Journal of Tropical AgriFood 2021; 3(2): 101-113 *p-ISSN 2685-3590*
Artikel Riset *e-ISSN 2685-3604*

SINTESIS DAN KARAKTERISASI SODIUM KARBOKSIMETIL SELULOSA DARI SERABUT KELAPA SAWIT

Synthesis and Characterization of Sodium Carboxy Methyl Cellulose from Oil Palm Fruit Fibers

Agustu Sholeh Pujokaroni[1,*], Djagal Wiseso Marseno[2], Yudi Pranoto[2]

[1]Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Fakultas Pertanian, Universitas Mulawarman, Samarinda.
[2]Jurusan Teknologi Pangan Hasil Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
**) Penulis korespondensi: agustusp.25@gmail.com*

Submisi: 6.11.2021; Diterima: 30.11.2021; Dipublikasikan: 20.9.2022

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metode pembuatan CMC dari serabut buah kelapa sawit (SBS). Dua tahapan percobaan dilakukan, yaitu penyiapan selulosa dari SBS dan pembuatan CMC menggunakan selulosa SBS dari perlakuan terpilih. Percobaan tahap pertama merupakan percobaan faktor tunggal (konsentrasi NaOH 5,0-17,5%), sedangkan percobaan tahap kedua merupakan percobaan faktorial (konsentrasi NaOH 5-20%, dan kadar Natrium monokhloro asetat/NaMCA 3-7 g). Setiap perlakuan diulang lima kali. Parameter yang diamati pada percobaan tahap pertama adalah rendemen, kadar selulosa, kadar air, dan kadar abu. Parameter yang diamati pada percobaan tahap kedua adalah hasil, kadar air, kemurnian, kelarutan, viskositas, dan derajat substitusi. CMC SBS dengan karakter terbaik dari percobaan kedua kemudian dianalisis dengan sinar-X dan FTIR. Kecuali data difraksi sinar-X dan spektrum FTIR yang dianalisis secara deskriptif, data lainnya dianalisis dengan ANOVA. Hasil penelitian menunjukkan bahwa metode penyiapan selulosa dari SBS dengan formula 5% w/v dalam 15% NaOH merupakan metode paling potensial (rendemen dan kadar selulosa bertuut-turut adalah 25,50% dan 63,34%) dan dipilih sebagai metode penyiapan selulosa SBS. Pada percobaan CMC dari selulosa SBS, ditunjukkan bahwa konsentrasi NaOH dan kadar NaMCA serta interaksinya memberikan pengaruh nyata ($p<0,05$) terhadap hasil, kadar air, kemurnian, kelarutan, viskositas, dan derajat substitusi CMC. Metode penyiapan CMC menggunakan formula 5 g selulosa SBS dalam sistem 100 mL isopropanol dan 20 mL 15% NaOH dan 6 gram NaMCA merupakan metode potensial yang menghasilkan CMC SBS dengan karakteristik derajat substitusi 1,19, viskositas 4,1 cps, dan kelarutan 60,25%. Hasil, kemurnian, dan kadar air CMC SBS yang dihasilkan berturut-turut adalah 156,35%, 86,44%, dan 11,83%. CMC SBS yang dihasilkan tersebut mempunyai karakter difraksi sinar-X dan spektrum FTIR yang serupa dengan tepung selulosa dan CMC komersial.

Kata kunci: sabut buah sawit, selulosa, CMC

ABSTRACT

The purpose of this study was to obtain the processing method CMC from oil palm fruit fibers (OPFF) and to describe the CMC produced. Two stages of the experiment were carried out, (i) the preparation of cellulose from OPFF, and (ii) the CMC processsing using OPFF cellulose as raw material from the selected treatment from stage-1. The first stage of the experiment was a single factor experiment, namely the concentration of NaOH (5.0-17.5%), while the second stage was a factorial experiment with the first factors was the concentration of NaOH (5-20%) and the second factor was the amount of Sodium monochloro acetate (NaMCA) (3-7 g). Each treatment in the experiment was repeated five times. The parameters observed in the first stage of the experiment were yield, cellulose content, moisture content, and ash content. The parameters observed in the second stage of the experiment were yield, moisture content, purity, solubility, viscosity, and degree of substitution. The CMC produced using selected processing method was analysed for X-ray

DOI: http://dx.doi.org/10.35941/jtaf.3.2.2021.6656.101-113

diffraction pattern and FTIR-spectra. Except X-ray diffraction pattern and FTIR spectra, which were analyzed descriptively, other data were analysed by ANOVA. The results showed that the processing method of cellulose from OPFF with a formula of 5% w/v in 15% NaOH was the most potential method (cellulose content and yield were 63.34% and 25.50%, respectively) and chosen as cellulose preparation method for the second stage of the experiment. NaOH concentration and the amount of NaMCA and their interactions affected significantly ($p<0.05$) on yield, moisture content, purity, solubility, viscosity, and degree of substitution of CMC from OPFF cellulose. The processing method of CMC from OPFF cellulose using the formula of 5 g OPFF cellulose in 100 mL isopropanol and 20 mL of 15% NaOH and 6 grams of NaMCA is a potential method that produces CMC OPFF with a substitution degree of 1.19, a viscosity of 4.1 cps, and a solubility of 60.25%. The yield, purity, and water content of CMC OPFF produced were 156.35%, 86.44%, and 11.83%, respectively. The resulting SBKS OPFF has an X-ray diffraction character and FTIR spectrum similar to commercial cellulose and CMC.

Keyword: Palm fiber, Cellulose, CMC

PENDAHULUAN

Indonesia memiliki sumber daya alam yang melimpah terutama dalam produk tanaman agroindustri. Tanaman agroindustri yang menjadi komoditas ekspor terbesar indonesia adalah kelapa sawit. Bagian yang sering diolah dari kelapa sawit adalah buah, menghasilkan minyak kelapa sawit yang diolah menjadi minyak goreng dan berbagai jenis turunannya. Dari satu ton tandan buah segar (TBS) akan menghasilkan limbah produksi dalam bentuk tandan kosong, sabut dan cangkang biji yang jumLah masing-masing sekitar 23 %, 13,5 % dan 5,5 %. Dengan besarnya jumLah limbah sabut kelapa sawit sebanyak 135 kg per ton produksi kelapa sawit. Sehingga, sabut kelapa sawit berpotensi untuk diolah menjadi produk lain yang bisa meningkatkan nilai tambahnya.

Selulosa merupakan polimer rantai lurus dengan berat molekul yang tinggi secara alami, dapat diperbaharui dan bisa didaur ulang (Rachtanapun *et al.*, 2012). Dengan banyaknya bagian kristalin dan kuatnya ikatan inter dan intra-molekul yang kuat pada rantai hidrogen selulosa, menyebabkan selulosa sulit larut pada berbagai macam jenis pelarut organik. Penggunaan NaOH dalam proses isolasi selulosa bertujuan untuk membuka bagian kristalin pada selulosa sehingga dapat memisahkan lignin dan hemiselulosa yang masih terikat untuk mendapatkan selulosa murni. NaOH mempunyai kemampuan untuk memutus rantai lignin yang terikat dengan selulosa (Abdel-Mohdy *et al.*, 2009). Untuk meningkatkan kegunaannya, maka langkah alternatifnya adalah mengubah selulosa menjadi produk turunannya yaitu *Carboxymethylcellulosa* (CMC) melalui reaksi kimia. Kemampuan CMC yang dapat larut dalam air merupakan keunggulan yang banyak diaplikasikan pada industri makanan, detergen, kosmetik, farmasi, tekstil, kertas, dan untuk keramik. Khusus dibidang pangan, CMC digunakan sebagai *stabilizer, thickener, adhesive, gelling agent dan emulsifier* (Cash dan Caputo, 2010).

Sintesis CMC dari berbagai limbah pertanian yang merupakan sumber selulosa telah dilakukan antara lain dari batang pisang cavendis (Adinugraha *et al.*, 2005), kulit durian (Rachtanapun *et al*., 2012), eceng gondok (Saputra et al., 2014), dan Lantana camara (Varshney *et al*., 2006). Hasil penelitian tersebut menunjukkan bahwa konsentrasi NaOH yang diberikan memberikan pengaruh terhadap karakteristik solulosa yang dihasilkan.

Dapía *et al.* (2003), mengatakan Sintesis CMC diawali dari perubahan selulosa menjadi alkali selulosa yang direaksikan dengan NaOH, kemudian dilanjutkan dengan substitusi gugus hidroksil dari selulosa oleh gugus

karboksi metil yang direaksikan dengan sodium monokloroasetat (NaMCA). Penambahan NaMCA sebagai bahan pensubstitusi mempengaruhi Derajat Substitusi (DS) dari CMC yang dihasilkan. DS merupakan jumLah rata-rata dari gugus hidroksil yang tersubtitusi per unit anhidroglukosa. Penelitian tentang sintesis CMC dari *Cavendish banana pseudo stem* (Adinugraha *et al.*, 2005) menunjukkan bahwa pemberian NaOH dan jumLah NaMCA akan mempengaruhi Derajat substitusi CMC yang dihasilkan.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui cara mengolah serabut kelapa sawit menjadi CMC dan mengkarakterisasi CMC yang dihasilkan dengan menggunakan NaOH dan NaMCA.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Serabut kelapa sawit diperoleh limbah produksi minyak kelapa sawit. Diambil dari perkebunan kelapa sawit di Samarinda, Provinsi Kalimantan Timur.

Metode

Rancangan percobaan dan analisis data

Penelitian ini dilakukan dalam dua tahapan percobaan, pertama adalah penyiapan selulosa dari serabut buah kelapa sawit (SBS) dilanjutkan dengan percobaan kedua yaitu sintesis CMC menggunakan tepung selulosa SBS terpilih dari percobaan tahap pertama.

Percobaan tahap pertama dilakukan menggunakan rancangan acak lengkap dengan perlakuan 5, faktor konsentrasi NaOH sebesar 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0; and 17,5 %. Percobaan tahap kedua adalah percobaan faktorial dengan faktor pertama adalah kadar Natrium monokhloro asetat (3, 4, 5, 6, 7 g) dan faktor kedua adalah konsentrasi larutan NaOH (5, 10, 15, dan 20%). Parameter yang diamati untuk percobaan tahap pertama adalah rendemen, kadar selulosa, kadar air dan kadar abu, sedangkan pada percobaan tahap kedua parameter yang diamati adalah hasil CMC, viskositas, kemurnian, kelarutan, derajat subtitusi dan kadar air. Data dianalisis dengan ANOVA dilanjutkan dengan uji BNT. X-Ray diffraction digunakan untuk melihat kristalinitas dan FT-IR digunakan untuk melihat gugu fungsional dari selulosa SBS dan CMC SBS.

Prosedur Penelitian

Ekstraksi selulosa

Ekstraksi selulosa dari serabut kelapa sawit menggunakan metode alkalisasi (Pouyet *et al.*, 2014) dengan modifikasi. Proses ekstraksi selulosa serabut kelapa sawit dimulai dengan preparasi serabut kelapa sawit. Serabut kelapa sawit dipotong kecil-kecil, dikeringkan dengan sinar matahari. Setelah dikeringkan, selanjutnya dilakukan penggilingan dan pengayakan dengan ukuran 80 mesh kemudian dianalisis kadar air, kadar abu dan kadar selulosa terhadap tepung serabut kelapa sawit. Selanjutnya ekstraksi selulosa serabut kelapa sawit, yaitu 5 g tepung serabut kelapa sawit dimasak dengan 100 mL larutan NaOH (5; 7,5; 10; 12,5; 15; 17,5%) dengan suhu 100ºC selama 3,5 jam yang bertujuan untuk melarutkan komponen non selulosa. Padatan yang tertinggal kemudian dilakukan penyaringan dan pencucian dengan air bersih untuk menghilangkan sisa NaOH. Kemudian ditambahkan 25 mL asam asetat glacial, 10 g NaCl dan ditambahkan aquadest menjadi 500 mL, dimasak pada suhu 60ºC selama 1 jam. Selanjutnya dilakukan penyaringan dan pencucian sebanyak 5 kali untuk menghilangkan residu asam asetat glacial dan NaCl.

Bleaching pertama dilakukan menggunakan larutan 12% NaOCl sebanyak 250 mL dengan ditambahkan aquadest menjadi 500 mL, dipanaskan pada suhu 60ºC selama 3 jam. Kemudian dilakukan penyaringan dan pencucian sebanyak 10 kali menggunakan air bersih sampai sisa NaOCl hilang, untuk penguji-

DOI: http://dx.doi.org/10.35941/jtaf.3.2.2021.6656.101-113

an hilangnya NaOCl menggunakan indikator phenolptealin. *Bleaching* kedua menggunakan larutan Na-bisulfit 3% sebanyak 250 mL dan ditambahkan aquadest menjadi 500 mL, kemudian dipanaskan pada suhu 60ºC selama 3 jam. Dilakukan dekantasi dan pencucian sebanyak 10 kali untuk menghilangkan sisa Na-bisulfit dan disaring. Selulosa yang diperoleh selanjutnya dikeringkan dengan menggunakan *cabinet dryer* pada suhu 50ºC selama 8 jam.

Sintesis CMC

Selulosa serabut kelapa sawit kemudian dilanjutkan dengan proses karboksimetilasi (Joshi *et al.*, 2015) dengan modifikasi. Tepung selulosa serabut kelapa sawit sebanyak lima gram, ditambahkan 100 mL isopropanol dan dialkalisasi dengan 20 mL larutan NaOH pada berbagai konsentrasi (5, 10, 15, dan 20%). Campuran tersebut kemudian di *shaker* dalam *waterbath* pada suhu 25ºC selama 1 jam. Setelah dilakukan alkalisasi kemudian dilakukan proses karboksimetilasi dengan menambahkan 3, 4, 5, 6 dan 7 g NaMCA. Proses ini dilakukan dalam *waterbath* yang dilengkapi dengan *shaker* selama 3 jam pada suhu 55ºC. Selanjutnya dilakukan penetralan dengan asam asetat 96%. Setelah *slurry* tersebut netral maka dilakukan penyaringan dan pencucian sebanyak 4 kali dengan larutan alkohol 96%. Padatan yang diperoleh dari hasil penyaringan kemudian dikeringkan dengan menggunakan *cabinet dryer* dengan suhu 60ºC selama 8 jam.

Analisis tepung selulosa dari Serabut Buah Sawit (SBS)

Rendemen

Penentuan rendemen selulosa SBS dilakukan dengan menghitung berat selulosa dibagi dengan berat sampel yang digunakan dikali 100.

Kadar selulosa

Analisis karakteristik serabut kelapa sawit meliputi lignin, selulosa, dan hemiselulosa dilakukan dengan metode Datta (Chesson, 1981). Sampel dikeringkan pada suhu 105ºC sampai bobot konstan. Satu gram sampel kering ditambahkan 150 mL aquades, dididihkan selama 1,5 jam disertai dengan pendingin balik, disaring, dan residunya dicuci sehingga didapatkan residu pertama.

Residu pertama dikeringkan pada suhu 105ºC sampai bobot konstan. Selanjutnya residu tambahkan 150 mL asam sulfat 1 N dan dididihkan selama 1,5 jam disertai dengan pendingin balik, disaring dan residunya dicuci dengan 300 mL aquades panas sehingga didapatkan residu kedua.

Residu kedua dikeringkan kembali pada suhu 105ºC sampai bobot konstan. Selanjutnya residu ditambahkan dengan 10 mL asam sulfat 72 % (v/v) dan didiamkan selama 4 jam. Setelah itu, residu ditambahkan dengan asam sulfat 1 N sebanyak 150 mL dan dididihkan selama 2 jam disertai dengan pendingin balik. Kemudian residu disaring dan dicuci dengan 300 mL aquades panas sehingga didapatkan residu ketiga.

Residu tiga dikeringkan pada suhu 105ºC sampai bobot konstan. Selanjutnya, residu diabukan pada suhu 550ºC selama 2 jam. Abu dikeringkan pada suhu 105ºC sampai bobot konstan sehingga didapatkan bobot abu.

Kadar hemiselulosa dihitung dari selisih bobot konstan residu pertama dan kedua lalu dibagi dengan bobot sampel kering. Kadar selulosa dihitung dari selisih bobot konstan residu kedua dan ketiga lalu dibagi dengan bobot sampel kering. Kadar lignin dihitung dari selisih bobot konstan residu ketiga dan abu dibagi dengan bobot sampel kering.

Kadar air

Sampel ditimbang sebanyak 1-2 g dalam botol timbang selama 2 jam pada suhu 105ºC. Sampel dipanaskan sampai berat konstan lalu dihitung kadar air CMC

berdasarkan pada metode standar ASTM D 1439-94.

Kadar abu

Cawan pengabuan dipanaskan pada suhu 105ºC sampai berat konstan. Sampel 3-5 g ditimbang dan dimasukkan pada cawan pengabuan, kemudian dibakar dalam furnace pada suhu 600ºC selama 3 jam. Abu yang diperoleh ditimbang sampai beratnya konstan. Kadar abu CMC dihitung dengan berat abu konstan dibagi berat sampel dikali 100%.

Analisis CMC dari Serabut Buah Sawit (SBS)

Kadar air dianalisis sama seperti analisis yang digunakan pada tepung selulosa dari SBS.

Hasil CMC SBS

Penentuan hasil CMC SBS yang diperoleh adalah dengan menimbang CMC SBS yang diperoleh setelah proses pencucian dan penirisan.

Viskositas

Dibuat larutan uji sebanyak 240 g, diaduk dengan kecepatan 900 rpm selama dua jam. Kemudian dipindahkan pada *beaker glass* dan didiamkan selama 1 jam, setelah itu diukur viskositas menggunakan viskometer brookfield. Viskositas CMC diperoleh berdasarkan ASTM D 1439-94 (ASTM, 1994)

Kemurnian

Ditimbang satu gram sampel sampai berat konstan dan diencerkan dengan 200 mL aquades. Dititrasi dengan $AgNO_3$ 0,1 N dengan indikator K_2CrO_4 5 %, untuk mendapatkan kadar NaCl. Kemurnian CMC diperoleh dengan cara 100 % dikurangi kadar NaCl.

Kelarutan

Sebanyak satu gram sampel ditambahkan 100 mL aquades dan dilakukan pengadukan selama 30 menit. Diambil 30 mL dan disentrifuge selama 15 menit pada 430 G. Setelah itu diambil 10 mL, dimasukkan pada oven pada suhu 105ºC dan ditimbang sampai berat konstan.

Derajat substitusi

Ditimbang 3-5 g sampel sampai berat konstan. Diambil 0,7 g, dimasukkan dalam furnace dan dipanaskan pada suhu 750ºC selama lima jam. setelah itu dimasukkan pada oven dengan suhu 105ºC selama 12 jam dan dimasukkan dalam eksikator selama dua jam. Selanjutnya sampel diletakkan dalam gelas kimia, ditambah 35 mL 0,1 N H_2SO_4, 250 mL aquades dan dididihkan selama 30 menit. Sampel didinginkan dan ditambah indikator PP lalu dititrasi dengan 0,1 N NaOH sambil diaduk perlahan sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi berwarna merah muda.

Derajat Substitusi (DS) dihitung dengan cara :

$$DS=\frac{162 \text{ x } A}{10.000-80A}$$

$$A=\frac{\text{af-bf1}}{\text{berat sampel kering (g)}}-\text{kebasaan}$$

$$A=\frac{\text{af-bf1}}{\text{berat sampel kering (g)}}+\text{keasaman}$$

Keterangan :
a = Volume H_2SO_4 0,1 N yang digunakan
f = Faktor H_2SO_4 0,1 N
b = Volume NaOH 0,1 N yang diperlukan
f1 = Faktor NaOH 0,1 N
80 = Peningkatan bersih berat molekul satuan anhidroglukosa untuk Setiap satuan gugus CMC yang ditambahkan.
162 = Berat molekul selulosa
10000 = rata-rata derajat polimerisasi selulosa

Secara terpisah, kebasaan atau keasaman dari sampel diukur dengan cara menimbang satu gram sampel kering, dimasukkan dalam beaker glass ditambahkan lima mL H_2SO_4 0,1 N dan 200 mL aquades dipanaskan selama 10 menit. Setelah dingin ditambah indikator

DOI: http://dx.doi.org/10.35941/jtaf.3.2.2021.6656.101-113

pp dan dititrasi dengan NaOH 0,1 N (NaOH yang diperlukan = S mL). Uji blanko (tanpa CMC) dilakukan pada saat yang sama (NaOH yang diperlukan = B mL). Selanjutnya dihitung kebasaan atau keasaman dengan rumus:

$$\text{Kebasaan (keasaman)} = \frac{(B\text{-}S) \times f1}{\text{berat sampel kering}}$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Rendemen dan Karakterisasi Selulosa SBS

Isolasi selulosa dari serabut kelapa sawit menggunakan NaOH (5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 dan 17,5%) sebagai pelarutnya yang bertujuan untuk memecah ikatan kristalin pada selulosa sehingga lignin dan hemiselulosa dapat terpisah. Penggunaan NaOH dalam isolasi selulosa memberikan pengaruh terhadap rendemen yang dihasilkan (Tabel 1.). Penggunaan konsentrasi NaOH berbanding terbalik dengan rendemen yang dihasilkan. NaOH dengan konsentrasi 5% memiliki rendemen paling tinggi dibanding beberapa perlakuan yang lain, sedangkan perlakuan dengan menggunakan NaOH 17,5 % memiliki nilai rendemen terendah. Penggunaan NaOH pada konsentrasi yang lebih tinggi akan berpengaruh terhadap kerusakan komponen glukosa atau AGU (*Anhidro Glukosa Unit*) rantai selulosa. Penggunaan NaOH berpengaruh terhadap kerusakan AGU, kerusakan pada AGU akan rendah apabila penggunaan NaOH lebih rendah dari 17,5%.

Penurunan rendemen tepung selulosa terjadi karena berkurangnya lignin dan hemiselulosa akibat kemampuan NaOH memutus struktur lignin dan hemiselulosa yang mengikat serat selulosa dan melarutkannya kemudian menghasilkan selulosa yang murni, proses ini terjadi karena tingginya ion hidroksil sehingga NaOH dapat dengan mudah memutus rantai lignin pada saat isolasi (Bicu dan Mustata, 2013).

Tabel 1. Karakteristik tepung selulosa serabut kelapa sawit

Rendemen dan Karakteristik	Konsentrasi NaOH (%)					
	5,0	7,5	10,0	12,5	15,0	17,5
Rendemen (%)	32,61±2,61a	26,28±2,99b	26,27±0,52b	24,93±1,96bc	25,50±1,5bc	22,11±0,53c
Kadar selulosa (%)	60,97±0,02d	61,96±0,02c	61,99±0,02c	62,36±0,03b	63,34±0,01a	61,47±0,03c
Kadar air (%)	10,03±0,54bc	9,88±0,05c	9,85±0,12c	8,48±0,91d	10,13±0,03b	11,82±0,66a
Kadar abu (%)	9,41±0,83c	9,88±0,42bc	10,99±0,2a	11,04±0,14a	10,90±0,7a	10,30±0,28b

Keterangan: data merupakan rata-rata dari lima ulangan. Data dianalisis menggunakan ANOVA. Data pada baris yang sama yang diikuti oleh huruf yang berbeda menunjukkan berbeda nyata (Uji BNT, $p<0,05$).

Dari hasil penelitian diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH yang akan mempengaruhi karakteristik selulosa yang dihasilkan. Pemberian NaOH memberikan pengaruh yang tidak berbeda nyata terhadap kadar selulosa yang dihasilkan. Semakin tinggi larutan NaOH yang diberikan akan mempengaruhi kadar air hal ini disebabkan kemampuan NaOH dalam penetrasi ke dalam struktur selulosa sehingga merusak bagian kristalin. Rusaknya bagian kristalin akan memperbesar bagian amorf pada selulosa sehingga dapat mengikat air lebih banyak. (Yokota, 1985) mengatakan, semakin banyak sodium hydroxide yang diberikan maka semakin tinggi kerusakan yang terjadi pada selulosa sehingga semakin banyak air yang terdistribusi ke selulosa.

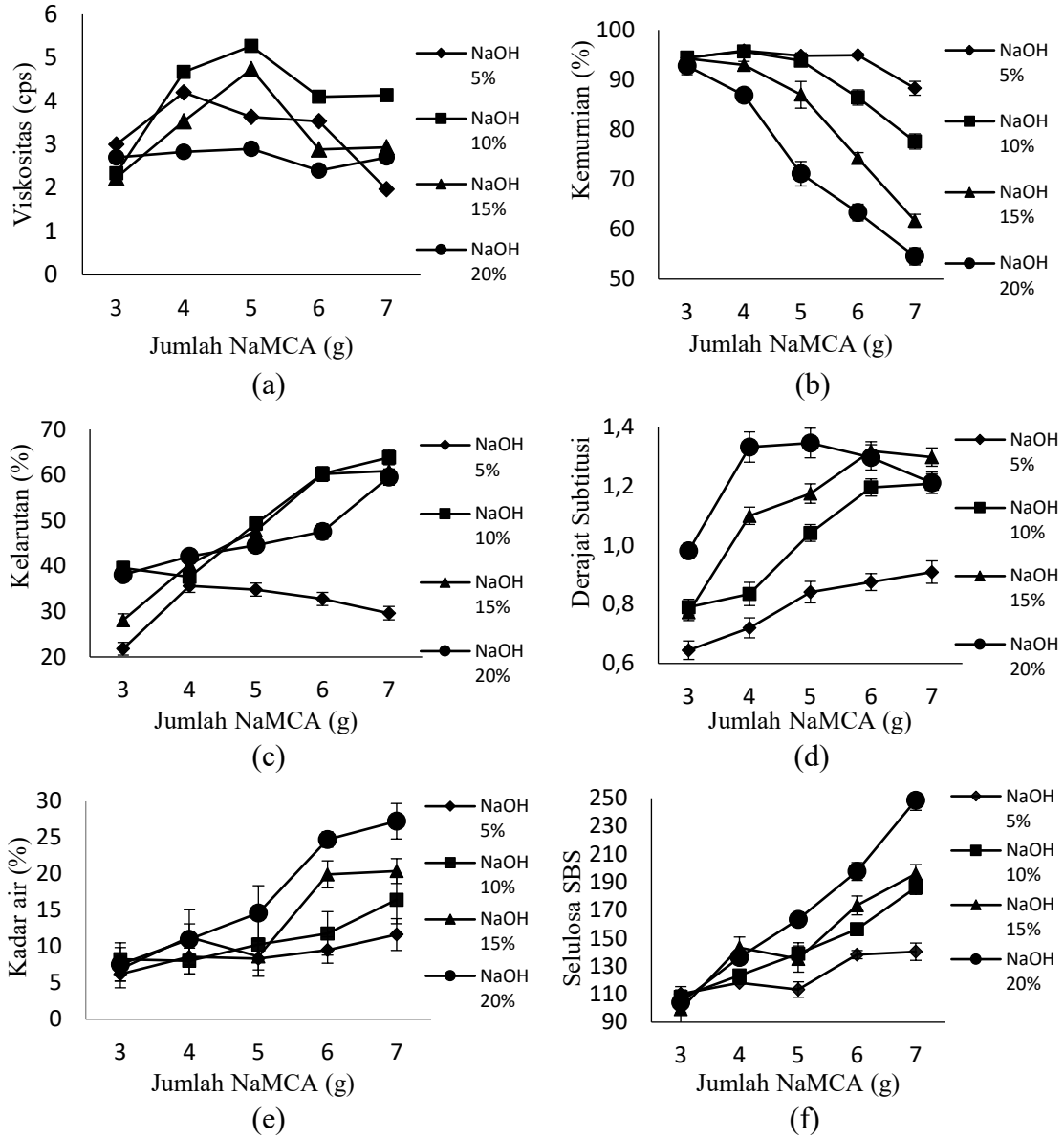
Meningkatnya konsentrasi NaOH yang digunakan akan memberikan pengaruh terhadap kadar abu, semakin tinggi konsentrasi yang digunakan akan meningkatkan kadar abu dari selulosa. Hal

ini diduga karena banyaknya mineral yang terikat pada NaOH dalam bentuk garam maupun bentuk lainnya. Adanya ion OH dengan konsentrasi tinggi akan mudah berikatan dengan logam-logam lainnya, sedangkan ion Na^+ akan menggantikan gugus garam yang berikatan dengan gugus asam. Dan penambahan konsentrasi NaOH yang terus menerus akan menurunkan kadar abu selulosa. Hal ini diduga semakin tinggi NaOH yang diberikan menyebabkan semakin banyak mineral yang terikat pada NaOH sehingga lebih banyak mineral yang terlarut pada saat pencucian.

Karakterisasi dan *Yield* CMC

Karakterisasi CMC SBS

Kadar NaMCA dan konsentrasi NaOH berpengaruh nyata terhadap karakteristik CMC SBS (viskositas, kelarutan, kemurnian, dan derajat subtitusi) (Gambar 2).



Gambar 2. Pengaruh konsentrasi larutan NaOH dan penambahan NaMCA terhadap karakteristik CMC SBS. Viskositas (a), kemurnian (b), kelarutan (c), Derajat substitusi (d) dan Kadar air (e).

DOI: http://dx.doi.org/10.35941/jtaf.3.2.2021.6656.101-113

Viskositas

Gambar 2a menunjukkan pemberian NaOH dan NaMCA pada konsentrasi yang masih rendah akan meningkatkan viskositas dari CMC. Kemampuan CMC dalam mengikat air dapat dihubungkan dengan derajat subtitusi. Semakin tinggi derajat subtitusi maka semakin baik kemampuan CMC dalam mengikat air untuk meningkatkan nilai viskositas. Gugus-gugus yang sudah tersubtitusi dengan gugus metil menyebabkan CMC menjadi lebih reaktif dalam pengikatan air dan mempengaruhi viskositas (Nisa dan Putri, 2014). Na-CMC akan terdispersi dalam air, kemudian butir CMC yang bersifat hidrofilik akan menyerap air dan terjadi pembengkakan. Cheng dan Biswas (2011) mengatakan air yang sebelumnya ada di luar granula dan bebas bergerak, tidak dapat bergerak lagi dengan bebas sehingga keadaan larutan lebih mantap dan meningkatkan viskositas.

Penambahan NaOH dan jumLah NaMCA yang terus menerus akan menurunkan viskositas dari CMC. Hal ini disebabkan karena degradasi polimer CMC menjadi rantai yang lebih pendek akibat penambahan NaOH yang terlalu tinggi. Peningkatan konsentrasi NaOH selama proses karboksimetilasi akan meningkatkan degradasi molekul selulosa yang menyebabkan terjadinya penurunan berat molekul dan menurunkan viskositas. Viskositas CMC dipengaruhi oleh panjang rantai atau Derajat polimerisasi (DP) selulosa. Semakin tinggi nilai DP, maka viskositas CMC juga akan meningkat (Cash dan Caputo, 2010). Viskositas CMC serabut kelapa sawit yang rendah dimungkinkan karena DP selulosa yang rendah.

Kemurnian

Semakin tinggi peningkatan konsentrasi NaOH dan penambahan NaMCA akan menyebabkan kemurnian CMC semakin menurun (Gambar 2b). Hal ini dikarenakan semakin banyak tersedianya NaOH maka reaksi yang lebih banyak terjadi adalah reaksi samping dengan pembentukan NaCl dan sodium glikolat, sehingga kemurnian yang dihasilkan CMC menjadi menurun. Semakin tinggi NaOH yang tersedia dan semakin banyak NaMCA yang diberikan, reaksi yang terjadi bukan antara NaMCA dan selulosa melainkan reaksi yang terjadi antara NaOH dan NaMCA yang membentuk hasil samping (Golbaghi, Khamforoush and Hatami, 2017). Ketersediaan NaOH dalam jumLah banyak pada pelarut isopropanol maka NaMCA akan cenderung bereaksi dengan NaOH daripada selulosa (Salama *et al.*, 2018). Rekasi antara NaMCA dan selulosa sulit terjadi dikarenakan sulitnya NaMCA pertama kali hanya dapat masuk ke bagian amorf selulosa, lalu kemudian perlahan-lahan berdifusi ke bagian yang lebih kristalin (Olaru *et al.*, 1998).

Kelarutan

Semakin tinggi konsentrasi NaOH dan jumLah NaMCA yang diberikan akan meningkatkan kelarutan pada CMC yang dihasilkan (Gambar 2c). Kenaikan kelarutan CMC berhubungan erat dengan nilai DS dari CMC. Derajat subtitusi merupakan faktor utama kelarutan CMC dalam air, Semakin tinggi DS CMC maka tingkat kelarutannya dalam air akan semakin baik (Casaburi *et al.*, 2018). Derajat Subtitusi dibawah 0,4 maka polimer akan mengembang namun tidak larut, diatas DS 0,4 polimer menjadi larut dalam air secara penuh dengan kemampuan mengikat air seiring dengan meningkatnya DS (Toğrul dan Arslan, 2003).

Derajat Subtitusi (DS)

Kombinasi antara konsentrasi NaOH dan penambahan NaMCA juga memberikan pengaruh terhadap DS CMC

yang dihasilkan (Gambar 2d). Semakin tinggi konsentrasi NaOH yang digunakan dan semakin banyak NaMCA yang ditambahkan akan meningkatkan DS CMC. Hal ini disebabkan karena NaOH berperan untuk membuka rantai selulosa sehingga reagen bisa masuk ke inti selulosa dan NaMCA berfungsi sebagai agen pensubstitusi yang mensubstitusi gugus OH pada selulosa menjadi gugus karboksil sehingga terbentuk CMC (Saputra *et al*., 2014).

Namun pada konsentrasi NaOH 20 % dan 4 g NaMCA DS dari CMC mengalami penurunan. Hal ini disebabkan terbentuknya hasil samping dari reaksi karboksimetilasi yaitu NaCl dan sodium glikolat akibat tingginya konsentrasi NaOH dan NaMCA yang digunakan (Ren *et al*., 2008).

Kadar air

Gambar 2e menunjukkan semakin tinggi konsentrasi NaOH dan jumLah NaMCA yang diberikan akan meningkatkan kadar air pada CMC yang dihasilkan. Hal ini berhubungan dengan derajat subtitusi, semakin tinggi derajat subtitusi akan meningkatkan kemampuan CMC untuk mengikat air. Hutomo (2012) menjelaskan, meningkatnya derajat subtitusi akan diikuti oleh kemampuan CMC dalam mengikat air bebas, hal ini disebabkan karena terjadinya pengikatan senyawa metil karboksilat oleh satuan unit glukosa dari selulosa. Peningkatan derajat subtitusi juga akan meningkatkan kepolaran dari CMC yang berasal dari serabut kelapa sawit, peningkatan kepolaran ini juga akan meningkatkan kemampuan CMC dalam mengikat air.

Hasil CMC SBS

Kombinasi antara konsentrasi NaOH dan penambahan NaMCA memberikan pengaruh terhadap hasil CMC SBS yang dihasilkan (Gambar 1f). Peningkatan konsentrasi NaOH dan NaMCA yang diberikan akan meningkatkan hasil dari CMC yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena DS yang terbentuk juga semakin banyak. Kenaikan DS mengindikasikan adanya pengikatan metil karboksilat oleh AGU yang semakin bertambah, sehingga derajat subtitusi erat hubungannya dengan hasil yang diperoleh. Semakin tinggi DS CMC yang dihasilkan maka hasil yang dihasilkan juga semakin tinggi (Yeasmin dan Mondal, 2015).

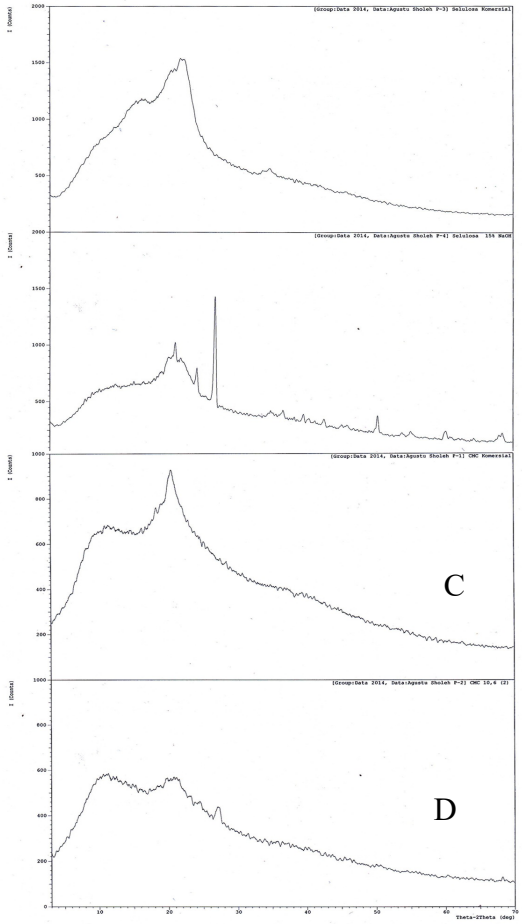
X-Ray difraction dan Spektra FT-IR dari CMC SBS

Karakteristik *X-Ray difraction* (XRD) dari selulosa serabut kelapa sawit dan CMC yang dihasilkannya (CMC SBS) dibandingkan dengan XRD selulosa komersial, dan CMC komersial disajikan pada Gambar 3. Hasil perhitungan analisa kristalinitas didapatkan total kristalinitas selulosa serabut kelapa sawit 28,57 %, selulosa komersial 21,05 %, CMC serabut kelapa sawit 12,5 % dan CMC komersial 22,58 % Perubahan kristalinitas yang terjadi pada polimer dipengaruhi oleh kondisi isolasi seperti NaOH. Kristalinitas yang menurun disebabkan karena ikatan hidrogen inter dan intra molekul selulosa merenggang akibat proses pemasakan isolasi dan sintesis. Semakin banyak ikatan hidrogen yang terbentuk maka kristalinitas akan semakin tinggi. Hasil analisa kristalinitas serabut kelapa sawit dan kristalinitas CMC yang dihasilkan akan menunjukkan penurunan tingkat kristalinitas. Penurunan kristalinitas disebabkan karena ikatan hidrogen inter dan intramolekul mengalami kerusakan yang ditandai dengan merenggangnya polimer selulosa akibat proses alkalisasi oleh NaOH. Sebagai hasilnya lebih banyak daerah amorf yang terbentuk daripada daerah kristalin.

Karakteristik spektra FT-IR selulosa SBS dan selulosa komersial menunjukkan pola yang sama, begitu pula dengan karakteristik spektra FTIR CMC komersial dan CMC SBS (Gambar 4).

DOI: http://dx.doi.org/10.35941/jtaf.3.2.2021.6656.101-113

Hasil analisis spektra FT-IR CMC serabut kelapa sawit menunjukkan pola yang sama dengan hasil yang diperoleh oleh (Joshi *et al.*, 2015). Hasil spektra CMC serabut kelapa sawit menunjukkan terdapat gugus fungsional dari karboksimetil dan hidroksil pada panjang gelombang 1627,92, 1427,32 dan 1327,01 cm^{-1}.



Gambar 3. Hasil XRD (A). A a komersial, (B) selulosa serabut kelapa sawit, (C). CMC komersial, (D) CMC serabut kelapa sawit.

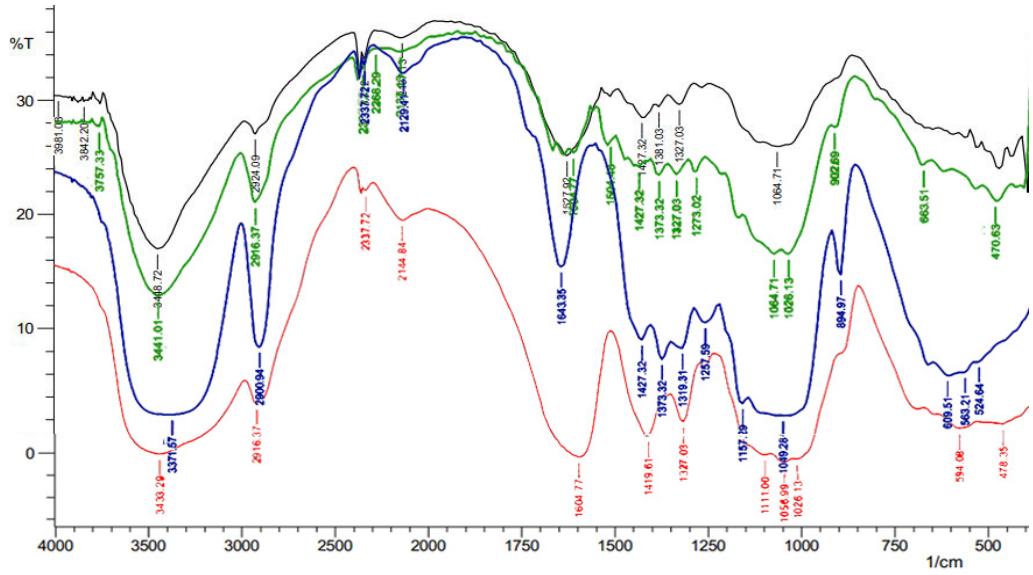
B

C

Pada panjang gelombang antara 3200-3600 cm^{-1} merupakan O-H *stretching*. Dimana gugus OH dari CMC serabut kelapa sawit terlihat pada panjang gelombang 3448,72 cm^{-1}. Pada panjang gelombang 2924,09 cm^{-1} adalah untuk C-H *stretching vibration* untuk CMC serabut kelapa sawit. Panjang gelombang sekitar 1600 cm^{-1} adalah untuk C=O *stretching*, untuk CMC serabut kelapa sawit muncul puncak pada gelombang 1627,92. Panjang gelombang pada 1060 cm^{-1} adalah untuk -CH-O-CH_2 *stretching*, pada CMC serabut kelapa sawit terlihat puncak pada gelombang 1064,71. Pada panjang gelombang 1627,92, 1427,32 dan 1327,01 cm^{-1} menunjukkan terdapat gugus fungsional dari karboksimetil dan hidroksil merupakan bukti bahwa telah terjadi proses karboksimetilasi.

KESIMPULAN

Proses pengolahan CMC dari selulosa serabut buah sawit (SBS) menggunakan proses kimia telah berhasil dikembang-kan, didahului dengan penyiapan SBS. Metode proses penyiapan selulosa SBS yang potensial adalah menggunakan formula 5% w/v SBS dalam 15% NaOH yang menghasilkan rendemen 25,50%, kadar selulosa 63,34%, kadar air 10,13%, dan kadar abu 10,90%. Sedangkan penyiapan CMC dari selulosa SBS yang potensial adalah dengan menggunakan 5 g selulosa SBS dalam sistem 100 mL isopropanol dan 20 mL 15% NaOH yang menghasilkan CMC dengan karakteristik mempunyai viskositas 4,1 cps, kemurnian 86,44%, kelarutan 60,25%, derajat substitusi 1,19, dan kadar air 11,83%.



Gambar 4. Spektra FTIR ( ). Selulosa serabut kelapa sawit, ( ). Selulosa komersial. ( ). CMC serabut kelapa sawit, ( ). CMC komersial.

DAFTAR PUSTAKA

Abdel-Mohdy, F.A., Abdel-Halim, E.S., Abu-Ayana, Y.M., Al-Sawy, S.M., 2009. Rice straw as a new resource for some beneficial uses. Carbohydrate Polymers 75, 44-51. doi: 10.1016/j.carbpol.2008.06.002.

Adinugraha, M. P., Marseno, D.W., Haryadi, 2005. Synthesis and characterization of sodium carboxymethylcellulose from cavendish banana pseudo stem (*Musa cavendishii* LAMBERT). Carbohydrate Polymers 62, 164-169. doi: 10.1016/j.carbpol.2005.07.019.

Bicu, I., Mustata, F., 2013. Optimization of isolation of cellulose from orange peel using sodium hydroxide and chelating agents. Carbohydrate Polymers 98, 341-348. doi: 10.1016/j.carbpol.2013.06.009.

Casaburi, A., Rojo, Ú.M., Cerrutti, P., Vázquez, A., Foresti, M.L., 2018. Carboxymethyl cellulose with tailored degree of substitution obtained from bacterial cellulose. Food Hydrocolloids 75, 147–156. doi: 10.1016/j.foodhyd.2017.09.002.

Cash, M.J., Caputo, S.J., 2010. Cellulose derivatives *In*: Food Stabilisers, Thinkeners and Gelling Agents. Edited by Imeson, A., Blackwell Publishing Ltd.

Cheng, H.N., Biswas, A., 2011. Chemical modification of cotton-based natural materials: Products from carboxymethylation. Carbohydrate Polymers 84, 1004–1010. doi: 10.1016/j.carbpol.2010.12.059.

Chesson, A., 1981. Effects of sodium hydroxide on cereal straws in relation to the enhanced degradation of structural polysaccharides by rumen microorganisms. J. Sci. Food Agric 32, 745-758

Dapía, S., Santos, V., Parajó, J.C., 2003. Carboxymethylcellulose from totally chlorine-free-bleached milox

DOI: http://dx.doi.org/10.35941/jtaf.3.2.2021.6656.101-113

pulps. Bioresource Technology 89, 289-296. doi: 10.1016/S0960-8524(03)00066-X.

Golbaghi, L., Khamforoush, M., Hatami, T., 2017. Carboxymethyl cellulose production from sugarcane bagasse with steam explosion pulping: Experimental, modeling, and optimization. Carbohydrate Polymers 174, 780-788. doi: 10.1016/j.carbpol.2017.06.123.

Hutomo, G.S., 2010. Sintesis dan Karakterisasi CMC dan HPC dari Pod Kako (Theobroma cacao L.). Laporan Akhir Kegiatan Penelitian Hibah Disertasi Doktor. LPPM UGM, Yogyakarta.

Joshi, G., Naithani, S., Varshey, V.K., Bisht, S.S., Rana, V., Gupta, P.K., 2015. Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose from office waste paper: A greener approach towards waste management. Waste Management 38, 33-40. doi: 10.1016/j.wasman.2014.11.015.

Nisa, D., Putri, W.D.R., 2014. Pemanfaatan selulosa dari kulit buah kakao (*Teobroma cacao* L.) sebagai bahan baku pembuatan CMC (Carboxymethyl Cellulose). Jurnal Pangan dan Agroindustri 2, 34-42

Olaru, N., Olaru, L., Stoleriu, A., Ţiˇmpu, D., 1998. Carboxymethylcellulose synthesis in organic media containing ethanol and/or acetone. Journal of Applied Polymer Science 67, 481-486.

Pouyet, F., Chirat C., Potthast, A., Lachenal, D., 2014. Formation of carbonyl groups on cellulose during ozone treatment of pulp: Consequences for pulp bleaching. Carbohydrate Polymers 109, 85-91. doi: 10.1016/j.carbpol.2014.02.082.

Rachtanapun, P., Luangkamin, S., Tanpraset, K., Suriyatem, R., 2012. Carboxymethyl cellulose film from durian rind. LWT - Food Science and Technology 48, 52-58. doi: 10.1016/j.lwt.2012.02.029.

Ren, J.L., Sun, R.C., Peng, F., 2008. Carboxymethylation of hemicelluloses isolated from sugarcane bagasse. Polymer Degradation and Stability 93, 786-793. doi: 10.1016/j.polymdegradstab.2008.01.011.

Salama, A., Etri, S., Mohamed, S.A.A, El-Sakhawy, M., 2018. Carboxymethyl cellulose prepared from mesquite tree: New source for promising nanocomposite materials. Carbohydrate Polymers 189, 138-144. doi: 10.1016/j.carbpol.2018.02.016.

Saputra, A.H., Qadhayna, L., Pitaloka, A.B., 2014. Synthesis and characterization of Carboxymethyl Cellulose (CMC) from water hyacinth using ethanol-isobutyl alcohol mixture as the solvents. International Journal of Chemical Engineering and Applications 5, 36-40. doi: 10.7763/ijcea.2014.v5.347.

Toğrul, H., Arslan, N., 2003. Production of carboxymethyl cellulose from sugar beet pulp cellulose and rheological behaviour of carboxymethyl cellulose. Carbohydrate Polymers 54, 73-82. doi: 10.1016/S0144-8617(03)00147-4.

Varshney, V.K., Gupta, P.K., Naithani, S., Khullar, R., Bhatt, A., Soni, P.L., 2006. Carboxymethylation of α-cellulose isolated from Lantana camara with respect to degree of substitution and rheological behavior. Carbohydrate Polymers

63, 40-45. doi: 10.1016/j.carbpol.2005.07.001.

Yeasmin, M.S., Mondal, M.I.H., 2015. Synthesis of highly substituted carboxymethyl cellulose depending on cellulose particle size. International Journal of Biological Macromolecules 80, 725-731. doi: 10.1016/j.ijbiomac.2015.07.040.

Yokota, H., 1985. Mechanism of cellulose alkalization in the isopropyl-alcohol/water/sodium-hydroxide/cellulose system 30, 263-277.