lampiran 3 Penentuan Konsentrasi α -Selulosa dalam Alang-alang (<i>Imperata cylindica</i>).....	42
Lampiran 4 Parameter Pengujian	43

ISOLASI DAN KARAKTERISASI α -SELULOSA DARI TUMBUHAN ALANG-ALANG (*Imperata cylindrical*) SEBAGAI BAHAN MIKROFILTER

Imas Siti Nurhamidah

Program Diploma III Analisis Kimia FMIPA Universitas Islam Indonesia Jl.

Kaliurang Km 14,5 Yogyakarta

Email: 17231016@students.uii.ac.id

INTISARI

Telah dilakukan isolasi dan karakterisasi α -selulosa dari tumbuhan alang-alang sebagai bahan mikrofilter. Tujuan penelitian ini adalah melakukan isolasi dan karakterisasi α -selulosa tumbuhan alang-alang. Metode isolasi α -selulosa dilakukan dengan cara maserasi menggunakan pelarut NaOH 17,5%. Penentuan kadar α -selulosa menggunakan metode titrimetri berdasarkan SNI 0444:2009. Karakterisasi α -selulosa sebagai bahan mikrofilter dilakukan menggunakan FT-IR (*Fourier Transform-InfraRed*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Analisis FT-IR dilakukan untuk mengkarakterisasi sampel hasil proses asetosolv dan analisis SEM dilakukan untuk mengkarakterisasi bahan mikrofilter. Karakterisasi α -selulosa dengan FT-IR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsional yang terkandung dalam sampel dan karakterisasi SEM bertujuan untuk mengetahui keberadaan morfologi selulosa yang terkandung dalam sampel sebagai bahan mikrofilter. Hasil penentuan kadar α -selulosa menggunakan metode titrimetri yaitu $38,83 \pm 0,76$ %, hasil karakterisasi α -selulosa menggunakan FT-IR menunjukkan bahwa sampel mengandung α -selulosa ditandai dengan hasil spektrum yang mengalami peningkatan intensitas gugus fungsi sehingga adanya ikatan gugus karbonil pada bilangan gelombang 1633 cm^{-1} , dan hasil karakterisasi α -selulosa sebagai bahan mikrofilter menggunakan SEM diperoleh diameter sebesar $0,4868 \text{ }\mu\text{m}$ yang menunjukkan bahwa terdapat morfologi serat α -selulosa pada sampel alang-alang dengan ukuran mikro.

Kata kunci: α -selulosa, Alang-alang, Mikrofilter, Isolasi, Karakterisasi

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Alang-alang (*Imperata cylindrica*) merupakan tumbuhan rumput menahun yang banyak ditemukan di lahan non-produktif. Persebaran alang-alang dapat di temukan di beberapa negara, seperti India, Asia Timur, Asia Tenggara, Mikronesia, Australia, Asia Utara, Eropa, Afrika, dan Amerika. Namun, keberadaan alang-alang kerap dianggap sebagai gulma dan belum dapat dimanfaatkan secara maksimal (Wibisono dkk, 2011).

Pemanfaatan alang-alang sampai saat ini hanya terbatas pada perannya sebagai pembuatan bahan baku obat-obatan, kertas, dan pupuk. Kandungan kimia yang terdapat pada tanaman alang-alang adalah bahan lignoselulosa. Salah satu bahan lignoselulosa yang banyak menarik perhatian untuk diteliti adalah selulosa karena memiliki persentase yang tinggi yaitu berkisar 35-50% sedangkan sisanya adalah hemiselulosa dan lignin. Selulosa merupakan senyawa dengan rumus kimia $(C_6H_{10}O_5)_n$ yang tersusun dari unit-unit anhidroglukopiranos. Polimer selulosa ini tersambung dengan ikatan β -1,4-glikosidik kemudian membentuk suatu rantai makromolekul tidak bercabang (Zugenmaier, 2008).

Selulosa telah dimanfaatkan dalam beberapa penelitian di beberapa bidang. Wibisono (2011) memanfaatkan selulosa sebagai bahan baku pulp dari ekstrak alang-alang (*Imperata cylindrica*). Sutiya (2012) menganalisis kandungan kimia alang-alang sebagai bahan baku pembuatan pulp dan kertas. Jalaluddin (2014) mengembangkan selulosa dengan variasi waktu perebusan dan konsentrasi pelarut sebagai bahan pembuatan pulp dari ilalang. Nasution (2018) memanfaatkan selulosa sebagai bahan baku pembuatan tablet efervesen dari ekstrak alang-alang (*Imperata cylindrica*). Selain itu, selulosa dari alang-alang (*Imperata cylindrica*) juga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan papan serat dengan menggunakan tepung tapioka sebagai perekatnya (Atika, 2018).

Pemanfaatan selulosa pada tanaman alang-alang selama ini hanya sebatas pada penggunaan pulp, papan serat, obat, dan lain-lain. Sementara penggunaan α -

selulosa pada tanaman alang-alang sebagai bahan mikrofilter belum ada. Namun pemanfaatan bahan mikrofilter dari berbagai bidang sudah dilakukan oleh beberapa peneliti. Akbar (2010) menggunakan bahan mikrofilter sebagai fungsi membran untuk instalasi pengolahan air berbasis zeolit. Bahan mikrofilter merupakan bahan yang dapat melakukan pemisahan partikel berukuran mikron (Akbar, 2010). Bahan mikrofilter memiliki tingkat efisiensi yang besar sebagai penyaring suatu partikel (Kusworo, dkk. 2010). Selain itu, bahan mikrofilter juga dimanfaatkan sebagai penyaring logam berat Fe pada limbah batik melalui proses sintesis membran selulosa asetat (Harianingsih, dkk. 2018).

Oleh karena itu, dalam penelitian ini dilakukan isolasi dan karakterisasi α -selulosa dari alang-alang sebagai bahan mikrofilter. Proses isolasi α -selulosa dilakukan dengan mensintesis selulosa asetat, sedangkan karakterisasi α -selulosa dilakukan dengan menggunakan instrumen FT-IR (*Fourier Transform InfraRed*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*). Tujuannya adalah untuk memanfaatkan α -selulosa dari bahan dasar alang-alang guna mendapatkan bahan mikrofilter sehingga dapat digunakan sebagai salah satu media filter.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian tersebut, dapat dijabarkan rumusan masalah sebagai berikut:

1. Berapa kadar α -selulosa sampel alang-alang (*Imperata cylindrica*) yang dianalisis secara titrimetri?
2. Bagaimana hasil karakterisasi α -selulosa pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) dengan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) dan karakterisaasi bahan mikrofilter dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*)?

1.3 Tujuan

Tujuan yang ingin dicapai melalui penelitian ini yaitu:

1. Menentukan kadar α -selulosa sampel alang-alang (*Imperata cylindrica*) yang dianalisis secara titrimetri.

2. Menentukan hasil karakterisasi α -selulosa pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) dengan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) dan karakterisasi bahan mikrofilter dengan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

1.4 Manfaat

Manfaat yang didapatkan dari penelitian ini adalah:

1. Bagi mahasiswa (peneliti)

Penelitian ini diharapkan dapat menambah manfaat dalam wawasan mengenai analisis kimia dalam bidang produksi, menambah wawasan mengenai validasi metode pada penentuan kualitas selulosa pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) secara titrimetri dengan menggunakan SNI (Standar Nasional Indonesia), dan dapat menambah wawasan mengenai karakterisasi α -selulosa pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) dengan menggunakan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

2. Bagi ilmu pengetahuan

Penelitian ini diharapkan dapat dijadikan sebagai bahan rujukan untuk penelitian mengenai pengujian kualitas α -selulosa yang terkandung pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) secara titrimetri menggunakan SNI (Standar Nasional Indonesia), dan karakterisasi α -selulosa pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) dengan menggunakan FTIR (*Fourier Transform InfraRed*) dan SEM (*Scanning Electron Microscope*)

BAB II DASAR TEORI

2.1 Alang-alang (*Imperata cylindrica*)

Alang-alang (*Imperata cylindrica*) merupakan tumbuhan yang tumbuh seperti rumput dengan tunas merayap di dalam tanah. Keberadaan alang-alang banyak dikenal di masyarakat sebagai gulma bagi tanaman lainnya. Alang-alang memiliki ciri-ciri fisik dengan tinggi mencapai 30 – 180 cm, memiliki rimpang kaku dengan tumbuh menjalar, dan mudah berkembang biak (Hembing, 2008). Alang-alang memiliki daun berwarna hijau pada tanaman yang masih muda, dan berwarna oranye-coklat pada tanaman yang sudah tua. Alang-alang dapat tumbuh membentuk tangkai yang padat atau tipis, dan pada setiap tangkai berisi beberapa daun yang tumbuh dari permukaan tanah (Macdonald, dkk., 2006).

Kedudukan taksonomi tumbuhan alang-alang (*Imperata cylindrica*) dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Kedudukan Taksonomi Tumbuhan Alang-Alang

Kerajaan	Plantae
Divisi	Spermatophyta
Kelas	Monocotyledoneae
Ordo	Poales
Famili	Poaceae
Genus	<i>Imperata</i>
Spesies	<i>Imperata cylindrica</i> (L.) P. Beauv.
Nama lokal	Alang-alang

Sumber: Nasution (2018)

Alang-alang merupakan tumbuhan rumput menahun yang tersebar luas di lahan non-produktif. Lahan alang-alang di seluruh dunia diperkirakan berkisar 500 juta hektar, di Asia Tenggara diperkirakan berkisar 200 juta hektar, dan luas lahan alang-alang di Indonesia diperkirakan berkisar antara 7,5-65 juta hektar. Salah satu penyebab terbentuknya lahan alang-alang adalah diakibatkan dari pembukaan hutan yang tidak segera ditangani secara intensif, sehingga dengan tingkat kebutuhan unsur hara alang-alang yang cukup rendah mampu membuat tumbuhan alang-alang tumbuh dengan baik di lahan yang tidak subur, di rawa, dan di tanah berpasir. Di beberapa negara, alang-alang dapat tumbuh di dataran tinggi dengan

ketinggian dari batas permukaan air laut mencapai 2000 m, dan tercatat tumbuh di Indonesia pada ketinggian mencapai 2.600 meter di atas permukaan laut (Jalaluddin, 2014). Bentuk tanaman alang-alang dapat dilihat pada Gambar 2.1.



Gambar 2.1 Alang-alang (*Imperata cylindrica*) (unsplash.com)

Alang-alang (*Imperata cylindrica*) merupakan tanaman yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan obat-obatan, kertas, dan pupuk. Hal ini dikarenakan kandungan kimia yang terdapat pada tanaman alang-alang. Komposisi kandungan kimia alang-alang adalah bahan ligo-nelulosa, diantaranya selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Berdasarkan analisa laboratorium diketahui alang-alang mengandung 40,22% α -selulosa, 59,62% holoselulosa, 18,40% hemiselulosa, dan 31,29% lignin (Sutiya, dkk., 2012). Kandungan selulosa yang terdapat pada tanaman alang-alang cukup menarik dan memiliki potensi yang cukup besar untuk dikembangkan menjadi sumber energi terbarukan sehingga dapat dimanfaatkan secara maksimal. Kandungan kimia pada tanaman alang-alang disajikan pada Tabel 2.2.

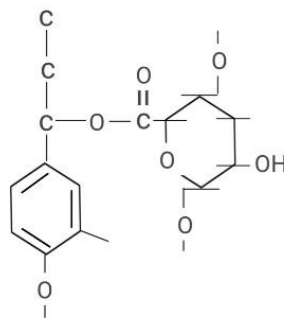
Tabel 2.2 Kandungan Kimia pada Tanaman Alang-alang	
Kandungan Kimia Alang-alang	Persentase (%)
Kadar Air	93,76
Ekstraktif	8,09
Lignin	31,29
Holoselulosa	59,62
α -Selulosa	40,22
Pentosan/Hemiselulosa	18,40

Sumber : Sutiya, dkk., (2012)

2.2 Selulosa

Selulosa ($C_6H_{10}O_5$)_n merupakan polimer berantai panjang polisakarida karbohidrat yang berasal dari β -glukosa. Selulosa merupakan senyawa organik penyusun utama dinding sel tumbuhan. Selulosa memiliki sifat berbentuk senyawa berserat, mempunyai tegangan tarik yang tinggi, tidak larut dalam air dan pelarut organik (Wibisono, dkk., 2011).

Selulosa merupakan polimer yang bersifat, biokompatibel, keberadaannya sangat melimpah di alam, dan ramah lingkungan. Hal ini disebabkan selulosa mudah terdegradasi, tidak beracun, dan dapat diperbarui. Akhir-akhir ini selulosa banyak dimanfaatkan sebagai bahan baku alternatif di industri sehingga permintaan selulosa semakin meningkat. Namun, pemanfaatan selulosa belum dapat meluas untuk diterapkan diberbagai bidang karena adanya ikatan hidrogen intra- dan antarmolekul pada struktur selulosa yang kuat sehingga proses pemisahan sangat sulit dilakukan. (Song, dkk., 2008). Keberadaan selulosa di alam banyak ditemukan dalam keadaan tidak dalam bentuk murni, yaitu masih dalam bentuk lignoselulosa (Rowell, 2005). Struktur lignoselulosa dapat dilihat pada Gambar 2.2.



Gambar 2.2 Struktur lignoselulosa (Rahmidar, dkk., 2018)

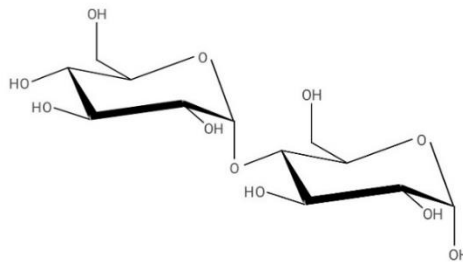
Selulosa memiliki ikatan hidrogen sehingga polimernya relatif stabil. Selama proses produksi serat selulosa dapat mempertahankan *aspect ratio* perbandingan panjang terhadap diameter (L/d) yang tinggi karena memiliki elastisitas dan fleksibilitas yang baik (Yudhanto, 2016). Keberadaan serat di alam sangat melimpah. Salah satunya terdapat pada tumbuhan alang-alang. Alang-alang

memiliki komposisi kimia serat seperti *straw* (jerami) yang mengandung selulosa sebesar 40% (Ferriawan, 2016).

Selulosa dapat dibagi menjadi beberapa jenis dilihat dari kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17,5 % dan derajat polimerisasinya. Jenis-jenis selulosa adalah sebagai berikut:

1) α -Selulosa

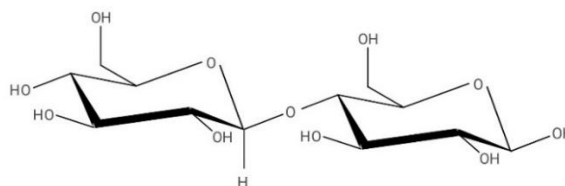
α -selulosa merupakan selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan basa kuat atau larutan NaOH 17,5 % dengan nilai derajat polimerisasi 600 - 1500. α -selulosa digunakan sebagai parameter tingkat kemurnian selulosa. Kualitas selulosa murni atau yang paling tinggi dinamakan α -selulosa. Kandungan α -selulosa yang lebih besar dari 92% memenuhi syarat untuk digunakan sebagai bahan baku utama dalam pembuatan propelan atau bahan peledak. Sedangkan kandungan selulosa dengan kualitas di bawah 92% dapat digunakan sebagai bahan baku pada industri kertas (pulp) dan industri sandang/kain (Nuringtyas, 2010).



Gambar 2.3 Struktur α -Selulosa (Nuringtyas, 2010)

2) Beta Selulosa

Beta selulosa merupakan selulosa berantai pendek, larut dalam basa kuat atau larutan NaOH 17,5% dengan nilai derajat polimerisasi 15 – 90, dan apabila dinetralkan dapat mengendap.



Gambar 2.4 Struktur β -Selulosa (Nuringtyas, 2010)

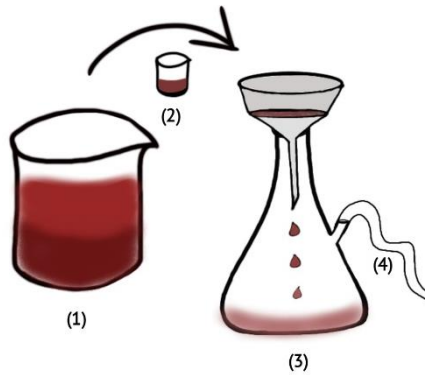
3) Gamma Selulosa

Gamma selulosa merupakan selulosa berantai pendek, larut dalam larutan basa kuat atau larutan NaOH 17,5% atau dengan nilai derajat polimerisasi kurang dari 15, dan memiliki hemiselulosa sebagai kandungan utamanya.

Sumber selulosa di alam sangat melimpah namun belum dapat ditemukan dalam bentuk murni. Berbagai metode alternatif dilakukan untuk mendapatkan selulosa murni. Namun, tidak seluruh bagian selulosa dapat terpisah dari lignoselulosa (Fitria, dkk., 2017). Beberapa metode pemisahan dibutuhkan untuk memisahkan antara selulosa dan lignin yang saling terikat satu sama lain (Mulyadi, 2019).

2.3 Maserasi

Maserasi merupakan salah satu jenis metode ekstraksi yang sering dikenal dengan ekstraksi dingin. Hal ini dikarenakan selama proses ekstraksi pada pelarut dan sampel dilakukan tanpa melakukan pemanasan. Proses maserasi dapat dilakukan pada sampel yang tidak tahan panas maupun yang tahan terhadap panas. Umumnya maserasi digunakan pada senyawa yang termolabil (tidak tahan panas). Metode ini membutuhkan pelarut yang banyak dan prosesnya dilakukan dalam waktu yang lama. Maserasi secara sederhana berasal dari kata *macerate* yang berarti perendaman. Proses ekstraksi dengan maserasi hanya dilakukan dengan merendam sample dengan pelarut dan diikuti dengan pengocokan secara berkala jika diperlukan. Pelarut akan selalu bergerak pada suhu kamar dan menimbulkan gerak genetik sehingga terjadi penarikan (ekstraksi) senyawa dari sampel. Proses maserasi secara umum dapat dilihat pada Gambar 2.5.



Gambar 2.5 Proses Maserasi Contoh Uji (1) Pelarut dan contoh uji terpisah (2) Sampel hasil maserasi (3) Penyaringan sampel dengan pompa *vacump buchner* (4) Selang menuju mesin pompa *vacuum buchner*

2.4 Analisis Titrimetri Reaksi Reduksi-Oksidasi

Analisis titrimetri atau analisa volumetri merupakan reaksi yang berlangsung secara kuantitatif antara zat yang dianalisis dengan larutan standar yang sudah diketahui konsentrasinya secara teliti. Analisis titrimetri merupakan bagian utama kimia analisis dan penentuan hasil perhitungan didasarkan pada hubungan stoikiometri sederhana dari reaksi-reaksi kimia (Rodiani dan Suprijadi, 2013).

Berdasarkan reaksi kimia, reaksi reduksi-oksidasi merupakan salah satu metode yang dapat digunakan untuk analisis titrimetri. Reaksi redoks merupakan reaksi yang mengalami perubahan valensi dari zat-zat yang sedang bereaksi sehingga mengalami transfer elektron dari pasangan pereduksi ke pasangan pengoksidasi. Umumnya reaksi redoks ditulis sebagai berikut (Rodiani dan Suprijadi, 2013):



Keterangan:

Red : disebut sebagai reduktan atau zat pereduksi;

Oks : disebut sebagai oksidan atau zat pengoksidasi;

n : banyaknya elektron yang ditransfer; dan

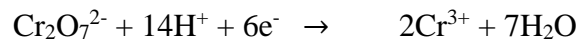
e : elektron.

Reaksi redoks dapat berlangsung pada setiap reaksi yang mengalami pengikatan dan pelepasan satu atau lebih elektron. Proses pengikatan atau

penangkapan elektron oleh suatu atom, ion atau molekul disebut reduksi sedangkan pelepasan elektron dari suatu atom, ion atau molekul disebut oksidasi. Reaksi redoks mengalami penurunan dan kenaikan bilangan oksidasi. Penurunan bilangan oksidasi terjadi pada proses reduksi dan kenaikan bilangan oksidasi terjadi pada proses oksidasi (Rodiani dan Suprijadi, 2013).

Berdasarkan sifat larutan baku, titrasi redoks dibagi menjadi dua bagian, yaitu reduksimetri dan oksidimetri. Reduksimetri adalah metode titrasi redoks dengan larutan baku yang digunakan bersifat sebagai reduktor. Sedangkan oksidimetri adalah metode titrasi redoks dengan larutan baku yang digunakan bersifat sebagai oksidator dan salah satu metode oksidimetri yang digunakan adalah dikrometri (Rodiani dan Suprijadi, 2013).

Dikrometri merupakan salah satu metode oksidimetri dengan larutan baku yang digunakan adalah $K_2Cr_2O_4$. Larutan baku $K_2Cr_2O_4$ mengalami reduksi selama titrasi berlangsung dalam suasana asam. Umumnya reaksi ditulis sebagai berikut:



2.5 Ketidakpastian Pengukuran

Ketidakpastian pengukuran merupakan suatu rentang nilai yang menunjukkan perkiraan terhadap keberadaan nilai benar suatu penelitian. Nilai ketidakpastian pengukuran juga termasuk salah satu parameter pengujian dalam penelitian. Hal ini semakin kecil nilai ketidakpastian pengukuran maka hasil penelitian semakin baik. Sumber penyumbang ketidakpastian sangat banyak, diantaranya (Sunardi, dkk., 2007) :

- 1) Pengambilan sampel

Hal yang paling penting untuk diperhatikan pada saat pengambilan sampel adalah kehomogenan/keseragaman suatu sampel.

- 2) Preparasi sampel

Preparasi sampel memiliki peran yang penting dan perlu untuk diperhatikan. Hal ini untuk proses *recovery* sampel.

3) Kalibrasi peralatan dan instrumen

Peralatan dan instrumen penting untuk dilakukan kalibrasi terlebih dahulu sebelum alat dan instrumen tersebut digunakan. Hal ini karena pengkalibrasian alat dan instrumen merupakan salah satu sumber ketidakpastian yang dapat mempengaruhi hasil pengujian.

4) Kesalahan random

Kesalahan random merupakan kesalahan yang tidak disengaja selama penelitian berlangsung dan sangat sulit untuk dihindari.

5) Kecakapan personil

Personil memberikan peran sebagai penyumbang ketidakpastian berkaitan dengan keterampilan dan ketelitian personil selama penelitian berlangsung.

2.6 Asetosolv

Proses pemisahan serat dengan menggunakan pelarut organik adalah proses organosolv. Bahan kimia organik yang digunakan adalah metanol, etanol, asam asetat, aseton, dan lain-lain. Penggunaan asam asetat sebagai pelarut dinamakan proses asetosolv (Wibisono, 2011).

Proses asetosolv merupakan salah satu proses organosolv dengan teknologi ramah lingkungan. Proses asetosolv memberikan dampak positif bagi lingkungan dan sangat efisien dalam pemanfaatan sumber daya alam. Salah satu dampak positifnya adalah bebas senyawa sulfur, pemasaknya dapat didaur ulang dan digunakan dengan metode penguapan, dapat dilakukan pemisahan secara distilasi, dan biaya yang digunakan untuk pemasakan sangat ekonomis karena pemasak dapat didaur ulang (Wibisono, 2011).

2.7 Spektrofotometer FTIR (*Fourier Transform InfraRed*)

Spektrofotometer FTIR merupakan salah satu metode analisis instrumentasi yang banyak digunakan untuk mengidentifikasi suatu senyawa kimia menggunakan radiasi sinar infra merah. Radiasi inframerah terletak antara cahaya tampak dan gelombang mikro dan merupakan salah satu bagian dari spektrum elektromagnetik (Samsiah, 2009). Spektrum vibrasi molekul yang dihasilkan berfungsi untuk mengidentifikasi struktur suatu senyawa kimia (Beasley, dkk., 2014).

Berdasarkan daerah inframerah bilangan gelombang terbagi menjadi 3, yaitu sebagai berikut:

- 1) Daerah inframerah dekat terdapat pada rentang bilangan gelombang 12500 cm^{-1} - 4000 cm^{-1} .
- 2) Daerah inframerah sedang terdapat pada rentang bilangan gelombang 4000 cm^{-1} - 400 cm^{-1} yang melakukan transisi energi vibrasi dari molekul untuk memberikan informasi mengenai gugus-gugus fungsi.
- 3) Daerah inframerah jauh memiliki rentang bilangan gelombang 400 cm^{-1} - 10 cm^{-1} yang bermanfaat untuk menganalisis molekul yang mengandung atom-atom berat seperti senyawa anorganik (Schechter, 1997).

Suatu gugus fungsi yang spesifik dapat teridentifikasi dari hasil setiap serapan yang ditimbulkan pada panjang gelombang tertentu. Hooke mengatakan bahwa spektrofotometer FTIR didasarkan atas senyawa yang terdiri atas dua atom (diatom) yang digambarkan dengan dua buah bola yang saling terikat oleh pegas. Jika pegas direntangkan atau ditekan pada jarak keseimbangan tersebut maka energi potensial dari sistem tersebut akan naik. Gerakan setiap senyawa pada keadaan tertentu terdiri dari 3 jenis, yaitu gerak translasi, gerak rotasi, dan gerak vibrasi. gerak translasi adalah perpindahan dari satu titik ke titik lain, gerak rotasi adalah berputar pada porosnya, dan gerak vibrasi adalah bergetar pada tempatnya (Triapriani, 2016).

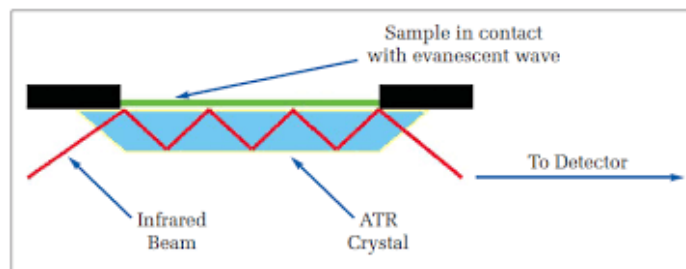
Proses terjadinya vibrasi disebabkan karena adanya energi. Energi tersebut berasal dari sinar infrared yang tidak cukup kuat untuk melakukan atomisasi ataupun eksitasi elektron pada molekul senyawa yang ditembak. Vibrasi setiap atom atau molekul memiliki energi yang berbeda. Hal ini merupakan adanya keterkaitan yang terjadi antara atom-atom dan kekuatan ikatan sehingga menghasilkan frekuensi yang berbeda (Sulistiyani, 2018). Adapun contoh gugus fungsi dari beberapa daerah serapan dapat dilihat pada Tabel 2.4.

Tabel 2.4 Contoh Gugus Fungsi dari Beberapa Daerah Serapan

Daerah Serapan (cm ⁻¹)	Gugus	Jenis Senyawa
2850-2960	C-H	Alkana
1350-1470		
3020-3080	C-H	Alkena
675-870		
3000-3100	C-H	Aromatik
675-870		
3300	C-H	Alkana
1640-1680	C=C	Alkena
1500-1600	C=C	Aromatik (cincin)
1080-1300	C-O	Alkohol, eter, asam karboksilat, ester
1690-1760	C=O	Aldehida, keton, asam karboksilat, ester
3610-3640	O-H	Alkohol, fenol (monomer)
2000-3600 (lebar)	O-H	Alkohol, fenol (ikatan H)
3000-3600 (lebar)	O-H	Asam karboksilat
3310-3500	N-H	Amina
1180-1360	C-N	Amina
1515-1560		
1345-1385	-NO ₂	Nitro

Sumber: Bandiyah (2012)

Spektrofotometer FTIR pada umumnya memiliki tiga teknik pengukuran sampel, yaitu *Photo Acoustic Spectroscopy (PAS)*, *Attenuated Total Reflectance (ATR)*, dan *Difuse Reflectance Infrared Fourier Transform (DRIFT)*. Spektrum vibrasi molekul yang dihasilkan dari setiap teknik memiliki karakteristik tertentu (Beasley, dkk., 2014). *Attenuated Total Reflektance (ATR-FTIR)* adalah teknik cepat yang merupakan alat yang digunakan untuk mengetahui karakteristik suatu material. ATR memiliki banyak kelebihan, diantaranya pada persiapan sampel yang tidak terlalu rumit karena tanpa menggunakan KBr, variasi spektrum lebih lebar, maka grinding dan perbedaan ukuran partikel tidak perlu diperhatikan (Thompson, dkk., 2009). Mekanisme kerja spektrofotometer ATR-FTIR dapat dilihat pada Gambar 2.6.



Gambar 2.6 Mekanisme kerja Spektrofotometer ATR-FTIR (covalentmetrology.com)

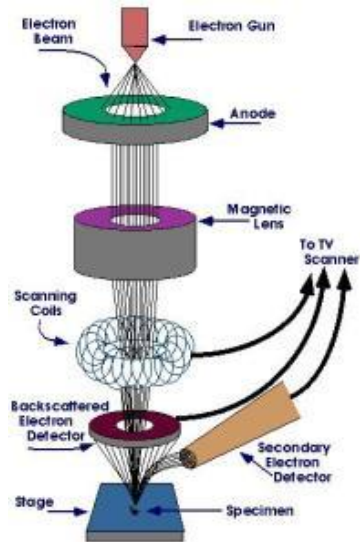
Spektrum vibrasi yang dihasilkan harus memenuhi beberapa syarat sebelum diinterpretasikan. Beberapa syarat yang harus dipenuhi diantaranya: spektrofotometer harus dikalibrasi, resolusi dan intensitas spektrum memadai, spektrum berasal dari zat murni, dan teknik persiapan harus dijelaskan. Ketepatan kuat dan waktu penekanan pada saat pengukuran sampel menggunakan ATR-FTIR sangat menentukan hasil spektrum vibrasi sampel yang dihasilkan (Sulistiyani, 2018).

2.8 Analisis SEM (*Scanning Electron Microscope*)

Analisis SEM (*Scanning Electron Microscope*) merupakan salah satu jenis mikroskop elektron yang berfungsi untuk menggambarkan bentuk permukaan dari material yang dianalisis dengan menggunakan berkas elektron. Pemindaian yang dilakukan terfokus pada balok halus elektron ke sampel. Terjadi interaksi antara elektron dengan sampel komposisi molekul. Serangkaian hasil energi elektron yang terukur kemudian dianalisis oleh sebuah mikroprosesor yang canggih yang menciptakan spektrum elemen yang unik berupa gambar tiga dimensi yang ada dalam sampel yang dianalisis (Triapriani, 2016).

Analisis SEM sangat cocok digunakan untuk menganalisis permukaan kasar sebuah sampel dengan pembesaran sekitar 20 kali - 500.000 kali. Permukaan sampel discan terlebih dahulu sebelum melalui lensa elektromagnetik, hal ini dilakukan agar hasil scan tersinkronisasi dengan tabung sinar katoda dan gambar sampel akan tampak pada area yang di-scan. Sejumlah elektron direfleksikan sebagai *backscattered electron* (BSE) dan yang lain membebaskan energi rendah

secondary electron (SE) ketika berkas elektron menumbuk permukaan sampel (Nuha, 2008). Skema alat SEM dapat dilihat pada Gambar 2.7.



Gambar 2.7 Skema alat SEM (*Scanning Electron Microscope*) (Ayyad, 2011)

BAB III METODOLOGI

3.1 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu : alang-alang (*Imperata cylindryca*), natrium hidroksida (NaOH) *Merck*, kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) *Merck*, ferro ammonium sulfat ($(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$) *Merck*, fenantrolin-ferro sulfat (indikator ferroin), asam sulfat (H_2SO_4) pekat *Merck*, akuades, asetat anhidrida ($C_4H_6O_3$) *Merck*, asam asetat glasial (CH_3COOH) *Merck*, diklorometana (CH_2Cl_2) *Merck*, kain poliester, isopropil alkohol (C_3H_7OH) *Merck*.

3.2 Alat

Alat yang digunakan pada penelitian ini yaitu : neraca analitik OHAUS, buret 25 mL *Iwaki*, statif dan klem, pompa *vacum buchner*, oven (UN 55 53L) *Memmert*, desikator *vacuum*, *magnetic stirrer*, cawan porselein, peralatan gelas, termometer air raksa, mortar dan alu, ayakan, pH meter, pelat kaca, seperangkat alat *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) *Shimadzu*, dan seperangkat alat JEOL JSM-6510 LV *Analytical Scanning Electron Microscope* (SEM).

3.3 Cara Kerja

3.3.1 Pembuatan larutan NaOH 17,5 %

Sebanyak 17,5 gram natrium hidroksida (NaOH) ditimbang kemudian dilarutkan dalam gelas ukur 100 mL dengan sedikit akuades. Larutan diaduk sampai homogen, dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Air suling ditambahkan sampai tanda batas, diseka dinding leher labu dengan kertas saring, digojog sampai homogen. Larutan disimpan dalam botol gelap kemudian diberi label bahan kimia.

3.3.2 Pembuatan larutan standar $K_2Cr_2O_7$ 0,5 N

Sebanyak 0,6129 gram kalium dikromat ($K_2Cr_2O_7$) ditimbang kemudian dilarutkan dalam gelas ukur 50 mL dengan sedikit akuades. Larutan diaduk sampai homogen, dipindahkan ke dalam labu ukur 25 mL. Air suling ditambahkan sampai tanda batas, diseka dinding leher labu dengan kertas saring, digojog sampai homogen. Larutan disimpan dalam botol gelap kemudian diberi label bahan kimia.

3.3.3 Pembuatan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Sebanyak 3,9214 gram ferro ammonium sulfat $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ditimbang kemudian dilarutkan dalam gelas ukur 100 mL dengan sedikit akuades. Larutan diaduk sampai homogen, dipindahkan ke dalam labu ukur 100 mL. Air suling ditambahkan sampai tanda batas, diseka dinding leher labu dengan kertas saring, digojog sampai homogen. Larutan disimpan dalam botol gelap kemudian diberi label bahan kimia.

3.3.4 Standardisasi larutan $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Buret dibilas dengan akuades dan sedikit larutan $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N kemudian buret dipasang pada statif. Buret diisi dengan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N menggunakan corong. Volume buret ditepatkan pada skala 0,0 mL dan dipastikan tidak ada gelembung udara di bagian bawah buret. Dinding bagian dalam buret diseka dengan kertas saring. Sebanyak 0,0123 gram kristal $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ditimbang dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL. Gelas arloji dibilas dengan akuades. Larutasn ditambahkan 2,5 mL akuades dan 1 mL H_2SO_4 pekat. Larutan didinginkan sampai temperatur kamar. Larutan ditambahkan 3 tetes indikator ferroin kemudian dititrasi dengan larutan $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N. Perubahan warna yang terjadi diamati dan dicatat volume $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N yang dibutuhkan. Titrasi diulangi sebanyak 3 kali kemudian ditentukan konsentrasi larutan $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N dengan tepat.

3.3.5 Persiapan contoh uji

Alang-alang (*Imperata cylindrica*) dicuci dengan air, direndam di dalam ember besar selama 2 jam, dikeringkan di bawah sinar matahari selama beberapa hari sampai kering. Alang-alang (*Imperata cylindrica*) dipotong menjadi bagian-bagian kecil kemudian di blender sampai membentuk serbuk serat halus.

3.3.6 Proses maserasi untuk isolasi α -selulosa

Contoh uji sebanyak 270 gram direndam dalam larutan NaOH 17,5% kemudian dilakukan maserasi. Endapan yang diperoleh kemudian di pisahkan kembali dengan kertas saring menggunakan pompa *vacum buchner*. Pulp dicuci dengan air hangat di bawah suhu 50°C kemudian dikeringkan dalam oven sampai

kering sehingga diperoleh hasil berupa lempengan, kemudian dihaluskan dengan mortar dan alu sampai diperoleh hasil sampel α -selulosa dalam bentuk serbuk.

3.3.7 Penentuan kadar air (SNI 08-7070-2005)

Cawan porselein dipanaskan dalam oven pada suhu 105°C selama 1 jam, kemudian dipindahkan ke dalam desikator, didiamkan selama 10 menit, kemudian ditimbang. Pemanasan dan penimbangan diulangi sampai diperoleh berat konstan, kemudian dicatat massanya sebagai W_0 . Sebanyak 2 g contoh uji serbuk alang-alang ditimbang dan dicatat massanya sebagai W_1 . Contoh uji dipanaskan menggunakan oven selama 3 jam pada suhu 105°C, kemudian dipindahkan ke dalam desikator, didiamkan selama 10 menit, kemudian ditimbang. Pemanasan dan penimbangan diulangi sampai diperoleh berat konstan, kemudian dicatat massanya sebagai W_2 .

3.3.8 Penentuan α -selulosa (SNI 0444:2009)

Contoh uji sebanyak 0,15 g ditimbang, dimasukkan ke dalam gelas piala 100 mL, ditambahkan 7,5 mL larutan NaOH 17,5% dengan suhu larutan NaOH 17,5% disesuaikan pada suhu 25 °C, dicatat waktu yang dibutuhkan pada saat penambahan larutan NaOH 17,5%. Pulp diaduk dengan menggunakan batang pengaduk sampai terdispersi sempurna. Selama proses pengadukan diusahakan tidak ada gelembung udara pada suspensi pulp. Suspensi pulp diaduk kembali dengan batang pengaduk dan simpan dalam penangas 25 °C selama 30 menit. Batang pengaduk diangkat setelah pulp terdispersi kemudian dibersihkan pulp yang menempel pada bagian ujung batang pengaduk. Batang pengaduk dicuci ke dalam gelas piala dengan 2,5 mL larutan NaOH 17,5%, sehingga total larutan yang ditambahkan ke dalam pulp adalah 10 mL. Akuades sebanyak 10 mL ditambahkan pada suspensi pulp pada suhu 25 °C dan diaduk segera dengan batang pengaduk. Gelas piala disimpan kembali di dalam penangas air selama 30 menit sehingga total waktu ekstraksi seluruhnya adalah selama 60 menit. Setelah 60 menit suspensi diaduk dengan batang pengaduk dan dituangkan ke dalam corong masir. Filtrat pertama sebanyak 1 mL dibuang, kemudian dikumpulkan filtrat sebanyak 10 mL dalam erlenmeyer yang bersih dan kering. Pulp jangan dibilas atau dicuci dengan

aquades, gelembung udara tetap dijaga agar tidak melewati pulp pada saat penyaringan berlangsung.

Filtrat sebanyak 2,5 mL dipipet ke dalam erlenmeyer 100 mL, ditambahkan 1 mL larutan $K_2Cr_2O_7$ 0,5 N, dan ditambahkan 5 mL H_2SO_4 pekat dengan hati-hati. Larutan dibiarkan tetap panas selama 15 menit sambil dipanaskan pada suhu 130 °C. Setelah 15 menit, larutan ditambahkan 5 mL aquades, didinginkan pada suhu ruangan, kemudian ditambahkan 3 tetes indikator ferroin dan dititrasi dengan larutan $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ 0,1 N. Perubahan warna yang terjadi diamati dan dicatat volume $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ 0,1 N yang dibutuhkan. Titrasi diulangi sebanyak 7 kali kemudian ditentukan konsentrasi larutan $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ 0,1 N dengan tepat. Titrasi blanko dilakukan dengan mengganti filtrat pulp dengan 12,5 mL larutan NaOH 17,5% dan 12,5 mL aquades.

Penentuan kadar α -selulosa yang dihasilkan menggunakan metode titrasi diatas dibutuhkan analisa lanjutan, yaitu penentuan ketidakpastian pengukuran. Beberapa langkah penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran diantaranya:

- 1) Membuat skema kerja (lampiran 4).
- 2) Menuliskan rumus

Penentuan kadar α -selulosa dihitung menggunakan rumus berikut:

$$C \text{ sampel (\%)} = 100 - \frac{6,85 (V_1 \text{ (mL)} - V_2 \text{ (mL)}) \times N \times 20}{A \text{ (mL)} \times W \text{ (g)}}$$

Keterangan:

C : kadar α -selulosa (%)

6,85 : 1 miliekivalen $K_2Cr_2O_7$ setara dengan 6,85 mg selulosa dan karbohidrat terlarut lainnya.

V_1 : volume titrasi blanko (mL)

V_2 : volume titrasi filtrat pulp (mL)

N : normalitas larutan ferro ammonium sulfat

A : volume filtrat pulp yang dianalisa (mL)

W : berat kering oven contoh uji (g)

- 3) Membuat diagram tulang ikan dengan mendata sumber-sumber penyumbang ketidakpastian pengukuran berdasarkan rumus yang digunakan,
- 4) Menghitung ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas.

Hasil penentuan ketidakpastian pengukuran diambil dari konsentrasi yang diperoleh \pm ketidakpastian diperluas.

3.3.9 Proses asetosolv

Sampel α -selulosa dihomogenkan dengan anhidrida asetat ($C_4H_6O_3$), diaduk dengan batang pengaduk. Proses pengadukan berlangsung sampai suhu larutan sampel mencapai $45^\circ C$. Larutan sampel kemudian ditambahkan asam asetat glasial (CH_3COOH), kemudian ditambahkan asam sulfat (H_2SO_4) pekat sebanyak 10 mL. Proses pengadukan dilakukan kembali secara terus menerus, waktu reaksi pengadukan total selama 6 jam. Larutan kemudian ditambahkan air dingin, diaduk, dan diatur pH larutan sampai pH netral. Hasil yang diperoleh dari reaksi asetilasi ini adalah bahan berupa gumpalan-gumpalan selulosa asetat berwarna cokelat kekuningan. Gumpalan-gumpalan cokelat kekuningan hasil reaksi asetilasi disaring dengan kertas saring menggunakan pompa *vacum pump*.

3.3.10 Karakterisasi dengan FTIR

Sampel berbentuk serbuk disiapkan dari sampel α -selulosa hasil proses asetosolv. Contoh uji dibandingkan dengan uji karakterisasi menggunakan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR). Sampel ditempatkan pada tempat sampel, kemudian diberi tekanan dan ditunggu beberapa saat sampai komputer membaca respon alat FTIR yaitu ditandai dengan munculnya spektra pada layar komputer. Spektra yang diperoleh menunjukkan hasil dari karakterisasi selulosa dengan FTIR, kemudian diinterpretasikan hasilnya.

3.3.11 Preparasi serat sebagai bahan mikrofilter

Endapan yang diperoleh dari proses asetosolv dicampurkan dengan diklorometan, didiamkan selama 24 jam dan dihasilkan larutan dope. Pelat kaca disiapkan dengan bantuan media kain poliester, larutan dope dicetak di atas pelat kaca, kemudian dioven selama 5 menit pada suhu $40^\circ C$. Setelah itu, pelat kaca

dimasukkan ke dalam koagulan isopropil alkohol selama 24 jam. Kemudian dicuci dengan air yang mengalir untuk menetralkan. Pelat kaca dikeringkan di kembali pada suhu 40°C sampai kering.

3.3.12 Karakterisasi dengan SEM

Media kain poliester hasil preparasi serat sebagai bahan mikrofilter dari alang-alang kemudian dikarakterisasi dengan menggunakan alat JEOL JSM-6510 LV *Analytical Scanning Electron Microscope* (SEM). Sampel disiapkan dengan proses pelapisan (*coating*) menggunakan perangkat JEOL JFC *Auto Fine Coater*. Sampel yang sudah dilakukan pelapisan kemudian dilakukan pengamatan dan pengambilan gambar SEM dengan menggunakan perangkat JEOL JSM-6510 LV *Analytical Scanning Electron Microscope*.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penentuan Kadar α -Selulosa

4.1.1 Persiapan contoh uji

Persiapan contoh uji merupakan langkah awal untuk analisa sebuah sampel. Persiapan contoh uji dilakukan dengan penghalusan sampel menjadi serbuk halus. Penghalusan sampel dilakukan dengan membuat tumbuhan alang-alang dipotong menjadi chip-chip kecil. Kemudian dikeringkan kembali selama beberapa hari sampai benar-benar kering. Hal ini dilakukan untuk mempermudah proses penghalusan sampel dengan menggunakan alat blender. α -selulosa baru dapat diperoleh setelah dilakukan proses maserasi.

4.1.2 Maserasi contoh uji

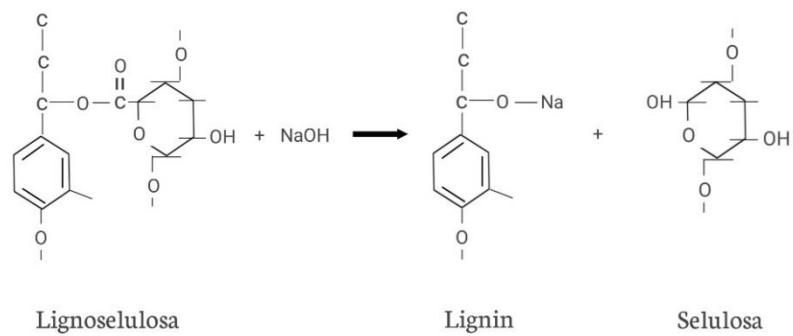
Sampel alang-alang sebanyak 270 g direndam dengan pelarut NaOH 17,5%. Fungsi pelarut NaOH 17,5 % adalah untuk memisahkan α -selulosa dengan senyawa lain yang tidak dibutuhkan, karena α -selulosa tidak larut pada NaOH dengan konsentrasi 17,5%. Perendaman sampel dengan NaOH 17,5% dapat dilihat pada Gambar 4.1.



Gambar 4.1 Perendaman Sampel dengan Pelarut NaOH 17,5%

Perendaman dilakukan beberapa hari sampai sampel dengan pelarut terjadi dua lapisan. Lapisan bawah adalah sampel dan lapisan atas adalah pelarut. Sampel dan pelarut dipisahkan dengan cara dituang sederhana, sehingga dalam wadah hanya tersisa sampel yang dibutuhkan. Penyaringan dilakukan untuk memisahkan

pelarut dengan sampel, kemudian diikuti pencucian dengan air hangat agar sampel dan pelarut benar-benar terpisah. Reaksi yang terjadi merupakan reaksi degradasi lignoselulosa. Reaksi yang terjadi dapat dilihat pada Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Proses Degradasi Lignoselulosa oleh NaOH (Rahmidar, dkk. 2018)

Sampel yang tersaring kemudian dikeringkan di dalam oven sampai kering sehingga berbentuk seperti lempengan. Lempengan yang diperoleh kemudian dihaluskan menggunakan mortar dan alu. Hal ini dilakukan untuk memperoleh sampel α -selulosa dalam bentuk serbuk halus. Hasil proses maserasi dapat dilihat pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Hasil Proses Maserasi

Berat kering oven yang diperoleh sebesar 220 g. Penentuan nilai rendemen dilakukan dengan cara berat kering oven dibagi dengan berat kering awal kemudian dikali 100 dan menghasilkan nilai rendemen sebesar 81,48%. Menurut Casey

(1980) dalam Sutiya, dkk., (2012) menyatakan bahwa besarnya nilai rendemen yang dihasilkan berbanding lurus dengan besar kadar selulosa dalam sampel, sehingga semakin besar nilai rendemen yang diperoleh akan semakin besar pula kadar selulosa yang terdapat dalam sampel.

4.1.3 Kadar air

Pengujian kadar air merupakan pengukuran kandungan air yang terdapat dalam sampel yang dianalisa setelah melalui proses pengeringan. Prinsip penentuan kadar air didasarkan pada penimbangan sampel serbuk α -selulosa. Kadar air yang terkandung dalam sampel ditentukan dengan menghitung selisih berat sampel sebelum dikeringkan dan berat sampel setelah dikeringkan yang dinyatakan dalam persen. Berat sampel yang hilang pada proses pengeringan dianggap sebagai berat kandungan air yang terdapat dalam sampel yang mengalami penguapan selama pemanasan.

Metode penentuan kadar air menggunakan metode pengeringan atau pemanasan sampel dengan oven. Penentuan kadar air didasarkan pada SNI 08-7070-2005 tentang penentuan kadar air kayu dan pulp. Hasil kadar air yang diperoleh pada sampel α -selulosa alang-alang adalah sebesar 6,78%. Besar kecilnya kadar air ditentukan dari tempat tumbuhnya alang-alang. Kadar air yang diperoleh rendah karena tumbuhan alang-alang yang dianalisis tumbuh di tempat yang kering. Hal-hal yang dapat mempengaruhi ketelitian penentuan kadar air pada metode ini, diantaranya berhubungan dengan penanganan sampel (jenis, ukuran, dan partikel sampel), kondisi oven (suhu oven), dan perlakuan sampel setelah pengeringan (sifat higroskopis bahan, kelembaban udara ruang analisis, dan kelembaban udara ruang penimbangan) yang dapat mempengaruhi kadar air.

4.1.4 Penentuan α -selulosa menggunakan metode SNI 0444:2009

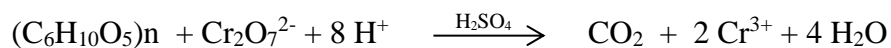
Salah satu penentuan α -selulosa dalam sampel alang-alang dapat dilakukan dengan cara titrimetri. Penentuan ini berdasarkan acuan SNI 0444:2009. Sampel alang-alang ditimbang sebanyak 0,15 gram. Sampel direndam di dalam NaOH 17,5% yang bertujuan untuk memisahkan selulosa dari komponen selain selulosa seperti lignin dan bakteri sisa. Komponen selain selulosa seperti lignin yang berada di dalam larutan menjadi larut karena

mengalami degradasi oleh NaOH. Lignin berperan sebagai pelindung bagi selulosa karena membentuk lapisan yang menghalangi proses terjadinya reaksi sehingga harus dihilangkan. Reaksi yang berlangsung adalah reaksi degradasi lignoselulosa.

Proses degradasi lignin oleh NaOH merupakan tahapan ketika lignin terikat dengan selulosa menjadi terlepas (Gambar 4.2). Proses degradasi lignin bermula pada ion hidroksida (OH) dari NaOH yang melakukan penyerangan terhadap atom H yang terikat pada gugus OH fenolik. Keelektronegatifan besar yang dimiliki oleh atom O menyebabkan terjadinya pelepasan elektron pada atom H. Hal ini menyebabkan atom H mudah lepas menjadi ion H⁺ dan bermuatan parsial positif, sehingga atom H pada unsur tersebut umumnya bersifat asam. Selain itu, keasaman dapat dipengaruhi oleh efek resonansi yang berasal dari gugus alkil pada posisi para yang menyebabkan atom H pada gugus fenolik bersifat lebih asam (Melinda, 2018).

Larutan NaOH dapat mendegradasi/merusak lignin pada bagian kristalin dan amorf, serta dapat memisahkan hemiselulosa. Lignin diserang oleh ion OH yang terdapat pada NaOH sehingga dapat memutuskan ikatan-ikatan dasar lignin. Lignin akan ikut larut bersama NaOH karena lignin berikatan dengan ion Na⁺ sehingga membentuk natrium fenolat yang bersifat larut. Waktu yang dibutuhkan selama proses degradasi adalah sekitar 60 menit dan pengadukan selama proses reaksi menggunakan *magnetic stirrer* untuk mempercepat reaksi pemisahan selulosa dengan zat lain. Suspensi yang diperoleh kemudian disaring dengan pompa *vacum buchner*. Filtrat yang tertampung diambil untuk kemudian dianalisis secara titrimetri.

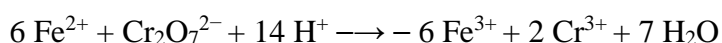
Analisis titrimetri sampel selulosa alang-alang dilakukan dengan titrasi reduksi oksidasi (reaksi redoks). Filtrat yang sudah ditampung kemudian ditambah dengan larutan K₂Cr₂O₇ 0,5 N. Penambahan larutan asam sulfat pekat berfungsi untuk membuat larutan sampel berada dalam suasana asam dan mendidih, sehingga selulosa dapat teroksidasi. Reaksinya sebagai berikut (Dwinovantyo, 2016) :



Reaksi berlangsung selama ± 15 menit dengan suhu larutan dijaga agar tetap panas. Hal ini dilakukan untuk mempertahankan zat organik. Penambahan H₂SO₄ berfungsi sebagai katalis yang mempercepat terjadinya reaksi. Hal ini

menyebabkan terjadinya perubahan warna dari kuning menjadi hijau. Kelebihan $K_2Cr_2O_7$ kemudian dititrasi dengan larutan ferro ammonium sulfat (Indriyati, dkk., 2016).

Analisis titrimetri dilakukan dengan menggunakan larutan ferro ammonium sulfat (FAS) yang merupakan salah satu titran pereduksi, yaitu besi dalam keadaan oksidasi +2. Larutan Fe^{2+} tidak dapat stabil karena sangat rentan terhadap oksidasi udara sehingga dibutuhkan pencampuran larutan dengan H_2SO_4 agar larutan dapat stabil. Titrasi ini dapat dilakukan dengan titrasi langsung dengan Fe^{2+} dioksidasi menjadi Fe^{3+} dan $Cr_2O_7^{2-}$ direduksi menjadi Cr^{3+} (David Harver, 2000). Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut (Aliya, dkk., 2015) :



Penentuan titik akhir titrasi dilakukan dengan penambahan indikator ferroin sehingga sampel dapat mengalami perubahan warna dari hijau kebiruan menjadi warna merah kecoklatan. Titrasi blanko dilakukan dengan tanpa adanya sampel, sehingga kelebihan $K_2Cr_2O_7$ dalam larutan blanko agar tidak dapat mengoksidasi zat organik (Dwinovantyo, 2016).

Percobaan penentuan kadar α -selulosa alang-alang dilakukan sebanyak tujuh kali. Hal ini dilakukan untuk mengetahui kestabilan kadar pada sampel. Hasil penentuan kadar α -selulosa melalui metode SNI 0444:2009 disajikan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Hasil Kadar α -Selulosa dengan Metode SNI 0444:2009

Volume Titrasi (mL)	Persentase (%)
2,52	38,26
2,54	38,99
2,51	37,89
2,52	38,26
2,55	39,35
2,57	40,09
2,54	38,99
Rata-rata	38,83

Penentuan selulosa pada penelitian ini hanya jenis α -selulosa. Hal ini dilakukan karena α -selulosa merupakan selulosa murni. Kadar α -selulosa rata-rata diperoleh sebesar 38,83%. Hasil penelitian ini mendekati hasil penelitian yang

dilakukan oleh (Sutiya, dkk., 2012) yang menyatakan bahwa kadar α -selulosa dari alang-alang sebesar 40,22%.

Kadar α -selulosa yang diperoleh kemudian dianalisa dengan menentukan ketidakpastian pengukuran. Hal yang penting dalam penentuan ketidakpastian pengukuran adalah pengukuran presisi dan estimasi ketidakpastian. Berikut penjelasannya:

1) Presisi

Presisi merupakan suatu nilai pengukuran yang diperoleh dari prosedur yang dilakukan secara berulang pada sampel yang homogen dengan penyebaran hasil uji individual dan rata-rata yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual (Riyanto, 2014). Presisi dinyatakan dalam persen koefisien variasi atau persen simpangan baku relatif yang biasa dikenal dengan %RSD (Asra, dkk., 2017). Penentuan presisi pada penelitian ini dilakukan sebanyak 7 kali pada jenis sampel yang sama. Hasil analisis pengukuran presisi untuk uji α -selulosa pada sampel alang-alang disajikan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Pengukuran Presisi

Pengulangan	Kadar Selulosa (%)
1	38,26
2	38,99
3	37,89
4	38,26
5	39,35
6	40,09
7	38,99
C rata-rata	38,83
Jumlah $(X_i - \bar{X})^2$	3,42
SD	0,75
RSD	1,94

Presisi yang diperoleh dengan metode SNI 0444:2009 tentang pengujian α -selulosa secara titrimetri dinyatakan memenuhi persyaratan dengan hasil %RSD \leq 2% (Gandjar dan Rohman, 2013). Menurut Riyanto (2014), jika hasil %RSD \leq 2% maka tidak perlu dilakukan perbandingan dengan CV *Horwitz*.

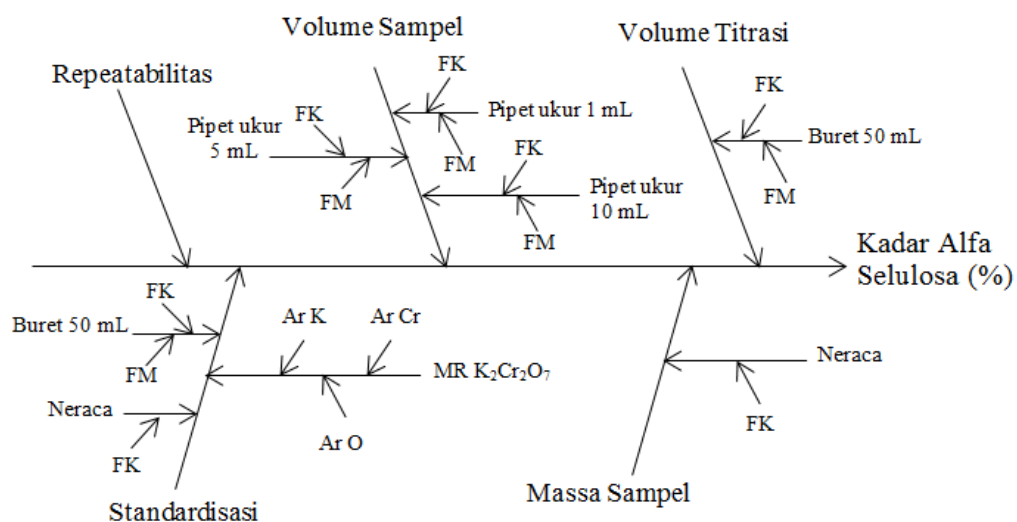
2) Estimasi ketidakpastian

Penentuan estimasi ketidakpastian hasil pengukuran pada penelitian ini berfungsi untuk mengetahui dan memastikan bahwa metode yang digunakan dalam penentuan kadar α -selulosa dalam sampel alang-alang adalah metode yang tepat. Beberapa tahapan yang perlu dilakukan dalam penentuan estimasi ketidakpastian diantaranya penentuan ketidakpastian baku, ketidakpastian gabungan dan ketidakpastian diperluas (Astin, 2019).

Perhitungan ketidakpastian dilakukan dengan langkah awal terhadap penentuan ketidakpastian baku. Ketidakpastian baku merupakan analisis yang dilakukan dari langkah kerja untuk menentukan konsentrasi α -selulosa dari sebuah rumus. Rumus penentuan α -selulosa adalah sebagai berikut:

$$C \text{ sampel (\%)} = 100 - \frac{6,85 (V1 \text{ (mL)} - V2 \text{ (mL)}) \times N \times 20}{A \text{ (mL)} \times W \text{ (g)}}$$

Rumus merupakan referensi untuk penentuan ketidakpastian pengukuran. Hal ini dikatakan karena langkah selanjutnya adalah menentukan sumber-sumber ketidakpastian dari rumus yang sudah ditentukan. Penentuan sumber-sumber ketidakpastian pengukuran dilakukan dengan menguraikan rumus kemudian dibentuk menjadi diagram tulang ikan (*fish bone*). Diagram tulang ikan dapat dilihat pada Gambar 4.4.



Gambar 4.4 Diagram Tulang Ikan Konsentrasi α -Selulosa

Diagram tulang ikan berfungsi untuk mengetahui berapa banyak sumber ketidakpastian pengukuran yang memberikan kontribusi ketidakpastian pengukuran terhadap hasil akhir pengukuran konsentrasi α -selulosa. Berdasarkan diagram tulang ikan pada gambar 4.4 tersebut terdapat 5 sumber, diantaranya: repeatabilitas, volume sampel, volume titrasi, standardisasi, dan massa sampel. Masing-masing sumber ketidakpastian pengukuran yang terdapat dalam diagram tulang ikan tersebut kemudian ditentukan ketidakpastian bakunya. Langkah selanjutnya adalah penentuan ketidakpastian gabungan dari masing-masing sumber ketidakpastian pengukuran. Hal ini dilakukan untuk menempuh langkah terakhir, yaitu penentuan ketidakpastian diperluas dengan tingkat kepercayaan 95%. Penentuan estimasi ketidakpastian pengukuran dilakukan pada sampel rata-rata dari konsentrasi α -selulosa dengan tujuh kali pengulangan pada sampel yang sama. Hasil estimasi ketidakpastian pengukuran α -selulosa dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Hasil Estimasi Ketidakpastian Pengukuran α -Selulosa

Konsentrasi α-Selulosa	Estimasi Ketidakpastian	Hasil Analisis
38,83 %	0,76 %	$38,83 \pm 0,76$ %

Berdasarkan tabel 4.3 bahwa hasil estimasi ketidakpastian pengukuran α -selulosa diperoleh ketidakpastian diperluas diperoleh sebesar $38,83 \pm 0,76\%$. Hasil estimasi ketidakpastian pengukuran sangat kecil, sehingga dapat dikatakan bahwa pengukuran yang dilakukan sudah tepat. Hal ini dikarenakan estimasi ketidakpastian pengukuran sangat erat kaitannya dengan presisi atau ketepatan. Semakin kecil nilai ketidakpastian pengukuran maka semakin tepat pengukuran tersebut.

Estimasi ketidakpastian pengukuran dapat disertai dengan perhitungan persentase penyumbang ketidakpastian dari masing-masing sumber ketidakpastian pengukuran. Hal ini dilakukan untuk mengetahui kontribusi ketidakpastian terbesar dalam hasil analisis α -selulosa pada sampel alang-alang. Penyumbang ketidakpastian dapat dilihat pada Tabel 4.4.

Tabel 4.4 Penyumbang Ketidakpastian Pengukuran

Penyumbang Ketidakpastian	Nilai (%)
Neraca analitik	0,00010369
Pipet Ukur 1 mL	0,004456673
Pipet Ukur 5 mL	0,004456673
Pipet Ukur 10 mL	0,003173506
Buret 50 mL	0,000373868
Presisi	99,98704889
Massa molekul relatif	0,000000016
V titrasi Buret 50 mL	0,000373868
Massa bahan standar primer	0,000116508

Berdasarkan Tabel 4.4 dapat dilihat bahwa penyumbang ketidakpastian terbesar terdapat pada presisi dengan persentase sebesar 99,99%. Hal ini dikarenakan pengaruh pengulangan pada saat dilakukan titrasi, sehingga nilai konsentrasi α -selulosa pada setiap pengulangan terjadi perbedaan namun tidak teralau signifikan. Nilai yang diperoleh dari setiap sumber ketidakpastian pengukuran sangat kecil, sehingga pada saat sumber estimasi ketidakpastian memberikan nilai yang berbeda dari yang lainnya dapat terlihat jelas, dan hal ini juga dikarenakan adanya perbedaan kelarutan sampel pada pelarut NaOH 17,5% sehingga tidak semua komponen sampel alang-alang terlarut dengan nilai yang sama antar pengulangan. Tabel penyumbang ketidakpastian pengukuran dapat dilihat pada lampiran 4. Pengukuran penyumbang ketidakpastian pengukuran sangat bermanfaat juga dikarenakan perhitungan ketidakpastian pengukuran mampu mengetahui seberapa besar masing-masing sumber ketidakpastian pengukuran menjadi penyumbang ketidakpastian untuk hasil analisis α -selulosa pada sampel alang-alang.

4.2 Karakterisasi α -Selulosa

4.2.1 Karakterisasi α -selulosa menggunakan FT-IR

Karakterisasi α -selulosa menggunakan FT-IR dilakukan untuk mengetahui keberadaan α -selulosa dalam sampel alang-alang. Proses yang harus dilalui sebelum dilakukan karakterisasi yaitu proses asetosolv. Proses asetosolv merupakan proses yang dilakukan untuk memperoleh α -selulosa yang murni. Proses asetosolv merupakan proses pemisahan serat dengan menggunakan asam

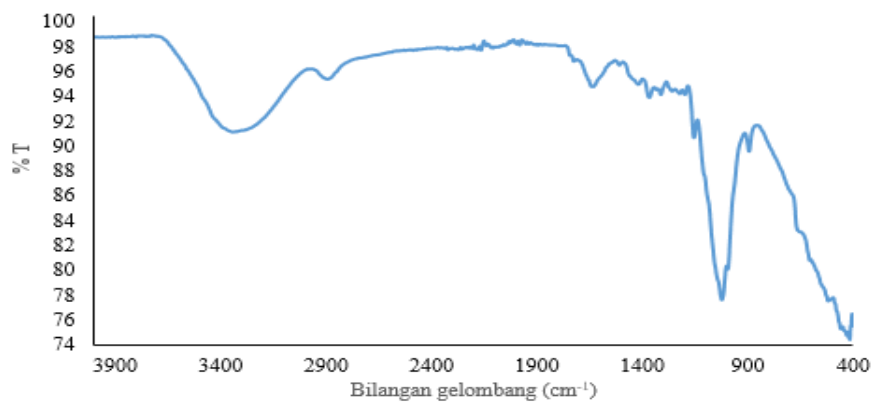
asetat sebagai pelarut organiknya. Pemurnian dilakukan dengan merendam sampel α -selulosa dengan asam asetat glasial. Perendaman berfungsi untuk menetralkan kandungan selain selulosa yang terdapat pada sampel selulosa. Kemudian dilakukan variasi penambahan terhadap larutan asam sulfat 10 mL sebagai katalis untuk mempercepat reaksi kimia yang terjadi. Proses asetosolv berlangsung selama 6 jam, hal ini mengacu pada penelitian Fitriyano (2016) bahwa waktu optimum untuk reaksi asetosolv adalah selama 6 jam. Hasil proses asetosolv berupa gumpalan-gumpalan cokelat kekuningan kemudian disaring dengan pompa *vacuum pump* kemudian dihasilkan sampel berupa endapan. Endapan yang dihasilkan dikeringkan dalam oven pada suhu 40°C sampai kering kemudian ditumbuk halus menggunakan mortar dan alu sehingga sampel α -selulosa berbentuk serbuk. Sampel serbuk inilah yang kemudian digunakan untuk pengujian karakterisasi menggunakan FTIR. Sampel α -selulosa yang dihasilkan dalam bentuk serbuk dapat dilihat pada Gambar 4.5.



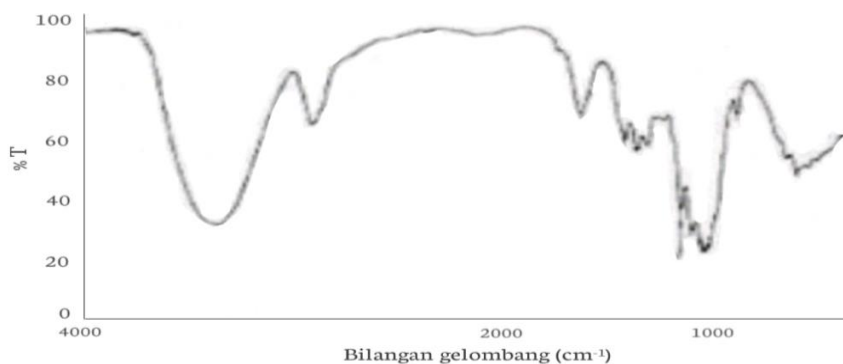
Gambar 4.5 Sampel α -Selulosa dalam Bentuk Serbuk

Karakterisasi FT-IR merupakan teknik yang sangat efektif dan efisien dalam menganalisis suatu gugus fungsi dalam senyawa. Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini lebih tepatnya adalah ATR-FTIR. Instrumen ini lebih efektif dalam pengujian, karena tanpa menggunakan KBr. Prinsip pengujian karakterisasi FTIR didasarkan pada intensitas dan panjang gelombang penyerapan masing-masing gugus melakukan vibrasi pada bilangan gelombang khasnya yang berasal dari radiasi infra merah.

Spektroskopi FTIR berkaitan erat dengan vibrasi. Hal yang menjadi acuan untuk melihat adanya vibrasi molekul dari senyawa organik adalah bilangan gelombang antara $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$. Karakterisasi FTIR dilakukan dengan melakukan pemantauan terhadap kenaikan intensitas pada molekul selulosa dan pengurangan intensitas pada gugus fungsi yang terdapat pada molekul lignin dengan tujuan sebagai penunjang untuk evaluasi hasil terkait senyawa yang diinginkan bahwa selulosa benar-benar telah terbentuk (Jufrinaldi, 2018). Hasil analisis karakterisasi sampel α -selulosa menggunakan FTIR kemudian dibandingkan dengan standar. Perbandingan spektrum IR dapat dilihat pada Gambar 4.6.



(a)



(b)

Gambar 4.6 Spektrum IR (a) α -selulosa dari alang-alang (b) α -selulosa standar

Berdasarkan Gambar 4.6 menunjukkan bahwa spektrum IR antara sampel dengan standar terjadi adanya peningkatan dan pengurangan intensitas gugus

fungsi. Peningkatan intensitas gugus fungsi dapat dilihat dengan terbentuknya ikatan C=O yang menunjukkan adanya vibrasi pada gugus karbonil pada bilangan gelombang 1633 cm^{-1} . Peningkatan intensitas terjadi pada saat adanya puncak serapan yang tajam pada bilangan gelombang 1633 cm^{-1} yang menunjukkan terbentuknya senyawa selulosa. Pengurangan intensitas gugus fungsi dapat dilihat dengan terbentuknya ikatan C-O yang menunjukkan adanya vibrasi pada gugus ester dari gugus asetil pada bilangan gelombang $1320\text{-}1210\text{ cm}^{-1}$. Selain itu, terdapat ikatan O-H pada bilangan gelombang 3336 cm^{-1} yang menunjukkan adanya vibrasi gugus hidroksil. Hal ini menunjukkan bahwa masih terdapat gugus hidroksil pada sampel α -selulosa alang-alang.

4.2.2 Pembuatan serat sebagai bahan mikrofilter

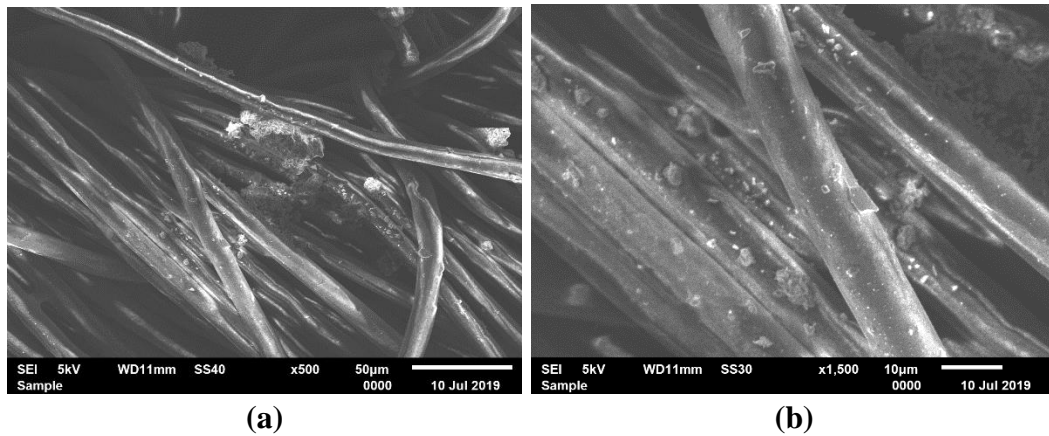
Pembuatan serat sebagai bahan mikrofilter merupakan lanjutan dari proses asetosolv. Endapan hasil proses asetosolv dicampurkan dengan diklorometan kemudian didiamkan selama 24 jam untuk menghasilkan larutan dope. Larutan dope tersebut kemudian dihamparkan di atas pelat kaca yang sudah diberi media kain poliester, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 40°C . Setelah itu, pelat kaca dimasukkan ke dalam koagulan isopropil alkohol selama 24 jam untuk membuat sampel menempel pada media kain poliester. Sampel kemudian dinetralkan dengan mencuci media kain poliester menggunakan air mengalir. Media kain poliester dikeringkan dalam oven pada suhu 40°C sampai kering. Kain poliester yang telah dilapisi dan menghasilkan serat sebagai bahan mikrofilter ini kemudian dikarakterisasi dengan SEM.

4.2.3 Karakterisasi bahan mikrofilter menggunakan SEM

Karakterisasi bahan mikrofilter menggunakan SEM merupakan analisis morfologi dengan pemeriksaan permukaan sampel menggunakan *scanning electron microscope* (SEM) secara luas. Kelebihan karakterisasi SEM adalah sangat mempermudah dalam menganalisis sampel α -selulosa alang-alang karena resolusi pembesaran yang digunakan tinggi dan struktur gambar yang terbentuk merupakan struktur 3 dimensi (Goldstein, dkk. 2012). Preparasi sampel dilakukan terlebih

dahulu sebelum dilakukan karakterisasi menggunakan SEM karena setiap karakterisasi memiliki ketentuan terhadap sampel yang akan dianalisis.

Mikrograf selulosa yang dianalisis berbentuk serat dengan menggunakan media kain poliester. Karakterisasi sampel α -selulosa yang dihasilkan ditunjukkan pada Gambar 4.7.



Gambar 4.7 Karakterisasi Menggunakan SEM dengan (a) pembesaran 500 kali (b) pembesaran 1500 kali

Menurut Nuha (2008) menyatakan bahwa analisis SEM sangat cocok digunakan untuk menganalisis permukaan kasar sebuah sampel dengan pembesaran sekitar 20 kali - 500.000 kali. Karakterisasi analisis SEM dilakukan dengan menggunakan pembesaran 500 kali dan 1500 kali. Hasil analisis bahan mikrofilter menggunakan SEM dapat diketahui ukuran partikelnya menggunakan bantuan *software* ImageJ. Ukuran partikel pada Gambar 4.7 diperoleh ukuran partikel dengan diameter sebesar 0,4868 μm . Sehingga dalam penelitian karakterisasi bahan mikrofilter menggunakan SEM menunjukkan bahwa dalam analisis terdapat morfologi serat α -selulosa pada sampel alang-alang dengan ukuran mikro.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa:

1. Nilai kadar α -selulosa sampel alang-alang (*Imperata cylindrica*) yang dianalisis secara titrimetri adalah sebesar $38,83 \pm 0,76$ %.
2. Hasil karakterisasi α -selulosa pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) menggunakan FT-IR menunjukkan bahwa sampel mengandung α -selulosa ditandai dengan hasil spektrum yang mengalami peningkatan intensitas gugus fungsi sehingga adanya ikatan gugus karbonil pada bilangan gelombang 1633 cm^{-1} dan hasil karakterisasi bahan mikrofilter pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) menggunakan SEM diperoleh diameter sebesar $0,4868 \text{ }\mu\text{m}$ yang menunjukkan bahwa pada terdapat morfologi serat α -selulosa pada sampel alang-alang ukuran mikro.

5.2 Saran

Saran yang direkomendasikan dalam penelitian penentuan kualitas selulosa pada alang-alang (*Imperata cylindrica*) adalah melakukan validasi metode terhadap metode penentuan α -selulosa secara titrimetri berdasarkan SNI 0444:2009 supaya membuktikan bahwa data analisis adalah valid. Harapan penelitian kedepannya terkait pengujian sampel untuk karakterisasi SEM dapat dilakukan di dalam kampus untuk memudahkan akses penelitian Tugas Akhir.

DAFTAR PUSTAKA

- Akbar Ali M., 2010, Pembuatan Membran Mikrofilter Zeolit Alam dengan Penambahan Semen Portland Putih, *Laporan Skripsi*, FST, Jakarta: Universitas Islam Negeri Syarif Hidayatullah.
- Aliya, N. H., Elyani, I., Sriwidodo, Muchtaridi, Muhtadi, A., dan Musfiroh, I., 2015, Epichlorohydrin As Crosslinking Agent For Synthesis Of Carboxymethyl Cellulose Sodium (Na-CMC) As Pharmaceutical Excipient From Water Hyacinth (*Eichornia Crassipes*.) *Int. J. Chem. Sci.*, 13, 1227-1237.
- Anonim, 2015, Mekanisme kerja Spektrofotometer ATR-FTIR, Forensicpedia
- Asra, R., Rivai, H., dan Astuty, W., 2017, Pengembangan dan Validasi Metode Analisis Betametason Tablet dengan Metode Absorbansi dan Luas Daerah di Bawah Kurva Secara Spektrofotometri Ultraviolet, *Jurnal Farmasi Higea*, 9, 118-126.
- Astin, A. A., 2019, Penentuan Okratoksin A dalam Kopi Instan Menggunakan *Liquid Chromatography* di Balai Pengujian Mutu Barang Jakarta, *Laporan Praktik Kerja Lapangan*, FMIPA, Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia (UII).
- Atika, K. D., 2018, Pemanfaatan Alang-Alang (*Imperata Cylindrica*) Sebagai Bahan Baku Papan Serat dengan Perekat Tepung Tapioka, *Skripsi*, Fakultas Pertanian, Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Ayyad, O. D. 2011. Novel Strategies The Synthesis of Metal Nanoparticle and Nanostructure, *Tesis*, Barcelona: Universitas de Barcelona.
- Bandiyah, S. A., 2012 dalam Triapriani, Y., 2016, Pembuatan Nanoselulosa dari Tandan Kosong Sawit dengan Metode Hidrolisis Asam, *Skripsi*, FMIPA, Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Beasley, M. M., Bartelink, E. J., Taylor, L., dan Miller. R. M., 2014, Comparison of transmission FTIR, ATR, and DRIFT spectra: implications for assessment of bone bioapatite diagenesis, *Archaeological Science*, 46, 16-22.
- BSN, SNI 0444:2009, *Cara Uji Kadar Selulosa Alfa, Beta, dan Gamma*, Badan Standardisasi Nasional (BSN).
- BSN, SNI 08-7070-2005, *Cara Uji Kadar air*, Badan Standardisasi Nasional (BSN).
- Dwinovantyo, A., 2016, Verifikasi Metode COD secara ASTM D-1252, Photometri SQ 118 dan EPA 410.3, Salinitas berdasarkan Standard Method 16th Edition dan Horiba U-10, dan DO secara yodometri dengan metode SNI 06-6989.14-2004, *ResearchGate*, 1-54, https://www.researchgate.net/publication/298824041_Verifikasi_Metode_Chemical_Oxygen_Demand_ASTM_D-1252_Photometri_SQ_118_dan_EPA_4103_Salinitas_Standard_Method_16th_Edition_dan_Horiba_U-10_dan_Dissolved_Oxygen_Metode_titrasi_yodometri_SNI_06-698914-2.
- Fitria, Ayu, R. I. R., Nurhasanah, A., Wardah, S., 2017, Analisis Pengaruh Pretreatment Eceng Gondok sebagai Bahan Baku Pembuatan Biogas, *Industrial Research*, 26, 35-41.
- Fitriyano, G., Abdullah, S., 2016, Sintesis Selulosa Asetat dari Pemanfaatan

- Limbah Kulit Pisang Diaplikasikan Sebagai Masker Asap Rokok, *Jurnal UMJ*, 9, 1-7.
- Gandjar, I. G., dan Rohman, A., 2013, *Kimia farmasi analisis: Edisi XI*, Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Goldstein, J., Newbury, D.E., Echlin, P., Joy, D.C., Romig, J. A.D., Lyman, C.E., Fiori, C., Lifshin, E., 2012, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: a Text for Biologists, Materials Scientists, and Geologists*, Springer Science and Business Media.
- Harianingsih, dan Farikha Maharani.,2018, Sintesis Membran Selulosa Asetat Cassava untuk Mikrofiltrasi Fe pada Limbah Batik Artifisial, *ITK*, 3, 36-40.
- Heming, W., 2008, *Ramuan Lengkap Herbal Taklukan Penyakit*, Jakarta: Niaga Swadaya.
- Indriyati, W., Musfiroh, I., Kusmawanti, R., Sriwidodo, dan Aliya N. H., 2016, Karakterisasi Carboxymethyl Cellulose Sodium (Na-CMC) dari Selulosa Eceng Gondok (*Eichhornia crassipes* (Mart.) Solms.) yang Tumbuh di Daerah Jatinangor dan Lembang, *IJPST*, 3, 99-110.
- Jalaluddin, Dewi, R., Irda, F., 2014, Pengaruh Waktu Perebusan dan Konsentrasi Pelarut Terhadap Produksi Pulp dari Ilalang, *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, 3, 23-32.
- Jufrinaldi, 2018, Isolasi Selulosa dari Bagas Tebu Melalui Pemanasan Iradiasi Gelombang Mikro, *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia UNPAM*, 2, 36 – 46.
- McDonald, J.A., Pinheiro, E.M., Kadlec, L., Schupbach, T., Montell, D.J., 2006, Multiple EGFR ligands participate in guiding migrating border cells, *Dev. Biol.*, 296, 94-103.
- Melinda, D. L., Sudarmin, dan Harjono, 2018, Ekstraksi Selulosa dari Limbah Pengolahan Agar Menggunakan Larutan NaOH sebagai Prekursor Bioetanol, *IJCS*, 7, 238-241.
- Mulyadi, I., 2019, Isolasi dan Karakterisasi Selulosa : Review, *Jurnal Sainatika Unpam*, 1, 177-182.
- Nasution, F., 2018, Pembuatan Tablet Efervesen Ekstrak Alang (*Imperata Cylindrica* (L.) P. Beauv) Menggunakan Metode Cetak Langsung, *Skripsi*, Fakultas Farmasi, Medan: Universitas Sumatera Utara (USU).
- Nuha, D. A., 2008, Analisa SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dalam Pemantauan Proses Oksidasi Magnetite Menjadi Hematite, *Itenas Library*, 7, 50-56.
- Nuringtyas, T. R., 2010, *Karbohidrat*, Yogyakarta: Gajah Mada University Press.
- Rahmidar, L., Wahidiniawati, S., Sudiarti, T., 2018, Pembuatan dan Karakterisasi Metil Selulosa dari Bonggol dan Kulit Nanas (*Ananas Comosus*), *ALOTROP*, 2, 88-96.
- Riyanto, 2014, *Validasi dan Verifikasi Metode Uji: sesuai dengan ISO/IEC 17025 Laboratorium Pengujian dan Kalibrasi*, Yogyakarta: Deepublish.
- Rodiani, T., dan Suprijadi, 2013, *Analisis Titrimetri dan Gravimetri: Kelas XI Semester 3*, Cianjur: Kementerian Pendidikan Nasional Pusat Pengembangan dan Pemberdayaan Pendidik dan Tenaga Kependidikan Pertanian Cianjur.
- Rowell, R. M., 2005, *Chemical modification of wood: Handbook of wood*

- chemistry and wood composites, *Boca Raton, Fla. : CRC Press*, 381-420.
- Samsiah, 2009, dalam Triapriani, Y., 2016, Pembuatan Nanoselulosa dari Tandan Kosong Sawit dengan Metode Hidrolisis Asam, *Skripsi*, FMIPA, Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Schechter, I., Barzilai, I.L., dan Bulatov, V., 1997, Online Remote Prediction of Gasoline Properties by Combined Optical Method, *Ana.Chim.Acta*, 339, 193-199.
- Song Y. Zhou J, Zhang L, Wu X., 2008, Homogenous Modification of Cellulose with Acrylamide in NaOH/Urea Aqueous Solutions, *Carbohydrate Polymers*, 73, 18-25.
- Sulistiyani, M., 2018, Spektroskopi *Fourier Transform Infra Red* Dengan Metode Reflektansi (ATR-FTIR) pada Optimasi Pengukuran Spektrum Vibrasi Vitamin C, *Universitas Negeri Semarang: ISSN 2621-0878*, 1, 39-43.
- Sunardi, Susanna, T. S., Nuraini. E., 2007, Ketidakpastian Pengukuran pada metode AANC untuk Analisis N, P, K, Si, Al, Cu, Fedalam Cuplikan Sedimen, *Prosiding PPI – PDIPTN BATAN*, 256-262.
- Sutiya, B., Wiwin, T. I., Rahmadi, A., Sunardi, 2012, Kandungan Kimia dan Sifat Serat Alang-Alang (*Imperata Cylindrica*) Sebagai Gambaran Bahan Baku Pulp dan Kertas, *BIOSCIENTIAE*, 9, 8-19.
- Thompson, T.J.U., Gauthier, M., dan Islam, M., 2009. The Application of a New Method of Fourier Transform Infrared Spectroscopy to the Analysis of Burned Bone, *Archaeological Science*, 36, 910-914.
- Triapriani, Y., 2016, Pembuatan Nanoselulosa dari Tandan Kosong Sawit dengan Metode Hidrolisis Asam, *Skripsi*, FMIPA, Bandar Lampung: Universitas Lampung.
- Wibisono, I., Leonardo, H., Antaresti, Aylianawati, 2011, Pembuatan Pulp dari Alang-Alang, *Widya Teknik*, 10, 11-20.
- Yudhanto, F., 2016, Proses Pembuatan Plastik Biodegradable dari Bahan Selulosa Serat Alam (Agave Sisalana) dan Chitosan, *Usulan Penelitian Dosen Muda, Teknik Mesin Otomotif Dan Manufaktur Program Vokasi*, Yogyakarta: Universitas Muhammadiyah Yogyakarta (UMY).
- Zugenmaier, P. 2008. *In Crystalline Cellulose and Derivatives: Characterization and Structures*. Berlin :Springer Series in Wood Science, Springer-Verlag.

LAMPIRAN

Lampiran 1

Pembuatan Reagen

1. Larutan NaOH 10%

Diketahui :

Volume yang dibuat = 100 mL

Konsentrasi NaOH yang dibuat = 17,5 %

Ditanya : berapa massa NaOH yang ditimbang?

Penyelesaian :

$$\% \text{ b/v} = \frac{m \text{ NaOH}}{V \text{ larutan}} \times 100\%$$

$$17,5 \% = \frac{m \text{ NaOH}}{100 \text{ mL}} \times 100\%$$

$$m \text{ NaOH} = 17,5 \text{ g}$$

2. Larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,5 N

Diketahui :

Volume yang dibuat = 25 mL

Mr $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 294,19 \text{ g/mol}$

Ekivalen = 6 ekivalen

Konsentrasi $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang dibuat = 0,5 N

Ditanya : berapa massa $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ yang ditimbang?

Penyelesaian :

$$N \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = \frac{m \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times n}{\text{Mr K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times \frac{1000}{V}$$

$$0,5 \text{ N} = \frac{m \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 6 \text{ ekivalen}}{294,19 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{25 \text{ mL}}$$

$$m \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0,6129 \text{ g}$$

3. Larutan $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Diketahui :

Volume yang dibuat = 100 mL

Mr $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 392,14 \text{ g/mol}$

Ekivalen = 1 ekivalen

Konsentrasi $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang dibuat = 0,1 N

Ditanya : berapa massa $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ yang ditimbang?

Penyelesaian :

$$N (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{m (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times n}{\text{Mr} (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}} \times \frac{1000}{V}$$

$$0,1 \text{ N} = \frac{m (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} \times 1}{392,14 \text{ g/mol}} \times \frac{1000}{100 \text{ mL}}$$

$$m (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 3,9214 \text{ g}$$

4. Standardisasi $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1 N

Diketahui :

$$\text{Massa } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 0,0613 \text{ g}$$

$$\text{BE } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 = 49,0316 \text{ mg/mgrek}$$

$$\text{Volume titrasi yang dibutuhkan } ((\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 12 \text{ mL}$$

Ditanyakan : Normalitas $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$?

Penyelesaian :

$$N (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{m \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}{\text{BE } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times \frac{1000}{V}$$

$$N (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = \frac{0,0613 \text{ g}}{49,0316 \text{ mg/mgrek}} \times \frac{1000}{12 \text{ mL}}$$

$$N (\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O} = 0,104 \text{ N}$$

Lampiran 2

Penentuan Rendemen

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{\text{berat kering oven}}{\text{berat kering awal}} \times 100 \%$$

$$\text{Rendemen (\%)} = \frac{220 \text{ g}}{270 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$\text{Rendemen (\%)} = 81,48\%$$

Penentuan Kadar Air

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \%$$

$$\text{Kadar air (\%)} = \frac{2,0000 \text{ g} - 1,8644 \text{ g}}{2,0000 \text{ g}} \times 100 \%$$

$$\text{Kadar air (\%)} = 6,78 \%$$

Lampiran 3

Penentuan Konsentrasi α -Selulosa dalam Alang-alang (*Imperata cylindica*)

$$C \text{ sampel (\%)} = 100 - \frac{6,85 (V1 \text{ (mL)} - V2 \text{ (mL)}) \times N \times 20}{A \text{ (mL)} \times W \text{ (g)}}$$

a. Volume 2,52 mL

$$C \text{ sampel} = 100 - \frac{6,85 (4,21 \text{ mL} - 2,52 \text{ mL}) \times 0,1 \text{ N} \times 20}{2,5 \text{ mL} \times 0,1500 \text{ g}}$$

$$C \text{ sampel} = 38,26 \%$$

b. Volume 2,54 mL

$$C \text{ sampel} = 100 - \frac{6,85 (4,21 \text{ mL} - 2,54 \text{ mL}) \times 0,1 \text{ N} \times 20}{2,5 \text{ mL} \times 0,1500 \text{ g}}$$

$$C \text{ sampel} = 38,99 \%$$

c. Volume 2,51 mL

$$C \text{ sampel} = 100 - \frac{6,85 (4,21 \text{ mL} - 2,51 \text{ mL}) \times 0,1 \text{ N} \times 20}{2,5 \text{ mL} \times 0,1500 \text{ g}}$$

$$C \text{ sampel} = 37,89 \%$$

d. Volume 2,52 mL

$$C \text{ sampel} = 100 - \frac{6,85 (4,21 \text{ mL} - 2,52 \text{ mL}) \times 0,1 \text{ N} \times 20}{2,5 \text{ mL} \times 0,1500 \text{ g}}$$

$$C \text{ sampel} = 38,26 \%$$

e. Volume 2,55 mL

$$C \text{ sampel} = 100 - \frac{6,85 (4,21 \text{ mL} - 2,55 \text{ mL}) \times 0,1 \text{ N} \times 20}{2,5 \text{ mL} \times 0,1500 \text{ g}}$$

$$C \text{ sampel} = 39,35 \%$$

f. Volume 2,57 mL

$$C \text{ sampel} = 100 - \frac{6,85 (4,21 \text{ mL} - 2,57 \text{ mL}) \times 0,1 \text{ N} \times 20}{2,5 \text{ mL} \times 0,1500 \text{ g}}$$

$$C \text{ sampel} = 40,09 \%$$

g. Volume 2,54 mL

$$C \text{ sampel} = 100 - \frac{6,85 (4,21 \text{ mL} - 2,54 \text{ mL}) \times 0,1 \text{ N} \times 20}{2,5 \text{ mL} \times 0,1500 \text{ g}}$$

$$C \text{ sampel} = 38,99 \%$$

$$C \text{ sampel rata-rata} = \frac{38,26 \% + 38,99 \% + 37,89 \% + 38,26 \% + 39,35 \% + 40,09 \% + 38,99 \%}{7}$$

$$= 38,83 \%$$

Lampiran 4

Parameter Pengujian

1. Penentuan Nilai Presisi

Tabel Penentuan Hasil Presisi

No	X _i (%)	(X _i - \bar{X}) %	(X _i - \bar{X}) ² %
1.	38,26	-0,57	0,32
2.	38,99	0,16	0,03
3.	37,89	-0,94	0,88
4.	38,26	-0,57	0,32
5.	39,35	0,52	0,27
6.	40,08	1,25	1,56
7.	38,99	0,16	0,03
\bar{X} =	38,83	$\Sigma (X_i - \bar{X})^2 =$	3,42

$$SD = \sqrt{\frac{\Sigma (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$SD = \sqrt{\frac{3,42}{7-1}}$$

$$SD = 0,75 \%$$

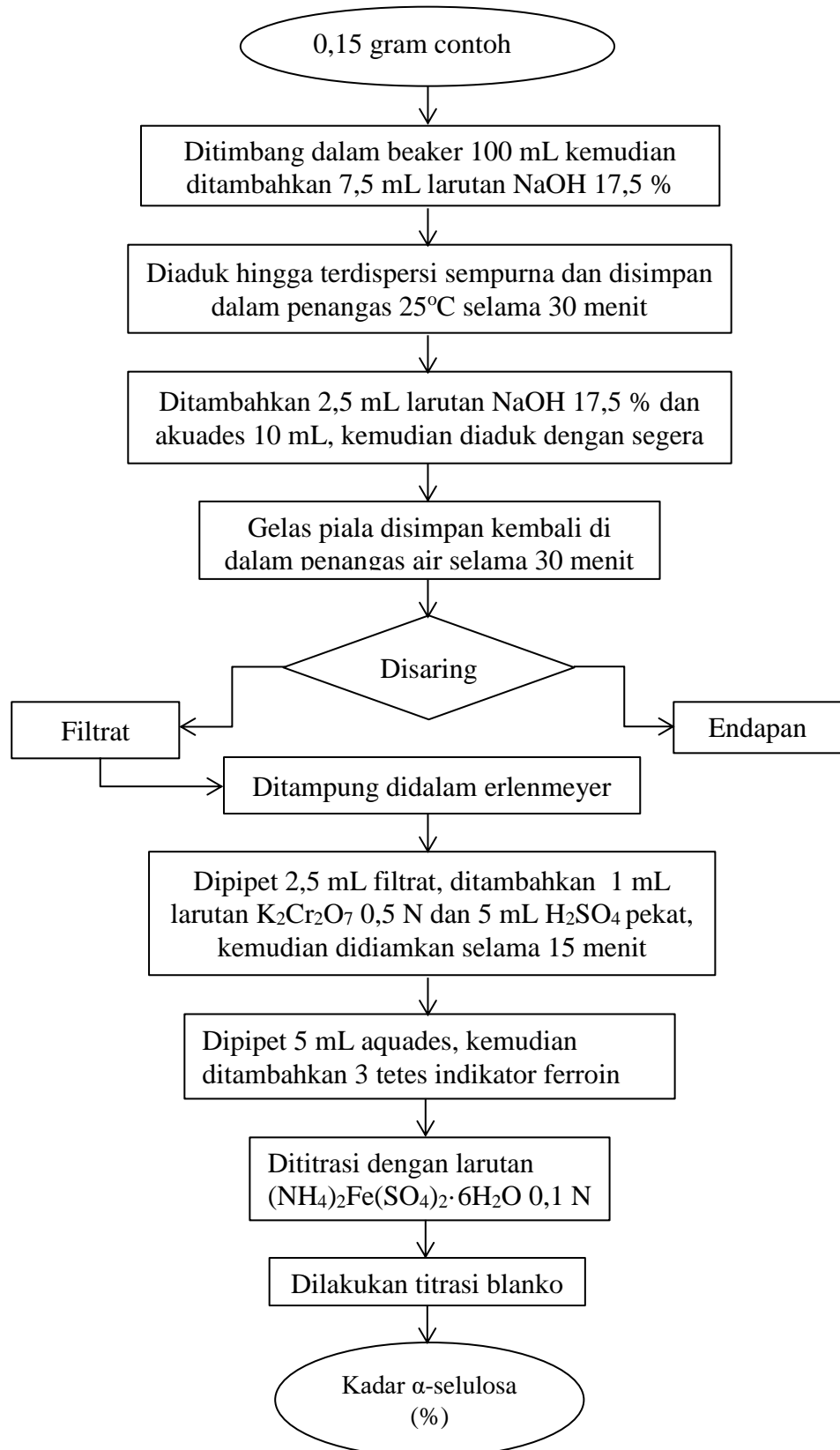
$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

$$\%RSD = \frac{0,75 \%}{38,83 \%} \times 100\%$$

$$\%RSD = 1,94 \%$$

2. Estimasi Ketidakpastian

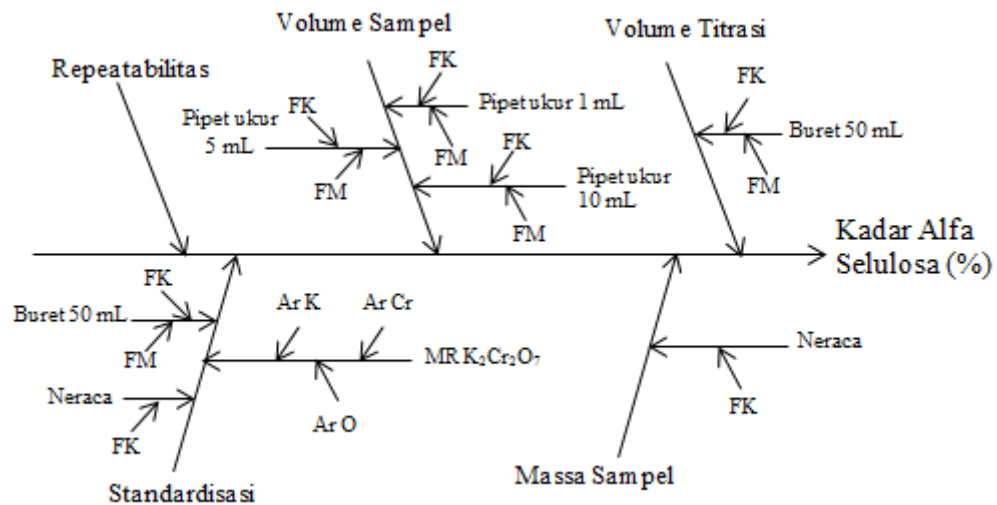
a. Langkah Kerja



b. Rumus Penentuan Kadar α -Selulosa

$$C \text{ sampel (\%)} = 100 - \frac{6,85 (V1 \text{ (mL)} - V2 \text{ (mL)}) \times N \times 20}{A \text{ (mL)} \times W \text{ (g)}}$$

c. Diagram tulang ikan



1. Massa sampel

Ketidakpastian Neraca Analitik

$$\mu \text{ Kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0,0001 \text{ g}}{\sqrt{3}} = 0,00006 \text{ g}$$

2. Volume sampel

a. Ketidakpastian Pipet Ukur 1 mL

$$\mu \text{ Kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0,006 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0024 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{V \times \Delta T \times \sigma}{k} = \frac{1 \text{ mL} \times 5^\circ\text{C} \times 0,00021 \text{ C}^{-1}}{\sqrt{3}} = 0,0006 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Gabungan} = \sqrt{(\mu_{\text{kal}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} = \sqrt{(0,0024)^2 + (0,0006)^2} = 0,0025 \text{ mL}$$

b. Ketidakpastian Pipet Ukur 5 mL

$$\mu \text{ Kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0,03 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0122 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{V \times \Delta T \times \sigma}{k} = \frac{5 \text{ mL} \times 5^\circ\text{C} \times 0,00021 \text{ C}^{-1}}{\sqrt{3}} = 0,0030 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Gabungan} = \sqrt{(\mu_{\text{kal}})^2 + (\mu_{\text{muai}})^2} = \sqrt{(0,0122)^2 + (0,0030)^2} = 0,0126 \text{ mL}$$

c. Ketidakpastian Pipet Ukur 10 mL

$$\mu \text{ Kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0,05 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0204 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{V \times \Delta T \times \sigma}{k} = \frac{10 \text{ mL} \times 5^{\circ}\text{C} \times 0,00021 \text{ C}^{-1}}{\sqrt{3}} = 0,0060 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Gabungan} = \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 + (\mu \text{ muai})^2} = \sqrt{(0,0204)^2 + (0,0060)^2} = 0,0213 \text{ mL}$$

3. Volume Titration

$$\mu \text{ Kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0,05 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0204 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{V \times \Delta T \times \sigma}{k} = \frac{50 \text{ mL} \times 5^{\circ}\text{C} \times 0,00021 \text{ C}^{-1}}{\sqrt{3}} = 0,0303 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Gabungan} = \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 + (\mu \text{ muai})^2} = \sqrt{(0,0204)^2 + (0,0303)^2} = 0,0365 \text{ mL}$$

4. Repeatability

$$\mu \text{ Kalibrasi} = \frac{SD}{\sqrt{n}} = \frac{0,75}{\sqrt{7}} = 0,2835 \text{ mL}$$

5. Standardization

a. Relative Molecular Mass

$$\mu \text{ K}_2 = \frac{s}{k} \times n = \frac{0,0001}{\sqrt{3}} \times 2 = 0,0001 \text{ g/mol}$$

$$\mu \text{ Cr}_2 = \frac{s}{k} \times n = \frac{0,0006}{\sqrt{3}} \times 2 = 0,00069 \text{ g/mol}$$

$$\mu \text{ O}_7 = \frac{s}{k} \times n = \frac{0,0003}{\sqrt{3}} \times 7 = 0,0012 \text{ g/mol}$$

$$\begin{aligned} \mu \text{ Gabungan} &= \sqrt{(\mu \text{ K}_2)^2 + (\mu \text{ Cr}_2)^2 + (\mu \text{ O}_7)^2} \\ &= \sqrt{(0,0001)^2 + (0,00069)^2 + (0,0012)^2} \\ &= 0,0014 \text{ g/mol} \end{aligned}$$

b. Volume Titration

$$\mu \text{ Kalibrasi} = \frac{s}{k} = \frac{0,05 \text{ mL}}{\sqrt{6}} = 0,0204 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Muai} = \frac{V \times \Delta T \times \sigma}{k} = \frac{50 \text{ mL} \times 5^{\circ}\text{C} \times 0,00021 \text{ C}^{-1}}{\sqrt{3}} = 0,0303 \text{ mL}$$

$$\mu \text{ Gabungan} = \sqrt{(\mu \text{ kal})^2 + (\mu \text{ muai})^2} = \sqrt{(0,0204)^2 + (0,0303)^2} = 0,0365 \text{ mL}$$

c. Mass of Standard Primer

Tabel Penentuan Ketidakpastian dari Bahan Standar Primer

No	m (g)	(m - \bar{m})	(m - \bar{m}) ²
1.	0,06125	2,5 x 10 ⁻⁵	6,25 x 10 ⁻¹⁰
2.	0,0613	-2,5 x 10 ⁻⁵	6,25 x 10 ⁻¹⁰
\bar{m} =	0,061275	$\Sigma(m - \bar{m})^2 =$	1,25 x 10 ⁻⁹

$$S = \sqrt{\frac{\sum(m - \bar{m})^2}{(n-1)}} = \sqrt{\frac{1,25 \times 10^{-9}}{(2-1)}} = 3,54 \times 10^{-5} \text{ g}$$

$$\mu \text{ gabungan} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \frac{3,54 \times 10^{-5}}{\sqrt{2}} = 2,5 \times 10^{-5} \text{ g}$$

6. Ketidakpastian Gabungan Konsentrasi α -Selulosa

Tabel sumber ketidakpastian dari kadar α -selulosa

Sumber	Nilai x	Satuan	$\mu(x)$	$\mu(x)/x$	Kuadrat
Massa sampel	0,1500	G	$\frac{5,77}{5} \times 10^{-5}$	0,00038	$1,48 \times 10^{-7}$
Volume sampel	1	ml	0,0025	0,00252	$6,37 \times 10^{-6}$
	5	ml	0,0126	0,00252	
	10	ml	0,0213	0,00213	$4,53 \times 10^{-6}$
Volume titrasi	50	ml	0,0365	0,00073	$5,34 \times 10^{-7}$
Repeatabilitas	0,75		0,2835	0,37796	0,142857
Massa Molekul Relatif	294,19	g/mol	0,0014	$4,8 \times 10^{-6}$	$2,27 \times 10^{-11}$
Volume Titrasi	50	ml	0,0365	0,00073	$5,34 \times 10^{-7}$
Massa Bahan Standar Primer	0,0613	g	$2,5 \times 10^{-5}$	0,00041	$1,66 \times 10^{-7}$
$\Sigma (\mu(x)/x)^2$					0,1429
μ Gabungan					0,3779
μ diperluas					0,7559

a. Ketidakpastian Gabungan

$$\mu \text{ Gabungan} =$$

$$\sqrt{\left(\frac{\mu m_1}{m_1}\right)^2 + \left(\frac{\mu v_1}{v_1}\right)^2 + \left(\frac{\mu v_2}{v_2}\right)^2 + \left(\frac{\mu v_3}{v_3}\right)^2 + \left(\frac{\mu va}{va}\right)^2 + \left(\frac{\mu p}{p}\right)^2 + \left(\frac{\mu M}{M}\right)^2 + \left(\frac{\mu va}{va}\right)^2 + \left(\frac{\mu m_2}{m_2}\right)^2}$$

$$\mu \text{ Gabungan} =$$

$$\sqrt{\left(\frac{5,77 \times 10^{-5}}{0,1500}\right)^2 + \left(\frac{0,0025}{1}\right)^2 + \left(\frac{0,0126}{5}\right)^2 + \left(\frac{0,0213}{10}\right)^2 + \left(\frac{0,0365}{50}\right)^2 + \left(\frac{0,2835}{0,75}\right)^2 + \left(\frac{0,0014}{294,19}\right)^2 + \left(\frac{0,0365}{50}\right)^2 + \left(\frac{2,5 \times 10^{-5}}{0,0613}\right)^2}$$

$$\mu \text{ Gabungan} =$$

$$\sqrt{(0,00038)^2 + (0,00252)^2 + (0,00252)^2 + (0,00213)^2 + (0,00073)^2 + (0,37796)^2 + (4,8 \times 10^{-6})^2 + (0,00073)^2 + (0,00041)^2}$$

$$\mu \text{ Gabungan} = 0,3779$$

b. Ketidakpastian diperluas

$$\mu \text{ Gabungan} = 0,3779$$

Tingkat kepercayaan 95%, $k = 2$

$$U = k \times \mu_c$$

$$= 2 \times 0,3779$$

$$= 0,7559$$

Hasil uji pada tingkat kepercayaan 95% menunjukkan bahwa ketidakpastian pada kadar α -selulosa dari alang-alang diperoleh sebesar $(38,83 \pm 0,7559 \%)$.