

**LAPORAN HASIL PENELITIAN**

**SINTESIS *CARBOXYMETHYL CELLULOSE* (CMC) DARI  
SELULOSA BAKTERI (*NATA DE COCO*) MENGGUNAKAN  
REAKTOR *MICROWAVE***



**Disusun oleh :**

**ELVINA TRIYANI (3335200031)**

**CUT NADIFA ANNISA EL QAHAR (3335200040)**

**JURUSAN TEKNIK KIMIA – FAKULTAS TEKNIK  
UNIVERSITAS SULTAN AGENG TIRTAYASA  
CILEGON – BANTEN**

**2023**

## Laporan Hasil Penelitian

### **SINTESIS CARBOXYMETHYL CELLULOSE (CMC) DARI SELULOSA BAKTERI (*NATA DE COCO*) MENGUNAKAN REAKTOR *MICROWAVE***

diajukan oleh:

**ELVINA TRIYANI**

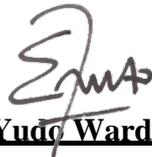
**3335200031**

**CUT NADIFA ANNISA EL QAHAR**

**3335200040**

telah diperiksa dan disetujui oleh dosen pembimbing

**Dosen Pembimbing**



**Endarto Yudo Wardhono, S.T., M.T.**

**tanggal 23 Mei 2023**

**NIP. 197706092008121001**

**LAPORAN HASIL PENELITIAN**

**SINTESIS CARBOXYMETHYL CELLULOSE (CMC)  
DARI SELULOSA BAKTERI (NATA DE COCO)  
MENGUNAKAN REAKTOR MICROWAVE**

disusun oleh:

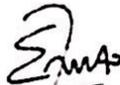
**ELVINA TRIYANI** 3335200031  
**CUT NADIFA ANNISA EL QA HAR** 3335200040

Telah Disetujui Oleh Dosen Pembimbing dan Telah dipertahankan di hadapan

Dewan Penguji

Pada Tanggal 19 Juni 2023

Dosen Pembimbing



**Dr. Endarto Yudo Wardhono, S.T., M.T.**  
NIP. 197706092008121001

Dosen Penguji I



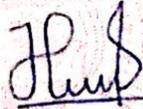
**Dr. Ir. Eka Sari, M.T., IPM.**  
NIP. 197406072003122001

Dosen Penguji II



**Herayati, S.Si., M.Si.**

Mengetahui,  
Ketua Jurusan Teknik Kimia



**Dr. Javanudin, S.T., M.Eng.**  
NIP. 197808112005011003

## PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan dibawah ini:

**NAMA** : ELVINA TRIYANI

**NIM** : 3335200031

**JURUSAN** : TEKNIK KIMIA

**JUDUL** : SINTESIS *CARBOXYMETHYL CELLULOSE* (CMC) DARI SELULOSA BAKTERI (*NATA DE COCO*) MENGGUNAKAN REAKTOR *MICROWAVE*

Bersedia

Dengan ini saya menyatakan bahwa penelitian dengan judul tersebut di atas adalah benar karya saya sendiri dengan arahan dari pembimbing dan tidak ada duplikasi dengan karya orang lain kecuali yang telah disebutkan sumbernya.

Apabila di kemudian hari terbukti terdapat plagiat dalam penelitian ini, maka saya bersedia menerima sanksi sesuai peraturan perundang-undangan yang berlaku.

Cilegon, 15 Juli 2024



Elvina Triyani

## ABSTRAK

### SINTESIS *CARBOXYMETHYL CELLULOSE* (CMC) DARI SELULOSA BAKTERI (*NATA DE COCO*) MENGGUNAKAN REAKTOR *MICROWAVE*

Oleh :

ELVINA TRIYANI 3335200031

CUT NADIFA ANNISA EL QAHAR 3335200040

*Carboxymethyl Cellulose* (CMC) merupakan turunan selulosa yang diperoleh dari proses pertukaran antara gugus hidroksil selulosa dengan gugus karboksil. Proses pembuatan CMC secara konvensional memiliki laju reaksi yang lambat sehingga dibutuhkan perkembangan teknologi yang dapat mempercepat laju reaksi yaitu dengan penggunaan reaktor *microwave*. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan kondisi optimum pada proses sintesis CMC dari selulosa bakteri (*nata de coco*) menggunakan reaktor *microwave*. CMC banyak diaplikasikan dalam dunia industri sebagai penstabil emulsi, stabilisator, dan pengental. Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah alkalisasi dan karboksimetilasi dengan variasi konsentrasi larutan NaOH sebesar 10%, 20%, dan 30%, serta waktu reaksi selama 10, 20, 30, dan 60 menit. Kondisi optimum proses sintesis CMC dengan suhu reaksi sebesar 50°C diperoleh pada konsentrasi NaOH sebesar 30% dan waktu reaksi selama 60 menit dengan persentase derajat substitusi sebesar 93,80%. Pemanasan dengan bantuan gelombang mikro lebih terkontrol jika dibandingkan dengan pemanasan konvensional karena dapat mempercepat waktu reaksi.

Kata kunci : *selulosa, carboxymethyl cellulose, reaktor microwave*.

## ABSTRACT

### **SYNTHESIS CARBOXYMETHYL CELLULOSE (CMC) FROM BACTERIA CELLULOSE (NATA DE COCO) USING A REACTOR MICROWAVE**

By :

ELVINA TRIYANI

3335200031

CUT NADIFA ANNISA EL QAHAR

3335200040

Carboxymethyl Cellulose (CMC) is a cellulose derivative obtained from the process of exchanging cellulose hydroxyl groups with carboxyl groups. The conventional CMC manufacturing process has a slow reaction rate so that technological developments are needed to speed up the reaction rate, namely by using a reactor microwave. The purpose of this study is to obtain the optimum conditions for the synthesis of CMC from bacterial cellulose (nata de coco) using a reactor microwave. CMC is widely applied in the industrial world as an emulsion stabilizer, stabilizer, and thickener. The methods used in this study were alkalization and carboxymethylation with various concentrations of NaOH solutions of 10%, 20% and 30%, and reaction times of 10, 20, 30 and 60 minutes. Optimum conditions at the reaction temperature of 50°C was obtained at a concentration of 30% NaOH and a reaction time of 60 minutes with a value of percentage degree of substitution of 93.80%. Heating with the help of microwaves is more controlled when compared to conventional heating because it can speed up the reaction time.

Keywords : *cellulose, carboxymethyl cellulose, reactor microwave.*

## KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis panjatkan kepada Tuhan Yang Maha Esa karena atas berkat dan rahmat-Nya penulis dapat menyelesaikan laporan hasil penelitian ini dengan baik. Penulis menyadari bahwa tanpa adanya bantuan dari berbagai pihak, penulis tidak dapat menyelesaikan laporan ini. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada :

1. Orang tua dan keluarga yang telah memberikan bantuan material dan moral.
2. Ibu Dr. Rahmayetty, S.T., M.T. selaku Koordinator Penelitian Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik UNTIRTA yang telah memberikan motivasi dan arahan.
3. Bapak Endarto Yudo Wardhono, S.T., M.T. selaku Dosen Pembimbing yang telah mendukung dan mengarahkan penulis dalam penyusunan laporan hasil penelitian ini.
4. Teman-teman Teknik Kimia 2020 yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan laporan hasil penelitian ini.

Akhir kata, penulis mengucapkan mohon maaf yang sebesar-besarnya kepada semua pihak jika dalam proses penyusunan laporan hasil penelitian ini terdapat kekurangan dan kesalahan. Oleh karena itu, kritik dan saran yang membangun penulis harapkan untuk perbaikan yang lebih baik selanjutnya. Semoga laporan ini dapat bermanfaat dan memberi wawasan bagi semua pihak.

Cilegon, 23 Mei 2023

Penulis

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL</b> .....	i
<b>LEMBAR PENGESAHAN</b> .....	ii
<b>ABSTRAK</b> .....	iii
<b>ABSTRACT</b> .....	iv
<b>KATA PENGANTAR</b> .....	v
<b>DAFTAR ISI</b> .....	vi
<b>DAFTAR GAMBAR</b> .....	viii
<b>DAFTAR TABEL</b> .....	ix
<b>BAB I PENDAHULUAN</b> .....	1
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	3
1.3 Ruang Lingkup Penelitian .....	3
<b>BAB II TINJAUAN PUSTAKA</b> .....	4
2.1 Selulosa .....	4
2.2 Selulosa Bakteri .....	5
2.3 <i>Carboxymethyl Cellulose</i> (CMC) .....	6
2.4 Sintesis <i>Carboxymethyl Cellulose</i> (CMC) dari Selulosa .....	9
<b>BAB III METODOLOGI PENELITIAN</b> .....	13
3.1 Tahapan Penelitian .....	13
3.2 Prosedur Penelitian .....	14
3.2.1 Tahap Alkalisasi .....	14
3.2.2 Tahap Karboksimetilasi .....	15
3.2.3 Tahap Pemurnian .....	15

3.3	Alat dan Bahan .....	16
3.3.1	Alat.....	16
3.3.2	Bahan.....	16
3.4	Variabel Percobaan .....	16
3.4.1	Variabel Tetap .....	16
3.4.2	Variabel Berubah.....	17
3.5	Metode Pengumpulan dan Analisis Data.....	17
3.5.1	Perhitungan Persentase Derajat Substitusi Produk .....	17
3.5.2	Analisa Gugus Fungsi Menggunakan Spektrofotometri FTIR .....	17
3.6	Jadwal Pelaksanaan Penelitian .....	18
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN .....</b>		<b>19</b>
4.1	Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Tahap Alkalisasi.....	20
4.2	Pengaruh Waktu Reaksi pada Tahap Karboksimetilasi .....	21
4.3	Analisa Gugus Fungsi Produk CMC.....	23
<b>BAB V KESIMPULAN DAN SARAN .....</b>		<b>26</b>
5.1	Kesimpulan .....	26
5.2	Saran .....	26
<b>DAFTAR PUSTAKA .....</b>		<b>27</b>
<b>LAMPIRAN</b>		
A. PENGOLAHAN DATA		
B. DOKUMENTASI PENELITIAN		

## DAFTAR GAMBAR

	halaman
Gambar 2.1 Struktur Selulosa .....	5
Gambar 2.2 Struktur Selulosa Bakteri .....	5
Gambar 2.3 Struktur <i>Carboxymethyl Cellulose</i> (CMC).....	7
Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian Sintesis CMC .....	14
Gambar 4.1 Persentase Derajat Substitusi yang diperoleh pada Variasi Konsentrasi NaOH dengan Waktu Reaksi selama 30 Menit.....	20
Gambar 4.2 Persentase Derajat Substitusi yang diperoleh pada Variasi Waktu Reaksi dengan Konsentrasi NaOH sebesar 30%.....	21
Gambar 4.3 Hasil Analisa Gugus Fungsi <i>Feed</i> Selulosa, CMC Hasil Penelitian, dan CMC Komersial.....	23

## DAFTAR TABEL

	halaman
Tabel 2.1 Aplikasi <i>Carboxymethyl Cellulose</i> (CMC) pada Bidang Industri.....	8
Tabel 2.2 Kandungan Gizi pada <i>Carboxymethyl Cellulose</i> (CMC) .....	9
Tabel 3.1 Jadwal Pelaksanaan Penelitian .....	18
Tabel 4.1 Perbandingan Metode Konvensional dan Bantuan Gelombang Mikro.....	22
Tabel 4.2 Hasil Analisa Gugus Fungsi pada Spektrum FTIR.....	25

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1 Latar Belakang

*Carboxymethyl Cellulose* (CMC) merupakan turunan selulosa yang diperoleh dari proses pertukaran antara gugus hidroksil selulosa dengan gugus karboksil yang terkandung dalam natrium monokloroasetat pada kondisi basa (Santoso dan Azwar, 2020). Saat ini, CMC banyak diaplikasikan dalam dunia industri sebagai penstabil emulsi, stabilisator, dan pengental (Rahmasari *et al.*, 2022). Pada industri makanan, CMC digunakan dalam pembuatan saos sebagai pengental serta pembuatan *frozen food* sebagai pengendali pertumbuhan kristal es dan penguat rasa. Selain itu, CMC juga digunakan dalam industri kosmetik pada pembuatan pasta gigi dan *shampoo* sebagai stabilizer, pengental, dan pengikat air (Kirk dan Othmer, 1964).

Selulosa merupakan suatu bahan kimia organik yang dihasilkan oleh alam sebagai konstituen utama dari dinding sel tumbuh-tumbuhan dan biasanya terdapat pada beberapa jenis kayu. Kayu merupakan sumber selulosa utama dengan kandungan selulosa sekitar 42%, tetapi pada umumnya selulosa kayu masih tercampur oleh bahan lain, seperti lignin sebanyak 28% dan hemiselulosa sebanyak 28% (Fengel dan Gerd, 1995). Selulosa bakteri merupakan selulosa yang dihasilkan dari beberapa jenis mikroorganisme, seperti spesies *Acetobacter* (*A. cetianum*, *A. pasteurianum*, *A. xylinum*, dan *A. aceti*). Selulosa bakteri memiliki beberapa kelebihan, yaitu memiliki tingkat kemurnian yang tinggi, proses isolasi yang mudah, bebas dari kandungan lignin, serta memiliki kristanilitas dan produktivitas selulosa yang tinggi (Nurjannah *et al.*, 2020).

Sintesis CMC diperoleh melalui dua tahapan, yaitu tahap alkalisasi dan karboksimetilasi. Tahap alkalisasi dilakukan dengan penambahan larutan NaOH sebagai reagen alkalisasi untuk mengaktifkan gugus-gugus hidroksil (-OH) pada selulosa dan membentuk lapisan di sekitar selulosa (Rahmasari *et al.*, 2022). Pada tahap karboksimetilasi dilakukan dengan penambahan natrium monokloroasetat sebagai reagen karboksimetilasi untuk melekatkan gugus karboksilat pada struktur

selulosa. Keberhasilan dari proses karboksimetilasi ditentukan oleh proses aktivasi selulosa yang dipengaruhi oleh konsentrasi larutan NaOH. Semakin tinggi konsentrasi larutan NaOH, maka semakin cepat proses difusi monokloroasetat menuju gugus hidroksil pada selulosa (Maulina *et al.*, 2019). Sintesis CMC diawali dengan mereaksikan selulosa dengan NaOH untuk membentuk Na-selulosa. Kemudian, Na-selulosa akan direaksikan dengan natrium monokloroasetat untuk membentuk Na-CMC. Reaksi tersebut akan menghasilkan produk samping berupa NaCl dan sebagian dari natrium monokloroasetat akan dikonversi menjadi natrium glikolat. Untuk menghasilkan produk CMC murni, maka dilakukan pencucian menggunakan metanol untuk menghilangkan *impurities* pada produk sebelum proses pengeringan.

Proses pembuatan CMC secara konvensional memiliki kekurangan, yaitu laju reaksi yang lambat pada tahap karboksimetilasi sehingga dibutuhkan pengembangan teknologi yang dapat mempercepat laju reaksi (Panchan *et al.*, 2021). Salah satu teknologi yang teridentifikasi adalah pemanfaatan gelombang mikro dengan penggunaan reaktor *microwave* untuk meningkatkan produktivitas proses dengan waktu reaksi yang lebih singkat sehingga dapat mengurangi biaya energi serta dapat meningkatkan karakteristik dari produk CMC. Gelombang mikro merupakan suatu gelombang elektromagnetik yang memiliki tingkat frekuensi sangat tinggi (*Super High Frequency*). Selain itu, pada penelitian sebelumnya sintesis CMC menggunakan reaktor *microwave* sebagai penghasil gelombang mikro untuk mempercepat laju reaksi masih jarang diterapkan, seperti pada penelitian mengenai pemanfaatan selulosa bakteri menggunakan bahan baku *nata de coco* yang diteliti oleh Nurfajriani *et al.* (2020) dengan melakukan variasi konsentrasi NaOH untuk mengetahui pengaruhnya terhadap karakteristik produk CMC dan penelitian karboksimetilasi menggunakan *nata de coco* yang dilakukan oleh Rachtanapun *et al.* (2021) dengan variasi massa natrium monokloroasetat untuk meningkatkan sifat mekanik dan permeabilitas uap air produk CMC. Penelitian tersebut masih menggunakan metode konvensional dalam proses sintesis CMC sehingga penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh gelombang mikro terhadap peningkatan laju reaksi untuk memperoleh kondisi optimum pada

proses sintesis CMC dengan menggunakan *microwave* konvensional yang dimodifikasi.

Yang akan dipecahkan dalam penelitian ini adalah:

- a. Pengaruh gelombang mikro untuk mempersingkat waktu reaksi pada sintesis CMC.
- b. Pengaruh gelombang mikro dalam meningkatkan persentase derajat substitusi CMC yang dihasilkan.

## **1.2 Tujuan Penelitian**

Tujuan dilakukannya penelitian ini terbagi menjadi dua, yaitu tujuan umum dan tujuan khusus.

### **1.2.1 Tujuan Umum**

Tujuan umum dari penelitian ini adalah untuk mendapatkan kondisi optimum proses sintesis CMC dari selulosa bakteri (*nata de coco*) dengan menggunakan reaktor *microwave*.

### **1.2.2 Tujuan Khusus**

Berikut ini merupakan tujuan khusus dari penelitian ini:

- a. Mendapatkan konsentrasi NaOH yang maksimum untuk menghasilkan persentase derajat substitusi tertinggi.
- b. Mendapatkan waktu reaksi yang optimal untuk menghasilkan persentase derajat substitusi tertinggi.

## **1.3 Ruang Lingkup Penelitian**

Berikut ini merupakan ruang lingkup pada penelitian ini:

- a. Bahan baku menggunakan *nata de coco* komersial.
- b. Gelombang mikro diperoleh dari *microwave* konvensional yang dimodifikasi.
- c. Reagen dan bahan kimia murni (*pure analysis, P.A*).
- d. Perhitungan persentase derajat substitusi berdasarkan CMC yang terbentuk.

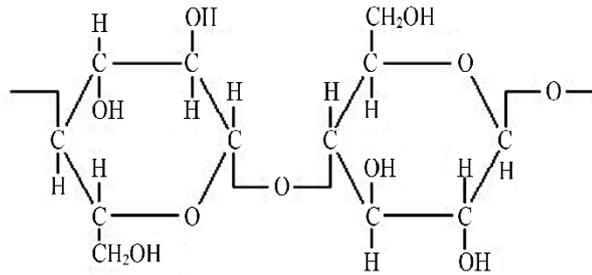
## **BAB II**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Selulosa**

Selulosa adalah salah satu polimer alam yang berupa zat karbohidrat (polisakarida) dan memiliki serat berwarna putih, serta tidak dapat larut dalam air maupun pelarut organik. Molekul selulosa memiliki bentuk yang linier dan cenderung kuat dalam membentuk ikatan-ikatan hidrogen, baik dalam satu polimer selulosa maupun antar rantai polimer yang berdampingan. Ikatan hidrogen tersebut menyebabkan selulosa memiliki sifat kekuatan tarik yang tinggi dan berukuran besar (Sjostrom, 1998). Selulosa merupakan komponen dasar yang sangat melimpah dan berasal dari tumbuhan seperti batang pohon, ranting, dan daun. Selulosa yang berasal dari alam jarang ditemukan dalam keadaan murni, tetapi selalu berikatan dengan bahan lainnya, seperti lignin dan hemiselulosa yang menjadi hambatan utama dalam proses hidrolisis selulosa (Usman *et al.*, 2021).

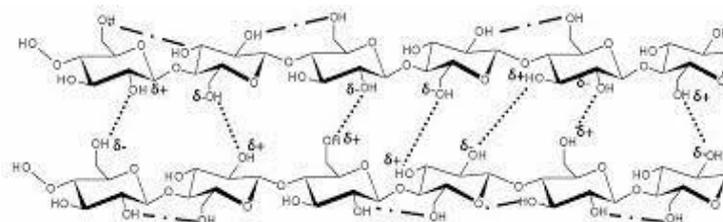
Rumus molekul selulosa yaitu  $2(C_6H_{10}O_5)_n$ , dengan  $n$  merupakan derajat polimerisasi. Derajat polimerisasi mempengaruhi panjang dari suatu rangkaian selulosa. Semakin panjang rangkaian selulosa, maka serat yang dimiliki rangkaian selulosa tersebut semakin kuat dan tahan lama terhadap pengaruh bahan kimia, cahaya, serta mikroorganisme. Rantai selulosa tersusun atas satuan glukosa anhidrida dalam bentuk fibril-fibril yang saling berikatan melalui atom karbon pertama dan ke-empat dengan ikatan  $\beta$ -1,4-glikosidik. Fibril-fibril tersebut akan membentuk struktur kristal yang dibungkus oleh lignin. Dengan adanya struktur kristal tersebut dapat menyebabkan bahan yang mengandung selulosa memiliki sifat yang kuat dan keras sehingga tahan terhadap peruraian secara enzimatik.



Gambar 2.1 Struktur Selulosa

## 2.2 Selulosa Bakteri

Selulosa bakteri merupakan selulosa yang dihasilkan oleh bakteri asam asetat terutama bakteri dari galur *Acetobacter*, *Agrobacterium*, *Rhizobium*, dan *Sarcina* (Liany *et al.*, 2022). Selulosa bakteri memiliki beberapa keunggulan dibandingkan selulosa yang berasal dari tumbuhan, seperti kemurnian dan kemampuan degradasi yang tinggi, struktur jaringan yang sangat baik, dan kekuatan mekanik yang unik. Karakteristik dari selulosa bakteri antara lain memiliki kandungan air sebanyak 98-99%, bersifat non-alergenik, penyerap cairan yang baik, dan dapat disterilisasi tanpa adanya perubahan karakteristik. Selulosa bakteri memiliki struktur kimia yang mirip seperti selulosa yang berasal dari tumbuhan dan terdiri dari serat selulosa yang dihasilkan oleh bakteri sehingga selulosa bakteri lebih baik dibandingkan dengan selulosa yang berasal dari tumbuhan. Selulosa bakteri terdiri dari kumpulan serat-serat tunggal yang memiliki diameter 0,1-0,2 nm (Rahmidar *et al.*, 2018). Kumpulan serat-serat tunggal tersebut saling melilit dan membentuk struktur jaringan sehingga panjang seratnya tidak dapat ditentukan (Philips dan Williams, 2000).



Gambar 2.2 Struktur Selulosa Bakteri

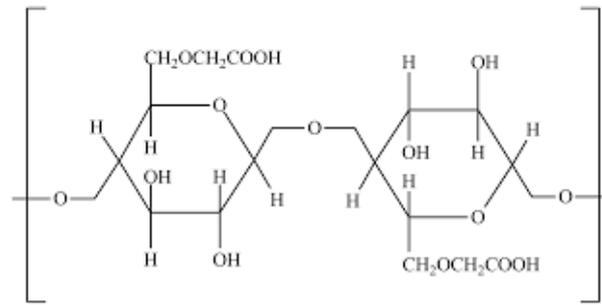
Bakteri penghasil selulosa yang paling efisien adalah *Acetobacter xylinum* yang merupakan bakteri gram negatif, bersifat aerob (membutuhkan oksigen),

memiliki bentuk berupa batang, tidak membentuk spora, dan non-motil. Dalam media tumbuhnya, bakteri *Acetobacter xylinum* mampu mengubah kandungan gula sebanyak 19% menjadi selulosa (Maryam, 2020). Namun, *Acetobacter xylinum* sangat sensitif terhadap perubahan sifat fisik dan sifat kimia lingkungannya sehingga dapat berpengaruh terhadap *nata* yang dihasilkan. Selulosa yang dikeluarkan memiliki bentuk berupa benang-benang dengan jalinan yang terus menebal menjadi lapisan *nata*.

### 2.3 Carboxymethyl Cellulose (CMC)

*Carboxymethyl Cellulose* (CMC) merupakan turunan selulosa yang diperoleh dari proses pertukaran antara gugus hidroksil selulosa dengan gugus karboksil yang terkandung dalam natrium monokloroasetat pada kondisi basa (Santoso dan Azwar, 2020). CMC memiliki rumus kimia  $C_6H_7O_2(OH)_2OCH_2COO_2$  yang merupakan eter polimer selulosa linear dan anionik polisakarida. Rantai polimer pada CMC terdiri dari unit molekul selulosa, yaitu unit anhidroglukosa. Setiap unit anhidroglukosa ( $C_6H_{10}O_5$ ) memiliki 3 gugus hidroksil dan beberapa atom hidrogen yang akan disubsitusi oleh gugus karboksil (Pujokaroni *et al.*, 2021). Banyaknya gugus hidroksil yang tersubsitusi disebut juga dengan derajat subsitusi atau derajat penggantian yang dapat mempengaruhi viskositas dan sifat kelarutan CMC dalam air. CMC yang memiliki nilai derajat subsitusi kurang dari 0,4 bersifat *swellable* tetapi tidak dapat terdispersi dalam air, sedangkan CMC yang memiliki nilai derajat subsitusi lebih dari 0,4 dapat larut dengan hidroafinitas yang semakin bertambah seiring dengan bertambahnya nilai derajat subsitusi pada CMC (Ferdiansyah *et al.*, 2017). Senyawa pengganti yang masuk ke dalam rantai selulosa menyebabkan susunan dari struktur CMC berubah dan berpecah sehingga molekul air atau senyawa pelarut lain dapat masuk dan melarutkan polimer selulosa.

Sintesis CMC melibatkan proses eterifikasi polimer linier dengan gugus karboksimetil ( $-CH_2-COOH$ ) yang terikat pada beberapa gugus OH dari monomer glukopiranososa (Silsia *et al.*, 2018). CMC memiliki struktur dasar berupa 1,4- $\beta$ -Dglukopiranososa dari polimer selulosa.



Gambar 2.3 Struktur *Carboxymethyl Cellulose* (CMC)

Sifat fisik dan kimia yang dimiliki oleh CMC, antara lain tidak berbau, tidak berwarna, tidak beracun, berbentuk butiran atau serbuk yang larut dalam air tetapi tidak dapat larut dalam larutan organik, memiliki rentang pH 6,5 hingga 8,0 dan stabil pada rentang pH 2,0 hingga 10, bersifat hidrofilik, *biodegradable*, sangat koloid, transparan, dapat bereaksi dengan garam logam berat untuk membentuk *film* yang tidak larut dalam air, serta tidak dapat bereaksi dengan senyawa organik (Maulina *et al.*, 2019).

CMC merupakan senyawa yang memiliki sifat penting seperti reologi, kelarutan, adsorpsi di permukaan, dan stabil meskipun terbuat dari bahan yang higroskopis. Selain itu, CMC juga dapat larut pada air yang memiliki suhu rendah dan tinggi tetapi pemanasan pada CMC dapat menyebabkan penurunan viskositas yang bersifat *reversible* (Silsia *et al.*, 2018). Viskositas pada larutan CMC juga dipengaruhi oleh pH larutan dengan rentang pH 5,0 hingga 11, jika pH terlalu rendah (<3) maka CMC yang terkandung dalam larutan tersebut akan mengendap. CMC akan terdispersi didalam air jika larutan tersebut memiliki pH normal sehingga butiran CMC yang bersifat hidrofilik akan menyerap air pada larutan dan mengembang. Hal ini menyebabkan viskositas pada larutan tersebut mengalami peningkatan karena air yang sebelumnya berada di luar granula dan bergerak dengan bebas menjadi sulit untuk bergerak. Dengan demikian, butiran CMC akan terperangkap pada sistem tersebut dan proses pengendapan menjadi semakin lambat karena adanya pengaruh gaya gravitasi (Wijaya dan Lina, 2021).

CMC sering diaplikasikan pada bidang industri karena memiliki manfaat yang beragam, harga yang murah, dan mudah untuk digunakan. Gugus karboksimetil pada CMC memiliki fungsi sebagai hidrokoloid yang mampu mengentalkan air,

menstabilkan emulsi, dan menyerap kelembaban pada atmosfer. CMC memiliki sifat fungsional utama yang ditentukan oleh derajat substitusi dari struktur selulosa dan tingkat pengelompokan substituen karboksimetil, yaitu sebagai pembentuk gel, stabilisator, pengental, dan pengemulsi (Setiawati *et al.*, 2021). CMC dapat digunakan sebagai pengental karena CMC memiliki sifat yang sangat koloid sehingga molekul-molekul yang terkandung pada air akan terikat dan terperangkap ke dalam struktur gel yang dibentuk oleh CMC. Selain itu, CMC juga digunakan sebagai pengemulsi karena memiliki kemampuan untuk mengubah sifat reologi yang dapat memperbaiki struktur dan tekstur dari produk. CMC merupakan *derivate* dari selulosa yang memiliki kemampuan untuk mengikat air dan membentuk jembatan hidrogen dengan molekul CMC yang lain sehingga dapat memberikan kestabilan pada produk (Selviana dan Haryanto, 2022). Berikut ini merupakan aplikasi CMC pada bidang industri:

Tabel 2.1 Aplikasi *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) pada Bidang Industri

Jenis Industri	Penggunaan CMC	Fungsi CMC
Farmasi	Obat tablet	Pengikat dan pembantu proses pemptiran
	Obat salep	Pengental, penstabil, dan pembentuk film
	Obat pencahar	Pengikat air
Detergen	Sabun cuci	Pencegah redeposisi kotoran
Kertas	Aditif	Pengikat dan penambah kekuatan
	Pelapis	Pengikat air dan pengental
Kosmetik	Pasta gigi	Pensuspensi dan pengental
	Produk gel	Pembentuk film dan gel
	Gigi palsu	Perekat
Keramik	Batang pengelas	Pengental, pelumas, dan pengikat
	Pelapis	Pengikat
Pangan	<i>Topping</i> makanan	Pengental
	Minuman	Pemberi rasa dan pengental

	Makanan hewan	Pengental, pengestruksi, dan pengikat air
	<i>Frozen food</i>	Penghambat pertumbuhan kristal es

Sumber : Kirk dan Othmer (1964)

CMC aman digunakan dalam industri pangan karena tidak terdapat penambahan kelarutan atau reaktivitas kimia berbasis selulosa ke dalam gugus-gugus metil nonpolar. Dalam bentuk murninya, CMC disebut sebagai gum selulosa yang terdiri dari natrium, ammonium, dan garam-garam kalsium. Di industri pangan, CMC sering digunakan sebagai pengemulsi dan sebagian dari produk pangan tergolong sebagai emulsi cair, seperti es krim, margarin, saus, dan lain-lain. Emulsi adalah suatu jenis koloid yang memiliki zat terdispersi dalam bentuk fase cair dan medium terdispersi dalam fase cair, padat, atau gas. Salah satu parameter utama yang sangat menentukan kualitas produk pangan emulsi yaitu kestabilan emulsi. Kestabilan emulsi cair dapat mengalami kerusakan jika terdapat proses pendinginan, pemanasan, penambahan elektrolit, dan sentrifugasi. Untuk menjaga kestabilan dari emulsi, biasanya industri pangan menambahkan suatu zat pengemulsi yakni CMC karena CMC memiliki sifat sebagai penstabil, pengikat, penahan air, dan pengental. Adapun kandungan gizi CMC yang dapat dilihat pada tabel 2.2.

Tabel 2.2 Kandungan Gizi pada *Carboxymethyl Cellulose* (CMC)

Zat Gizi	Jumlah (%)
Asam Glukoronik	19,5 ± 0,2
Arabinosa	30,5 ± 3,5
Galaktosa	36,2 ± 2,3
Protein	2,24 ± 0,15
Rhamnosa	13,0 ± 1,1

Sumber : Glicksman (1969)

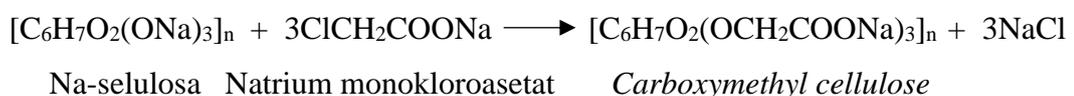
#### 2.4 Sintesis *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) dari Selulosa

Tahapan proses utama yang akan menentukan karakteristik dari produk CMC adalah tahap alkalisasi dan karboksimetilasi. Tahap alkalisasi dilakukan dengan

menambahkan larutan NaOH sebagai reagen alkalisasi untuk mengaktifkan gugus-gugus hidroksil (-OH) pada selulosa. Selain itu, larutan NaOH juga akan membentuk lapisan di sekitar selulosa sehingga selulosa akan terkonversi menjadi Na-selulosa (Rahmasari *et al.*, 2022). Reaksi yang terjadi pada tahap alkalisasi adalah reaksi substitusi antara gugus hidroksil dan NaOH dengan hasil reaksi berupa Na-selulosa. Tahap alkalisasi menyebabkan struktur dari selulosa mengalami pengembangan sehingga akan mempermudah proses difusi reagen karboksimetilasi menuju gugus hidroksil pada selulosa. Berikut ini merupakan reaksi yang terjadi pada tahap alkalisasi:



Tahap karboksimetilasi atau eterifikasi dilakukan dengan menambahkan natrium monokloroasetat atau natrium monokloroasetat sebagai reagen karboksimetilasi untuk melekatkan gugus karboksilat pada struktur selulosa. Selulosa akan tersubstitusi atau tergantikan oleh  $\text{Na}^+$  dan bereaksi dengan natrium monokloroasetat untuk membentuk produk berupa Na-CMC. Keberhasilan dari tahap karboksimetilasi ditentukan oleh proses aktivasi selulosa yang dipengaruhi oleh konsentrasi larutan NaOH. Konsentrasi larutan NaOH yang semakin besar akan meningkatkan reaktifitas dari Na-selulosa yang terbentuk sehingga nilai derajat substitusi pada produk CMC menjadi semakin besar (Maulina *et al.*, 2019). Tahap karboksimetilasi akan optimum jika pada tahap alkalisasi dengan penambahan larutan NaOH juga optimum. Jika konsentrasi larutan NaOH yang digunakan pada tahap alkalisasi terlalu rendah, maka konversi selulosa menjadi Na-selulosa menjadi terbatas. Namun, jika konsentrasi larutan NaOH terlalu tinggi, maka NaOH berlebih akan mendegradasi produk CMC yang terbentuk. Berikut ini merupakan reaksi yang terjadi pada tahap karboksimetilasi:



Natrium monokloroasetat yang tidak bereaksi dengan Na-selulosa pada tahap karboksimetilasi akan membentuk natrium klorida dan natrium glikolat sebagai produk samping. Semakin rendah produk samping yang dihasilkan, maka semakin tinggi tingkat kemurnian dari produk CMC. Kemurnian CMC dipengaruhi oleh konsentrasi NaOH dan natrium monokloroasetat, semakin rendah konsentrasi NaOH dan natrium monokloroasetat yang bereaksi untuk membentuk natrium klorida dan natrium glikolat maka semakin tinggi kemurnian CMC. Dengan demikian, meningkatnya konsentrasi pereaksi karboksimetilasi akan meningkatkan produk samping yang dihasilkan dari reaksi dan menurunkan kemurnian CMC (Rahmasari *et al.*, 2022). Jumlah natrium klorida yang semakin besar menunjukkan jumlah natrium glikolat yang terbentuk juga semakin besar. Selain itu, adanya NaOH yang tidak ikut bereaksi pada tahap alkalisasi juga dapat menurunkan kemurnian CMC. Berikut ini merupakan reaksi pembentukan natrium glikolat sebagai produk samping dari sintesis CMC:



## 2.5 Reaktor *Microwave*

Salah satu alternatif sumber energi yang dapat digunakan untuk mensuplai energi dalam proses dan reaksi kimia adalah gelombang mikro. Pemanasan pada gelombang mikro melibatkan pemanasan dielektrik, yaitu dengan mereaksikan campuran hingga homogen tanpa kontak langsung dengan dinding. Karakteristik dari pemanasan dengan gelombang mikro berbeda dengan pemanasan konvensional karena panas yang dihasilkan oleh gelombang mikro merupakan akibat dari getaran molekul-molekul bahan yang dipanaskan. Pemanasan dengan gelombang mikro memiliki kelebihan, yaitu pemanasan yang lebih merata dan bersifat selektif karena dipengaruhi oleh dielektrik properties bahan. Selain itu, pemanasan dengan gelombang mikro memiliki kelebihan, antara lain mampu menyediakan proses pemanasan volumetrik pada peningkatan efisiensi pemanas, mempersingkat waktu

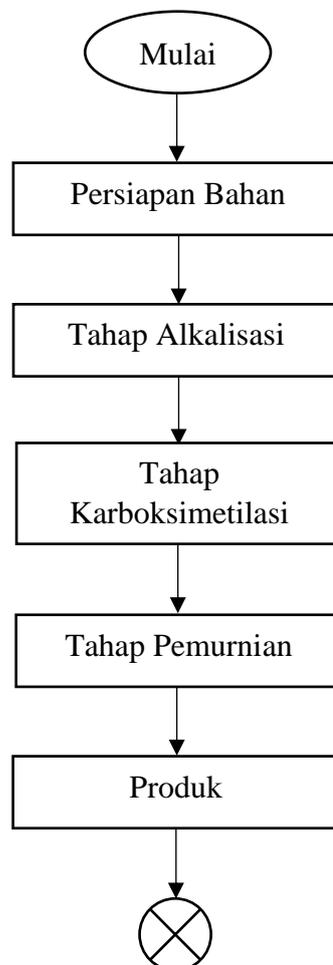
reaksi, mudah dioperasikan secara elektornik, dan memiliki sifat *highly reproducible*.

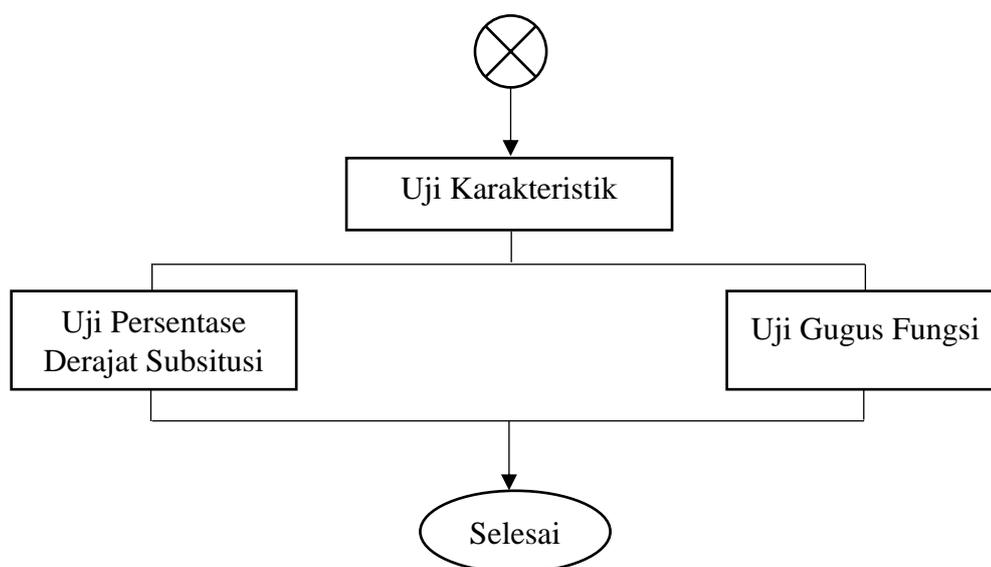
Pada proses sintesis CMC secara konvensional cenderung memiliki reaksi yang lambat sehingga dalam prosesnya dibutuhkan pengembangan teknologi yang telah teridentifikasi untuk meningkatkan produktivitas proses, yaitu reaktor *microwave* yang menghasilkan gelombang mikro. Pemanasan dengan bantuan gelombang mikro lebih terkontrol jika dibandingkan dengan pemanasan konvensional karena dapat mempercepat waktu reaksi serta meningkatkan karakteristik dan kemurnian produk (Panchan *et al.*, 2021). Gelombang mikro dimanfaatkan ketika natrium monokloroasetat dan Na-selulosa direaksikan pada sintesis CMC, yaitu pada tahap karboksimetilasi.

## BAB III METODOLOGI PENELITIAN

### 3.1 Tahapan Penelitian

Sintesis *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) ini dilakukan dengan menggunakan reaktor *microwave* untuk mendapatkan kondisi proses yang optimum. Tahapan penelitian ini terdiri atas: (1) tahap alkalisasi; (2) tahap karboksimetilasi; (3) tahap pemurnian; dan (4) karakterisasi. Diagram alir penelitian ini ditunjukkan pada Gambar 3.1.





Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian Sintesis CMC

### 3.2 Prosedur Penelitian

Berikut ini merupakan tahapan sintesis CMC yang terdiri atas tahap alkalisasi, tahap karboksimetilasi, dan tahap pemurnian.

#### 3.2.1 Tahap Alkalisasi

Tahap alkalisasi dilakukan untuk mengaktifkan gugus-gugus hidroksil (-OH) pada selulosa dengan penambahan larutan NaOH. Pada tahap ini, serbuk selulosa dilarutkan menggunakan isopropil alkohol sebagai medium reaksi karena isopropil alkohol bersifat *inert*, yaitu tidak ikut bereaksi dan dapat menjadikan selulosa lebih mudah berikatan dengan Na dari NaOH melalui pemecahan ikatan selulosa. Tahap ini dilakukan dengan memasukkan serbuk selulosa sebanyak 5 gram ke dalam gelas beaker, lalu ditambahkan isopropil alkohol sebanyak 100 ml. Kemudian, dilakukan pengadukan selama 20 menit menggunakan *magnetic stirrer*. Setelah itu, dilakukan tahap alkalisasi dengan penambahan larutan NaOH sebagai reagen alkalisasi untuk mengaktifkan gugus-gugus hidroksil (-OH) pada selulosa dan membentuk lapisan di sekitar selulosa. Selanjutnya, serbuk selulosa direaksikan menggunakan NaOH sehingga terjadi reaksi substitusi antara NaOH dengan gugus -OH dan menghasilkan Na-selulosa. Selain itu, Na-selulosa juga terbentuk karena



### 3.3 Alat dan Bahan

#### 3.3.1 Alat

Berikut ini merupakan alat-alat yang digunakan pada penelitian sintesis CMC.

- a. Ayakan 60 mesh
- b. *Blender*
- c. Corong buchner
- d. Erlenmeyer
- e. Gelas beaker
- f. Gelas ukur
- g. Kertas saring
- h. *Magnetic stirrer*
- i. Neraca analitik
- j. *Oven*
- k. pH meter
- l. Pompa *vacuum*
- m. Reaktor *microwave*

#### 3.3.2 Bahan

Berikut ini merupakan bahan-bahan yang digunakan pada penelitian sintesis CMC.

- a. Asam asetat 90%
- b. Aquadest
- c. Isopropil alkohol
- d. Metanol 70%
- e. NaOH
- f. *Nata de coco*
- g. Natrium monokloroasetat (Na-MCA)

### 3.4 Variabel Percobaan

#### 3.4.1 Variabel Tetap

Berikut ini merupakan variabel tetap pada penelitian sintesis CMC.

- a. Massa serbuk selulosa (*nata de coco*): 5 gram
- b. Massa natrium monokloroasetat (Na-MCA): 6 gram
- c. Volume isopropil alkohol: 100 ml
- d. Volume NaOH: 20 ml
- e. Temperatur reaksi: 50°C

### 3.4.2 Variabel Berubah

Berikut ini merupakan variabel berubah pada penelitian sintesis CMC.

- a. Konsentrasi NaOH : 10%, 20%, dan 30% (% w/v)
- b. Waktu reaksi : 10, 20, 30, dan 60 menit

## 3.5 Metode Pengumpulan dan Analisis Data

### 3.5.1 Perhitungan Persentase Derajat Substitusi

Tahap ini dilakukan untuk mengetahui persentase antara massa CMC yang diperoleh setelah proses pemurnian terhadap massa *feed* selulosa yang menunjukkan banyaknya produk CMC yang terbentuk. Serbuk CMC yang diperoleh dilarutkan dengan air panas pada suhu 60°C, lalu disaring menggunakan kertas saring dan corong buchner yang dilengkapi dengan pompa *vacuum*. CMC akan larut dalam air panas, sedangkan residu yang tertinggal pada kertas saring merupakan selulosa yang tidak terbentuk. Kemudian, residu tersebut dikeringkan menggunakan *oven* dan ditimbang hingga massanya konstan. Berikut ini merupakan persamaan yang digunakan untuk menghitung persentase derajat substitusi produk CMC.

$$\text{Persentase derajat substitusi} = \frac{\text{massa produk CMC}}{\text{massa feed selulosa}} \times 100\%$$

### 3.5.2 Analisa Gugus Fungsi Menggunakan Spektrofotometri FTIR

Spektrofotometri FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) merupakan metode yang menggunakan radiasi inframerah yang dilewatkan pada sampel. Analisa menggunakan spektrofotometri FTIR bertujuan untuk mengetahui gugus fungsi pada sampel dan gugus baru yang terbentuk. Pada spektrofotometri FTIR (*Fourier Transform Infra Red*), gugus -OH menunjukkan ciri khas pada selulosa dengan rentang panjang gelombang 3700-

3100  $\text{cm}^{-1}$ . Selain itu, gugus karboksil berada pada panjang gelombang 1590-1610  $\text{cm}^{-1}$ , gugus karbonil pada panjang gelombang 1680-1750  $\text{cm}^{-1}$ , dan gugus  $-\text{CH}_2$  pada panjang gelombang 1370-1465  $\text{cm}^{-1}$ .

### 3.6 Jadwal Pelaksanaan Penelitian

Dalam menyelesaikan penelitian ini, dibutuhkan tahapan untuk melaksanakan penelitian yang di mulai dari penyusunan proposal penelitian hingga seminar hasil penelitian.

Tabel 3.1 Jadwal Pelaksanaan Penelitian

No.	Kegiatan	Bulan ke-					
		1	2	3	4	5	6
1.	Penyusunan Proposal Penelitian						
2.	Seminar Proposal Penelitian						
3.	Proses Penelitian						
4.	Studi Literatur dan Analisis						
5.	Pembuatan Laporan Akhir Penelitian						
6.	Seminar Hasil Penelitian						

## **BAB IV**

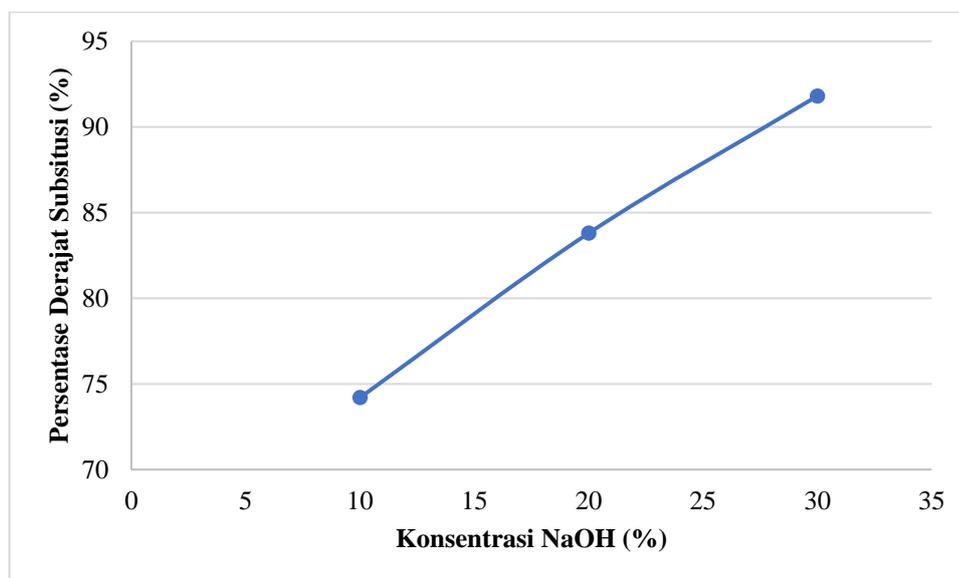
### **HASIL DAN PEMBAHASAN**

Penelitian ini dilakukan melalui dua tahapan proses, yaitu alkalisasi dan karboksimetilasi. Pada tahap alkalisasi, dilakukan analisa pengaruh konsentrasi NaOH, sedangkan pada tahap karboksimetilasi dilakukan analisa pengaruh waktu reaksi dengan bantuan gelombang mikro. Proses alkalisasi pada penelitian ini menggunakan larutan NaOH dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam agar campuran reaksi menjadi homogen. Fungsi penambahan NaOH yaitu untuk mengaktifkan gugus-gugus -OH pada molekul selulosa dan sebagai pengembang. Proses penambahan NaOH menyebabkan adanya perubahan warna pada sampel menjadi semakin coklat karena masih adanya senyawa-senyawa lain dari selulosa yang bereaksi dengan NaOH. Pada proses karboksimetilasi digunakan reagen monokloroasetat untuk melekatkan gugus karboksilat pada struktur selulosa sehingga diperoleh produk berupa Na-CMC yang masih mengandung produk samping (Maulina, *et. al.*, 2019).

Setelah itu, dilakukan proses penetralan untuk menetralkan pH pada Na-CMC sehingga diperoleh produk berupa CMC yang masih mengandung produk samping. Pada proses penetralan terjadi perubahan warna menjadi kuning karena senyawa lain yang terkandung dalam Na-CMC menjadi semakin berkurang seiring dengan bertambahnya jumlah asam asetat, kemudian dilakukan perendaman menggunakan metanol untuk menghilangkan produk samping sehingga diperoleh produk CMC. Analisa yang dilakukan untuk mengetahui banyaknya produk CMC yang terbentuk yaitu dengan melakukan uji persentase derajat substitusi. CMC memiliki kelarutan yang baik dalam air sehingga ketika produk CMC dilarutkan dalam air panas pada analisa uji persentase derajat substitusi, maka CMC akan lolos melewati kertas saring, sedangkan selulosa yang tidak terbentuk (residu) akan tertinggal dalam kertas saring.

#### 4.1 Pengaruh Konsentrasi NaOH pada Tahap Alkalisasi

Persentase derajat substitusi merupakan perbandingan antara massa produk CMC yang diperoleh setelah proses pemurnian terhadap massa *feed* selulosa yang menunjukkan banyaknya produk CMC yang terbentuk.

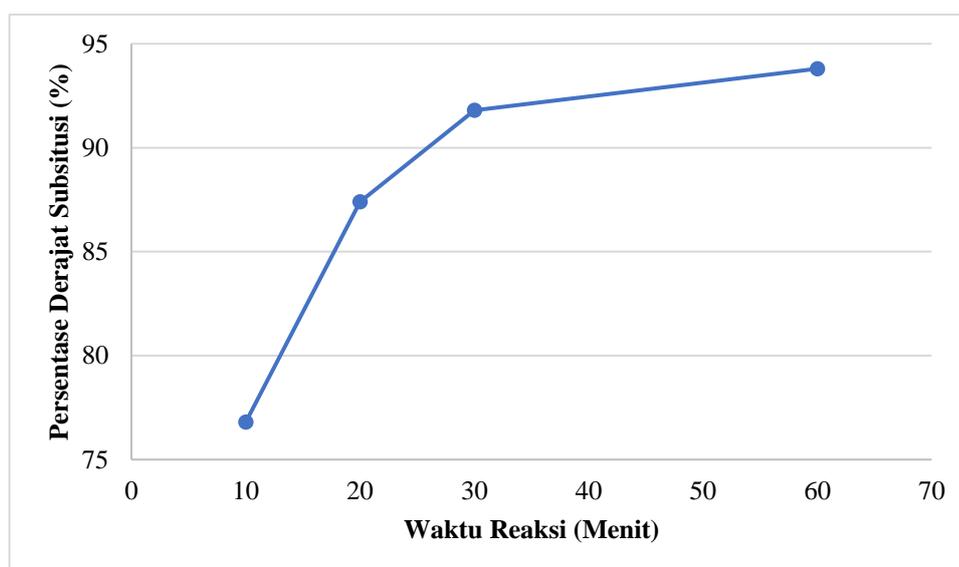


Gambar 4.1 Persentase Derajat Substitusi yang diperoleh pada Variasi Konsentrasi NaOH dengan Waktu Reaksi selama 30 Menit

Pada tahap alkalisasi dilakukan variasi konsentrasi NaOH sebesar 10%, 20%, dan 30% dengan waktu reaksi selama 30 menit sehingga diperoleh persentase derajat substitusi pada tiap variasi konsentrasi masing-masing sebesar 74,20%, 83,80%, dan 91,80%. Berdasarkan Gambar 4.1 terlihat bahwa persentase derajat substitusi tertinggi diperoleh pada variasi konsentrasi NaOH 30% yaitu sebesar 91,80%. Hal ini disebabkan karena semakin tinggi konsentrasi NaOH yang digunakan pada tahap alkalisasi, maka selulosa akan semakin mengalami pengembangan sehingga dapat mempermudah proses substitusi natrium monokloroasetat ke dalam gugus-gugus hidroksil yang dapat meningkatkan persentase derajat substitusi CMC. Hasil yang diperoleh sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Rahmasari *et al.* (2022) yang menjelaskan bahwa persentase derajat substitusi yang diperoleh pada konsentrasi NaOH sebesar 5%, 15%, dan 25% mengalami peningkatan, sedangkan pada konsentrasi NaOH sebesar 35% dan 45% mengalami penurunan. Penambahan konsentrasi NaOH kurang dari 30% akan

menyebabkan perubahan selulosa menjadi Na-selulosa tidak berlangsung secara sempurna karena semakin banyak gugus -OH pada selulosa yang tidak teraktivasi sehingga CMC yang dihasilkan semakin sedikit dan persentase derajat substitusi yang diperoleh semakin rendah. Namun, penambahan konsentrasi NaOH lebih dari 30% menyebabkan persentase derajat substitusi mengalami penurunan karena reaksi yang terjadi akan cenderung membentuk produk samping berupa NaCl (Rahmasari *et al.*, 2022). Hal ini disebabkan oleh rendahnya efektivitas substitusi gugus -OH dari reaksi karboksimetilasi yang terjadi pada Na-selulosa oleh reagen karboksimetilasi (Triasswari *et al.*, 2022).

#### 4.2 Pengaruh Waktu Reaksi pada Tahap Karboksimetilasi



Gambar 4.2 Persentase Persentase Derajat Substitusi yang diperoleh pada Variasi Waktu Reaksi dengan Konsentrasi NaOH sebesar 30%

Pada tahap karboksimetilasi, dilakukan variasi waktu reaksi selama 10, 20, 30, dan 60 menit dengan konsentrasi NaOH sebesar 30% sehingga diperoleh persentase derajat substitusi pada tiap variasi waktu reaksi masing-masing sebesar 76,80%, 87,40%, 91,80%, dan 93,80%. Berdasarkan Gambar 4.2 terlihat bahwa semakin lama waktu reaksi, maka semakin tinggi persentase derajat substitusi yang dihasilkan. Hal ini disebabkan karena waktu reaksi yang semakin bertambah pada proses karboksimetilasi akan meningkatkan reaksi substitusi yang terjadi.

Persentase derajat substitusi tertinggi diperoleh pada waktu reaksi selama 60 menit yaitu sebesar 93,80% karena pada waktu tersebut reaksi berlangsung secara efektif sehingga kontak antara agen eterifikasi dengan selulosa dan molekul karboksimetil selulosa menjadi lebih baik dan terbentuk secara sempurna (Yeasmin *et al.*, 2022). Berdasarkan Ndruru *et al.* (2021) menjelaskan bahwa pada waktu reaksi 60 menit, CMC memiliki kelarutan dalam air yang semakin tinggi sehingga waktu reaksi 60 menit dianggap sebagai kondisi optimum untuk mensintesis CMC dengan bantuan gelombang mikro karena waktu reaksi yang lebih lama akan mengoptimalkan reaksi pada tahap karboksimetilasi sehingga gugus hidroksil yang terkonversi menjadi gugus karboksil semakin bertambah.

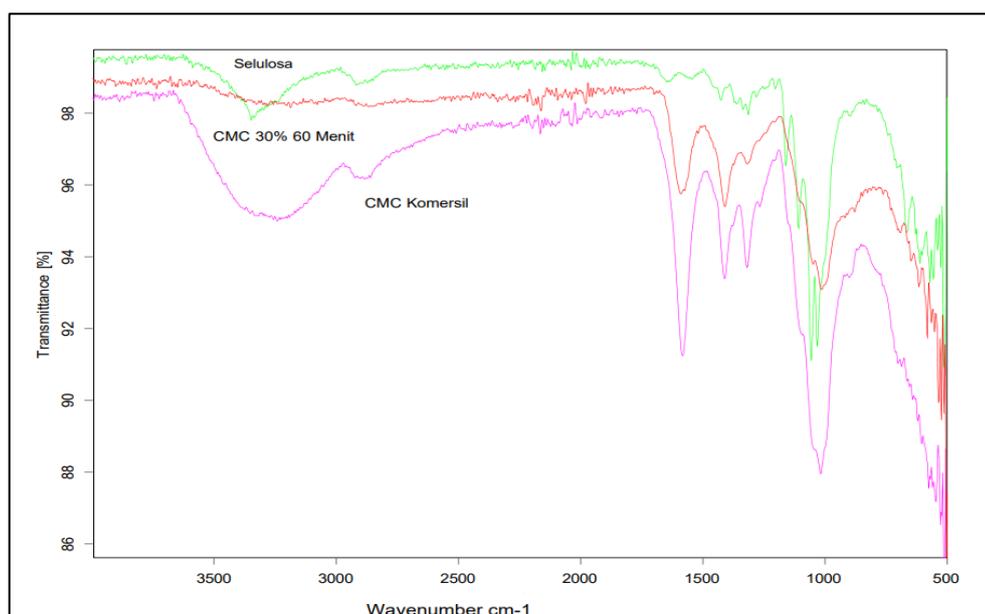
Sintesis CMC dengan bantuan gelombang mikro membutuhkan waktu reaksi yang lebih singkat dan suhu yang relatif lebih rendah jika dibandingkan dengan sintesis CMC secara konvensional. Pemanasan konvensional menggunakan *oven* hanya menghasilkan panas di permukaan bahan sehingga reaksi yang terjadi pada tahap karboksimetilasi cenderung lebih lambat, sedangkan pada reaktor *microwave* pemanasan dilakukan dengan bantuan gelombang mikro yang dapat menghasilkan panas hingga ke dalam bahan. Berikut ini merupakan perbandingan antara kondisi reaksi karboksimetilasi dengan metode konvensional dan bantuan gelombang mikro pada sintesis CMC.

Tabel 4.1 Perbandingan Metode Konvensional dan Bantuan Gelombang Mikro

<b>Bahan Baku</b>	<b>Metode</b>	<b>Kondisi Reaksi Karboksimetilasi</b>	<b>Referensi</b>
<i>Nata de coco</i>	Gelombang mikro	Waktu reaksi selama 60 menit dan suhu reaksi sebesar 50°C	Penelitian ini
MCC ( <i>Microcrystalline Cellulose</i> )	Gelombang mikro	Waktu reaksi selama 60 menit dan suhu reaksi sebesar 60°C	Ndruru <i>et al.</i> , 2021

Batang pisang	Konvensional	Waktu reaksi selama 3 jam dan suhu reaksi sebesar 55°C	Santoso dan Azwar, 2020
<i>Nata de coco</i>	Konvensional	Waktu reaksi selama 3,5 jam dan suhu reaksi sebesar 55°C	Rachtanapun <i>et al.</i> , 2021
<i>Nata de coco</i>	Konvensional	Waktu reaksi selama 4 jam dan suhu reaksi sebesar 55°C	Nurfajriani <i>et al.</i> , 2020

### 4.3 Analisa Gugus Fungsi Produk CMC



Gambar 4.3 Analisa Gugus Fungsi *Feed* Selulosa, CMC Hasil Penelitian, dan CMC Komerisil

Hasil analisa gugus fungsi yang ditunjukkan oleh *peak* gugus -OH, gugus -COO, gugus C=O, gugus C-O, dan gugus -CH<sub>2</sub> pada *feed* selulosa, CMC hasil penelitian, dan CMC komersial dapat dilihat pada tabel 4.2.

Tabel 4.2 Hasil Analisa Gugus Fungsi pada Spektrum FTIR

Sampel bahan	Peak pada Spektrum FTIR (cm <sup>-1</sup> )				
	Gugus - OH	Gugus - COO	Gugus C=O	Gugus C-O	Gugus - CH <sub>2</sub>
Feed selulosa	3346,87	-	-	1314,35	1426,4
CMC komersial	3294,43	1582,33	-	1320,11	1410,68
CMC hasil penelitian	-	1590,61	1699,51	1318,42	1410,02

Berdasarkan analisa gugus fungsi selulosa, produk CMC komersial, dan produk yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki spektrum FTIR yang cenderung mirip. Namun, terdapat sedikit perbedaan antara produk CMC komersial dan produk yang dihasilkan, yaitu pada gugus -OH. Pada produk CMC komersial terdapat gugus -OH, sedangkan pada produk yang dihasilkan tidak menunjukkan adanya gugus -OH. Berdasarkan Safitri *et al.* (2017), gugus yang terbentuk pada *peak* dengan rentang sebesar 3700-3100 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus -OH. Pada tahap karboksimetilasi, natrium monokloroasetat akan bereaksi dengan gugus hidroksil pada selulosa untuk membentuk gugus karboksil yang baru sehingga gugus hidroksil pada selulosa akan menjadi berkurang. Pada penelitian ini, gugus hidroksil yang disubsitusi oleh gugus karboksil dalam jumlah yang banyak sehingga gugus -OH pada produk yang dihasilkan mengalami penurunan intensitas pada spektrum FTIR. Hal tersebut menunjukkan produk CMC yang dihasilkan memiliki persentase derajat substitusi yang tinggi. Semakin tinggi derajat substitusi, maka muatan negatifnya menjadi semakin banyak yang menyebabkan kelarutan dari produk CMC semakin tinggi.

Ketika selulosa yang sudah teraktivasi direaksikan dengan natrium monokloroasetat, oksigen pada selulosa akan melekat pada karbon yang lebih positif pada natrium monokloroasetat sehingga membentuk gugus eter (C-O) yang merupakan gugus konstituen utama pada CMC. Hal ini ditunjukkan pada *peak* sebesar 1318,42 cm<sup>-1</sup> yang termasuk ke dalam rentang gugus C-O. Pada penelitian

Suryanti *et al.* (2023) menjelaskan bahwa gugus eter (C-O) pada CMC terdapat pada *peak* sebesar  $1330\text{ cm}^{-1}$ .

*Peak* yang menunjukkan adanya gugus fungsi spesifik dari selulosa yaitu -OH, C-O, dan -CH<sub>2</sub> (Salimi *et al.*, 2021). Perbedaan antara spektrum FTIR pada selulosa dan produk yang dihasilkan yaitu adanya peningkatan *peak* sebesar  $1544,14\text{ cm}^{-1}$  pada selulosa menjadi sebesar  $1590,61\text{ cm}^{-1}$  pada produk yang dihasilkan. Hal ini menunjukkan bahwa terdapat gugus baru yang terbentuk berupa gugus karboksil. Menurut Allieri dan Aburto (2017) menjelaskan bahwa gugus karboksil pada spektrum FTIR ditunjukkan pada rentang *peak* sebesar  $1590\text{-}1610\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Safitri *et al.* (2017) yang menjelaskan bahwa CMC teridentifikasi memiliki gugus karboksil pada panjang gelombang  $1604\text{ cm}^{-1}$ .

Adapun gugus lain yang terkandung dalam grup CMC dapat dilihat pada Tabel 4.2, yaitu gugus karbonil (C=O) dengan *peak* sebesar  $1699,51\text{ cm}^{-1}$ . Hal ini sesuai dengan pernyataan Salimi *et al.* (2021) yang menyatakan bahwa gugus karbonil ditunjukkan pada rentang *peak* sebesar  $1680\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$ . Selain itu, gugus -CH<sub>2</sub> sebesar  $1410,02\text{ cm}^{-1}$  sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Safitri *et al.* (2017) yang menjelaskan bahwa CMC teridentifikasi memiliki ikatan -CH<sub>2</sub> pada panjang gelombang  $1419\text{ cm}^{-1}$ . Menurut Salimi *et al.* (2021), gugus -CH<sub>2</sub> berada pada rentang  $1370\text{-}1465\text{ cm}^{-1}$ .

## **BAB V**

### **KESIMPULAN DAN SARAN**

#### **5.1 Kesimpulan**

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

1. Konsentrasi NaOH memberikan pengaruh yang cukup signifikan terhadap pembentukan produk atau persentase derajat substitusi CMC. Pada penelitian ini, kondisi maksimum yang dicapai adalah konsentrasi NaOH sebesar 30%w/v dengan persentase derajat substitusi tertinggi sebesar 91,80%.
2. Pada penelitian ini, kondisi optimum yang didapatkan adalah waktu reaksi selama 60 menit dengan persentase derajat substitusi tertinggi sebesar 93,80%. Sintesis CMC dari selulosa bakteri menggunakan reaktor *microwave* pada tahap karboksimetilasi memberikan waktu reaksi yang lebih singkat dengan suhu yang lebih rendah (50°C) jika dibandingkan dengan metode konvensional. Reaktor *microwave* mampu mempersingkat proses sintesis CMC sehingga berpotensi untuk menghemat energi.

#### **5.2 Saran**

Produk yang diperoleh dari penelitian ini merupakan grup CMC sehingga terdapat saran yang dapat diberikan untuk penelitian selanjutnya yaitu menggunakan konsentrasi NaOH lebih dari 30% untuk memperoleh kondisi optimum pada proses sintesis CMC.

## DAFTAR PUSTAKA

- Allieri, M. A. A. dan J. Aburto. 2017. Conversion of Lignin to Heat and Power, Chemicals or Fuels into the Transition Energy Strategy. *Licensee InTech*: 145-160.
- Fengel, D. dan W. Gerd. 1995. Kayu Kimia Ultrastruktur Reksi-Reksi. Gajah Mada University Press. Yogyakarta.
- Ferdiansyah, M. K., D. W. Marseno, dan Y. Pranoto. 2017. Optimasi Sintesis Karboksi Metil Selulosa (CMC) dari Pelepah Kelapa Sawit Menggunakan Response Surface Methodology (RSM). *Jurnal AGRITECH* 37(2): 158-164.
- Futeri, R., S. D. Samah, dan R. P. Putra. 2019. Pembuatan CMC (Carboxymethyl Cellulose) dari Limbah Ampas Tebu Menggunakan Reaktor Semi Continue. *ACE Conference*: 1047-1057.
- Glicksman, M. 1969. *Gum Technology in The Food Industries*. Academic Press. New York.
- Kirk, R. E. dan D. F. Othmer. 1964. *Encyclopedia of Chemical Technology*. 2nd ed. John Wiley and Sons Inc. New York.
- Liany, S. A., W. Syafira, A. Putri, dan A. U. Khasanah. 2022. Pengaruh Pembentukan BC (Bacterial cellulose) dengan Berbagai Variasi dan Kombinasi Substrat. *Berkala Ilmiah Biologi* 13(2): 13-20.
- Maryam A. 2020. Analisis Karakteristik Mutu Nata de Leri dengan Variasi Konsentrasi Gula Pasir sebagai Sumber Karbon. *Cross-border* 3(2): 252-260.
- Maulina, Z., Adriana, dan T. Rihayat. 2019. Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH dan Berat Natrium Monokloroasetat pada Pembuatan (Carboxymethyl Cellulose) CMC dari Serat Daun Nenas (Pineapple-leaf fibres). *Jurnal Reaksi (Journal of Science and Technology)* 17(2).
- Nduru, S. T. C. L., E. Pramono, D. Wahyuningrum, B. Bundjali, dan I. M. Arcana. 2021. Preparation and Characterization of Biopolymer Blend Electrolyte Membranes Based on Derived Celluloses for Lithium-Ion Batteries Separator. *Bull. Mater. Sci* 44(104): 1-15.

- Nurfajriani, A. N. Pulungan, M. Yusuf, M. D. Tampubolon, dan N. Bukit. 2020. The Effects of Sodium Hydroxide Concentrations on Synthesis of Carboxymethyl Cellulose from Bacterial Cellulose. *Journal of Physics: Conf. Series* 1485 1-7.
- Nurjannah, N. R., T. Sudiarti, dan L. Rahmidar. 2020. Sintesis dan Karakterisasi Selulosa Termetilasi sebagai Biokomposit Hidrogel. *Al-Kimiya* 7(1): 19-27.
- Panchan, N., P. Wattanapan, S. Sungsinchai, S. Roddecha, P. Dittanet, A. Seubsai, C. Niamnuy, dan S. Devahastin. 2021. Optimization of Synthesis Conditions of Carboxymethyl Cellulose from Pineapple Leaf Waste using Microwave-Assisted Heating and Its Application as a Food Thickener. *BioResources* 16(4): 7684-7701.
- Philips, G.O. dan P.A. Williams. 2000. *Handbook of Hydrocolloids*. Cambridge. Woodhead Publishing Limited.
- Pujokaroni, A. S., D. W. Marseno, dan Y. Pranoto. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Sodium Karboksimetil Selulosa dari Serabut Kelapa Sawit. *Journal of Tropical Agrifood* 3(2): 101-113.
- Rachtanapun, P., P. Jantrawut, W. Klunklin, K. Jantanasakulwong, Y. Phimolsiripol, N. Leksawadi, P. Seesuriyachan, T. Chaiyaso, C. Insomphun, S. Phongthai, S. R. Sommano, W. Punyodom, A. Reungsang, dan T. M. P. Ngo. 2021. Carboxymethyl Bacterial Cellulose From Nata de Coco: Effects of NaOH. *Journal of Polymers*. 13, 348.
- Rahmasari, E., M. Zamhari, dan I. Silviyati. 2022. Plastik Biodegradable Berbasis Carboxymethyl Cellulose dari Ampas Tebu. *Jurnal Pendidikan dan Teknologi Indonesia* 2(9): 385-391.
- Rahmidar, L., Seruni W., dan Tety S. 2018. Pembuatan dan Karakterisasi Metil Selulosa dari Bonggol dan Kulit Nanas (*Ananas comosus*). *Jurnal Pendidikan dan Ilmu Kimia* 2(1): 88-96.
- Safitri, D., E. A. Rahim, Prismawiryanti, dan R. Sikanna. 2017. Sintesis Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Selulosa Kulit Durian (*Durio zibethinus*). *Jurnal Riset Kimia KOVALEN* 3(1): 58-68.

- Salimi, Y. K., A. S. Hasan, dan D. N. Botutihe. 2021. Sintesis dan Karakterisasi Carboxymethyl Cellulose Sodium (Na-CMC) dari Selulosa Eceng Gondok (*Eichhornia Crassipes*) dengan Media Reaksi Etanol-Isobutanol. *Jurnal Jamb.J.Chem* 3(1): 1-11.
- Santoso, R. dan E. Azwar. 2020. Pengaruh Konsentrasi Isopropanol Terhadap Karakteristik Karboksimetil Selulosa dari Batang Pisang. *Jurnal Kelitbangan* 8(3): 253-264.
- Selviana, G. A. dan Haryanto. 2022. Pengaruh Penambahan Carboxymethyl Cellulose Terhadap Karakteristik Hidrogel Film Polivinil Alkohol sebagai Aplikasi Pembalut Luka dengan Chemical Crosslinking Method. *Jurnal Techno* 23(2): 121-130.
- Setiawati, C., Kamsina, I. T. Anova, Firdausni, dan Y. H. Diza. 2021. Pengaruh Penambahan Carboxyl Methyl Cellulose (CMC) dan Asam Sitrat Terhadap Mutu dan Ketahanan Simpan Susu Jagung. *Jurnal Litbang Industri* 11(2):131-137.
- Suryanti, V., T. Kusumaningsih, D. Safriyani, I. S. Cahyani. 2023. Synthesis and Characterization of Cellulose Ethers from Screw Pine (*Pandanus tectorius*) Leaves Cellulose ad Food Additives. *International Journal of Technology* 14(3): 659-668.
- Sutha, K. G. G., I. W. Arnata, G. P. G. Putra. 2022. Pengaruh Suhu dan Waktu Proses Karboksimetilasi Terhadap Karakteristik Carboxymethyl Celullose (CMC) dari Onggok Singkong. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Pangan* 11(3): 533-541.
- Silsia, D., Z. Efendi, dan F. Timotius. 2018. Karakterisasi Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Pelepah Kelapa Sawit. *Jurnal Agroindustri* 8(1): 53-61.
- Sjostrom, E. 1998. Kimia Kayu: Proses Dasar dan Penggunaannya, diterjemahkan oleh Hardjono Sastrohamidjono. Gajah Mada University Press. Yogyakarta.
- Triasswari, N. P. M., I. W. Arnata, dan L. W. G. S. Yoga. 2022. Karakteristik Karboksimetil Selulosa dari Onggok Singkong pada Variasi Konsentrasi Natrium Hidroksida dan Asam Trikloroasetat. *Jurnal Rekayasa dan Manajemen Agroindustri* 10(3): 302-311.

- Usman, A., I. D. Novieta, Irmayani, dan Fitriani. 2021. Kandungan Selulosa, Hemiselulosa, dan Lignin Silase Batang Pisang (*Musa Paradisiaca*) Kombinasi Daun Indigofera (*Indigofera Sp*) sebagai Pakan Ternak Ruminansia. 39(1): 61-67.
- Wijaya, H. M. dan R. N. Lina. 2021. Formulasi dan Evaluasi Fisik Sediaan Suspensi Ekstrak Biji Pepaya (*Carica papaya L.*) dan Umbi Rumput Teki (*Cyperus rotundus L.*) dengan Variasi Konsentrasi Suspending Agent PGA (*Pulvis Gummi Arabici*) dan CMC-NA (*Carboxymethylcellulosum Natrium*). *Cendekia Journal of Pharmacy* 5(2): 166-175.
- Yeasmin, S., A. Jalil, Moinuddin, N. Akter, N. U. Ahmed, S. Rahman, dan H. P. Nur. 2018. A Novel Optimization Method for Preparing Carboxymethyl Cellulose with Higher Yield from Wheat Straw. *Journal of Chemical, Biological, and Physical Sciences* 8(2): 444-460.

## LAMPIRAN A. PENGOLAHAN DATA

Perhitungan persentase derajat substitusi produk CMC pada variasi konsentrasi NaOH 30% dengan waktu reaksi selama 60 menit.

$$\text{Persentase derajat substitusi} = \frac{\text{massa produk CMC}}{\text{massa feed selulosa}} \times 100\%$$

$$\text{Persentase derajat substitusi} = \frac{\text{massa feed selulosa} - \text{massa residu di kertas saring}}{\text{massa feed selulosa}} \times 100\%$$

$$\text{Persentase derajat substitusi} = \frac{5 - 0,31}{5} \times 100\%$$

$$\text{Persentase derajat substitusi} = 93,80\%$$

## LAMPIRAN B. DOKUMENTASI PENELITIAN



**Gambar 1.** Preparasi  
Alat dan Bahan



**Gambar 2.** Pembuatan  
Larutan Bahan



**Gambar 3.** Tahap  
Alkalisasi



**Gambar 4.** Tahap  
Karboksimetilasi



**Gambar 5.** Penetralan  
pH Na-CMC



**Gambar 6.** Perendaman  
dengan Metanol 70%



**Gambar 7.** Penyaringan  
CMC



**Gambar 8.** Pengeringan  
CMC



**Gambar 9.**  
Penimbangan CMC  
hingga Berat Konstan



**Gambar 10.**  
Pengayakan CMC



**Gambar 11.** Uji  
Persentase Derajat  
Substitusi



**Gambar 12.**  
Pengeringan Kertas  
Saring pada Uji  
Persentase Derajat  
Substitusi



**Gambar 13.** Penimbangan Kertas Saring hingga Berat Konstan pada Uji Persentase Derajat Substitusi



**Gambar 14.** Uji Gugus Fungsi dengan Spektrofotometri FTIR