

BAB IV

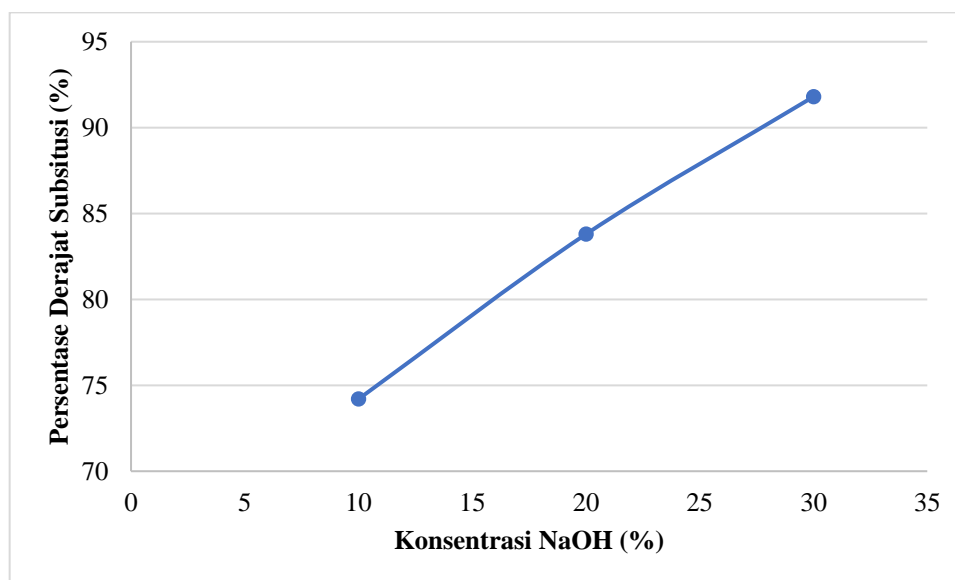
HASIL DAN PEMBAHASAN

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.

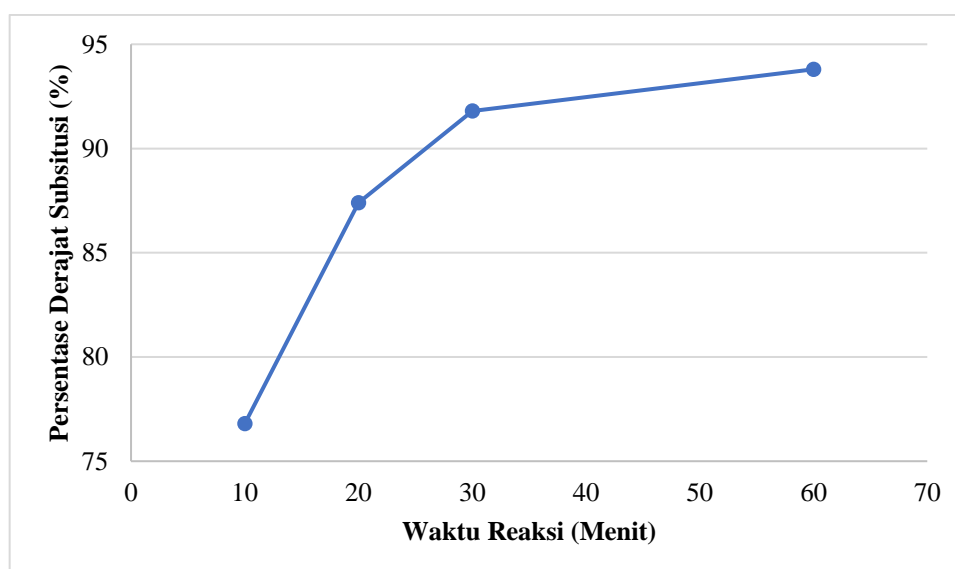


Gambar 4.1 Persentase Derajat Substitusi yang diperoleh pada Variasi Konsentrasi NaOH dengan Waktu Reaksi selama 30 Menit

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.

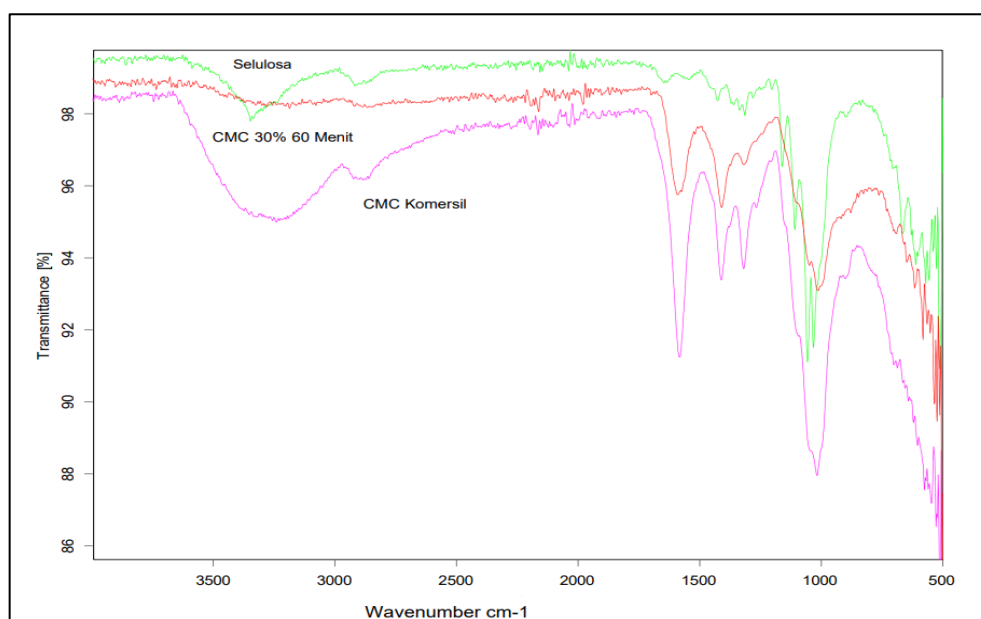
Sintesis CMC dengan bantuan gelombang mikro membutuhkan waktu reaksi yang lebih singkat dan suhu yang relatif lebih rendah jika dibandingkan dengan sintesis CMC secara konvensional. Pemanasan konvensional menggunakan *oven* hanya menghasilkan panas di permukaan bahan sehingga reaksi yang terjadi pada 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

Bahan Baku	Metode	Kondisi Reaksi Karboksimetilasi	Referensi
<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 Komerisal

Hasil analisa gugus fungsi yang ditunjukkan oleh *peak* gugus -OH, gugus -COO, gugus C=O, gugus C-O, dan gugus -CH₂ 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 ⁻¹)				
	Gugus - OH	Gugus - COO	Gugus C=O	Gugus C-O	Gugus - CH ₂
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⁻¹ 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⁻¹ 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 cm^{-1} .

Peak yang menunjukkan adanya gugus fungsi spesifik dari selulosa yaitu -OH, C-O, dan -CH₂ (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 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 -CH₂ sebesar $1410,02\text{ cm}^{-1}$ sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Safitri *et al.* (2017) yang menjelaskan bahwa CMC teridentifikasi memiliki ikatan -CH₂ pada panjang gelombang 1419 cm^{-1} . Menurut Salimi *et al.* (2021), gugus -CH₂ berada pada rentang $1370\text{-}1465\text{ cm}^{-1}$.