

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan formula optimal CMC Jerami padi menggunakan metode *Response Surface Methodology* (RSM) dengan bantuan *software Design Expert 13*. Kelebihan dari metode ini yaitu (1) dapat meminimalkan desain percobaan sehingga lebih menghemat biaya dan waktu, (2) membangun model, (3) mengevaluasi efek dari masing-masing faktor serta (4) dapat menentukan kondisi yang optimal. Rancangan yang digunakan pada penelitian ini yaitu *Central Composite Design* (CCD), rancangan ini dipilih karena setiap faktor terdiri dari 5 level yaitu plus minus alpha (titik aksial), plus dan minus 1 (titik faktorial), dan titik pusat. Kombinasi dari ketiga jenis titik ini dapat digunakan untuk membangun model respon yang lebih akurat dan memahami hubungan antara variabel eksperimen. Penelitian ini terdiri dari penentuan faktor, pengambilan respon, optimasi, verifikasi, dan analisis sampel terbaik.

4.1 Penentuan Faktor

Faktor yang digunakan pada penelitian ini yaitu konsentrasi natrium monokloroasetat (NaMCA) dan lama waktu reaksi. Pada faktor NaMCA batas bawah, batas tengah dan batas atas yang dipilih yaitu masing-masing sebesar 2 gram, 5 gram, dan 8 gram, sedangkan penentuan batas waktu reaksi dengan batas bawah, batas tengah dan batas atas yang dipilih yaitu masing-masing sebesar 1 jam, 2 jam, dan 3 jam. Penentuan batas pada penelitian ini berdasarkan studi literatur.

Pada penentuan NaMCA, berdasarkan Mugrima (2019), sintesis CMC dari selulosa dengan penggunaan 2 gram NaMCA menghasilkan rendemen sebesar 200,68%; viskositas 300 cP; pH 7,8; derajat substitusi 0,4; dan kelembapan 2,73%. Hasil penelitian Safitri *et al.* (2024), sintesis CMC dari kulit pisang ambon hijau dengan penggunaan 5 gram NaMCA menghasilkan CMC yang optimal dengan pH 7,9; kemurnian 83,0%; dan derajat substitusi 0,76. Hasil penelitian Hariani *et al.* (2019), pembuatan CMC dari selulosa pelepah kelapa sawit dengan penggunaan NaMCA 8 gram menunjukkan CMC dengan kondisi optimum memiliki nilai derajat substitusi sebesar 0,81; viskositas 5,72 cP; pH 7,67; dan kemurnian 99,56%.

Pada penentuan waktu reaksi, berdasarkan Nisa dan Putri (2014), waktu reaksi 1 jam pada pembuatan CMC dari kulit buah kakao menghasilkan CMC terbaik dengan derajat substitusi 0,10; pH 7,86; viskositas 6,33 cP; kadar air 13,51%; dan kecerahan 79,43%. Hasil penelitian Ayuningtyas *et al.* (2017), waktu reaksi 2 jam pada pembuatan CMC dari kulit pisang kepok menghasilkan CMC terbaik dengan derajat substitusi sebesar 0,73; pH 7,4; dan viskositas 12,41 cP. Hasil penelitian Silsia *et al.* (2018), waktu reaksi 3 jam pada pembuatan CMC dari pelepah kelapa sawit menghasilkan CMC terbaik dengan karakteristik Derajat substitusi 0,75; pH 8,32; kadar air 7,1%; viskositas 7,8 cP; dan kemurnian 92,62%.

4.2 Analisis Respon

Analisis respon dilakukan berdasarkan data aktual yang didapatkan saat penelitian terhadap 13 unit percobaan, hasil analisis respon CMC Jerami dengan *software Design Expert* 13 dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 6. Rekapitulasi data pengukuran respon

Kode Sampel	Respon						
	Rn ¹ (%)	pH ²	KA ³ (%)	DP ⁴ (%)	VS ⁵ (cP)	KN ⁶ (%)	KN ⁷ (%)
R1	25,04	7,36	5,14	75,63	5,73	81,05	18,95
R2	28,91	6,66	4,82	75,17	6,00	81,84	18,16
R3	26,89	6,72	3,83	77,12	6,27	76,65	23,35
R4	21,74	8,77	3,21	76,31	6,13	69,05	30,95
R5	23,66	8,42	5,12	73,37	6,53	95,10	4,90
R6	24,51	8,22	3,98	76,24	6,13	84,07	15,93
R7	26,23	7,47	5,11	77,00	5,73	80,84	19,16
R8	28,03	6,76	4,30	80,34	5,87	36,84	63,16
R9	27,97	6,87	3,66	77,24	7,07	62,50	37,50
R10	23,56	7,32	3,86	75,97	7,60	88,17	11,83
R11	23,50	7,09	4,92	73,26	6,40	87,06	12,94
R12	24,86	6,83	4,29	76,90	5,87	76,66	23,34
R13	25,68	7,39	4,39	76,71	6,93	64,41	35,59

Keterangan: ¹Rendemen, ²pH, ³Kadar Air, ⁴Derajat Putih, ⁵Viskositas, ⁶Kemurnian, ⁷Kadar NaCl.

Berdasarkan Tabel 6, dapat diketahui bahwa rentang nilai rendemen, pH, kadar air, derajat putih, viskositas, kemurnian dan kadar NaCl masing-masing yaitu sebesar 21,74% hingga 28,91%; 6,66 hingga 8,77; 3,21% hingga 5,14%; 73,37%

hingga 80,34%; 5,73 cP hingga 7,60 cP; 36,84% hingga 95,10%; dan 4,90% hingga 63,16%. Hasil analisis yang diperoleh kemudian diterjemahkan ke dalam model persamaan matematis respon dan dapat digambarkan dengan menggunakan grafik permukaan tiga dimensi (3D). Beberapa model matematis yang dapat digunakan pada *software Design Expert 13* yaitu model *linear*, 2FI (*two factor interaction*), *quadratic* dan *cubic*.

Model yang terpilih pada penelitian ini yaitu model *linear* untuk keseluruhan respon, hal ini didasarkan pada *sequential sum of summary* (uraian jumlah kuadrat), *lack of fit test* (uji ketidaktepatan model), dan *model summary statistics* (ringkasan model statistik). Selain itu, model *linear* dipilih karena model ini cukup baik untuk menggambarkan hubungan antara faktor dan respon dibandingkan dengan model yang lainnya yang dapat dilihat pada grafik 3D.

Pada *sequential sum of summary*, model yang dipilih yang memiliki nilai *p-value* yang paling kecil dibandingkan model lainnya. Model *linear* memiliki nilai *p-value* yang kecil pada keseluruhan respon. Pada respon rendemen dan pH, nilai *p-value* kurang dari 5% hal ini berarti model *linear* dapat menggambarkan pengaruh signifikan terhadap respon rendemen dan pH, sedangkan pada pengujian kadar air, derajat putih, viskositas, kadar NaCl, dan kemurnian nilai *p-value* lebih dari 5% hal ini berarti model *linear* tidak berpengaruh signifikan terhadap respon. Walaupun pada respon kadar air, derajat putih, viskositas, kemurnian, dan kadar NaCl memiliki nilai *p-value* lebih dari 5%, nilai ini merupakan nilai yang paling kecil jika dibandingkan model lain.

Berdasarkan *lack of fit*, model yang dipilih yaitu model yang memiliki nilai *p-value* yang paling besar dibandingkan model lain. Model *linear* memiliki nilai *lack of fit* yang paling besar pada keseluruhan respon. Semua respon kecuali derajat putih memiliki nilai *p-value* lebih dari 5% sehingga model *linear* uji ketidaktepatan (*lack of fit*) tidak berpengaruh signifikan terhadap respon. Pada derajat putih, semua model menghasilkan *lack of fit* yang signifikan, akan tetapi model *linear* menghasilkan nilai *p-value* yang paling besar dibandingkan model lainnya.

Tabel 7. Hasil analisis model respon

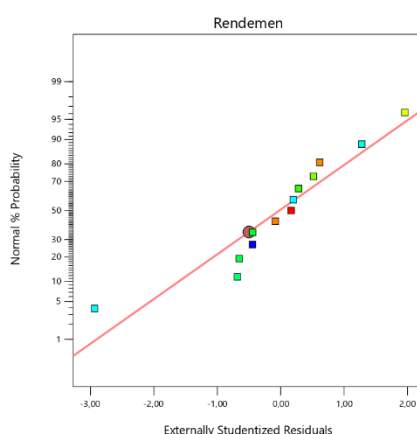
Respon	Model	<i>Sequential Model Sum of Squares</i>			<i>Lack of Fit</i>			<i>Model Summary Statistic</i>				
		f	p	Keterangan	f	p	Keterangan	SD	R ²	Adj R ²	Pred R ²	PRESS
Rendemen	<i>Linear</i>	29,53	<0,0001	Signifikan	0,2054	0,9569	Tidak signifikan	0,8798	0,8552	0,8262	0,7996	10,71
pH	<i>Linear</i>	9,45	0,0050	Signifikan	2,51	0,1958	Tidak signifikan	0,4447	0,6541	0,5849	0,3685	3,61
Kadar Air	<i>Linear</i>	0,617 0	0,5589	Tidak signifikan	1,84	0,2884	Tidak signifikan	0,6517	0,1098	-0,0682	-0,7172	8,19
Derajat Putih	<i>Linear</i>	6,48	0,1286	Tidak signifikan	9,85	0,0221	Signifikan	1,60	0,3365	0,2038	-0,4149	54,52
Viskositas	<i>Linear</i>	0,656 9	0,5395	Tidak signifikan	0,2771	0,9210	Tidak signifikan	0,5872	0,1161	-0,0607	-0,2749	4,97
Kemurnian	<i>Linear</i>	1,79	0,2164	Tidak signifikan	3,73	0,1115	Tidak signifikan	14,05	0,2637	0,1164	-0,5045	4034,31
Kadar NaCl	<i>Linear</i>	1,79	0,2166	Tidak signifikan	3,73	0,1115	Tidak signifikan	14,05	0,2636	0,1163	-0,5048	4035,10

Pada *model summary statistics*, model *linear* terpilih karena memiliki nilai standar deviasi (SD) yang minimal, nilai R^2 yang maksimal dan nilai PRESS (*Prediction Residuals Error Sum of Square*) yang minimal. Berdasarkan penilaian ini, model *linear* lebih memenuhi dibandingkan dengan model lainnya untuk respon rendemen, pH, kadar air, derajat putih, viskositas, kemurnian, dan kadar NaCl. Adapun tabel hasil analisis model respon dapat dilihat pada Tabel 7.

4.2.1 Analisis Respon Rendemen

Rendemen merupakan hasil ekstraksi yang diperoleh dibandingkan dengan jumlah bahan awal yang digunakan dalam kondisi kering, yang dinyatakan dalam satuan persen (%) (Ischak *et al.*, 2021). Rendemen merupakan salah satu parameter untuk mengetahui nilai ekonomis dan efektivitas suatu bahan pangan.

Berdasarkan Kumari *et al.* (2008), kurva *normal plot of residuals* menunjukkan hubungan antara nilai aktual dan nilai yang diprediksikan, jika data mendekati garis kenormalan maka respon menyebar normal. Kurva *normal plot of residuals* respon rendemen pada penelitian ini menggambarkan bahwa data tersebar mendekati garis kenormalan, yang berarti nilai aktual rendemen mendekati nilai yang diprediksikan oleh program *design expert* sehingga model ini dianggap terdistribusi secara normal. Kurva *normal plot of residuals* respon rendemen dapat dilihat pada Gambar 9.



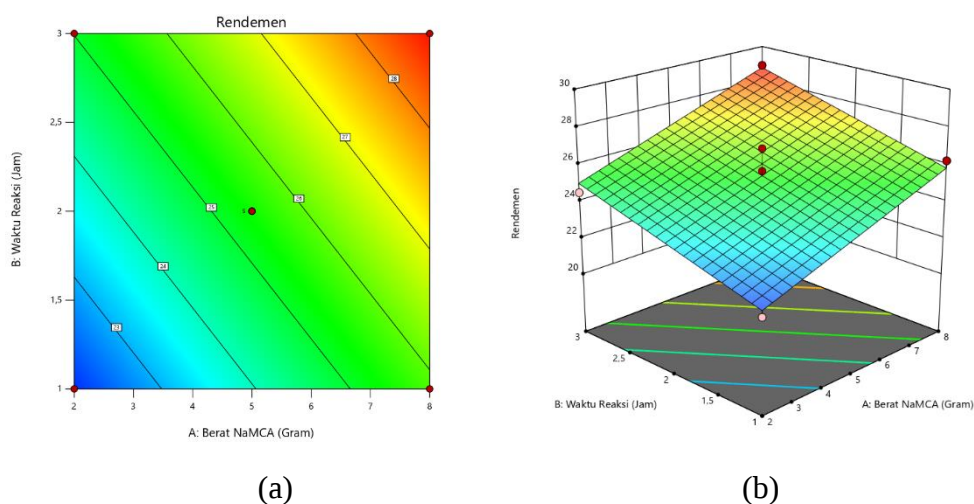
Gambar 9. Kurva *normal plot of residuals* respon rendemen

Persamaan regresi model *linear* dari respon Y (rendemen) yang dipengaruhi konsentrasi NaMCA (X_1) dan waktu reaksi (X_2) adalah sebagai berikut:

$$Y = 25,43 + 1,88X_1 + 1,47X_2 \dots (1)$$

Berdasarkan persamaan (1), nilai respon rendemen pada CMC mengalami peningkatan seiring dengan penambahan NaMCA dan penambahan waktu reaksi yang ditandai dengan nilai positif pada kedua faktor, masing-masing bernilai 1,88 dan 1,47.

Grafik dua dimensi berupa grafik kontur plot, sumbu x menunjukkan variabel konsentrasi NaMCA (gram), sedangkan sumbu y menunjukkan variabel waktu reaksi (jam). Garis yang ada dalam kontur plot menunjukkan respon. Pada penelitian ini, garis yang terluar dengan warna biru menunjukkan nilai respon rendemen terendah dan semakin ke dalam dengan warna merah, garis menunjukkan nilai respon rendemen yang paling tinggi. Berdasarkan Indrayani (2018), pada grafik kontur apabila respon semakin mendekati area yang memiliki warna kuning ke oranye maka nilai optimasi dikatakan semakin baik. Mariana *et al.* (2017) menambahkan perubahan warna pada grafik menunjukkan bahwa penambahan perlakuan berpengaruh signifikan terhadap respon. Grafik kontur plot dan 3D *Surface* dapat dilihat pada Gambar 10.



Gambar 10. Respon rendemen (a) Grafik kontur plot dan (b) 3D *Surface*

Berdasarkan grafik 3D *Surface* respon rendemen dapat dilihat bahwa banyaknya NaMCA yang ditambahkan, akan menyebabkan rendemen menjadi

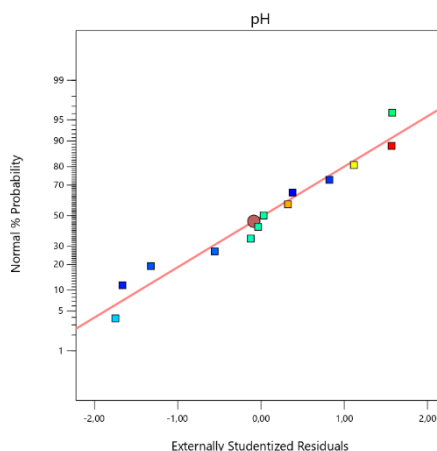
lebih tinggi, hal ini dikarenakan reagen natrium monokloroasetat tersubstitusi pada selulosa saat reaksi karboksimetilasi, sesuai dengan hasil penelitian Maulina *et al.* (2019), bahwa semakin banyak jumlah natrium monokloroasetat yang digunakan, maka nilai rendemen akan semakin meningkat. Wijayani *et al.* (2005) menambahkan bahwa pada proses karboksimetilasi digunakan reagen asam monokloroasetat atau natrium monokloroasetat. Jumlah natrium monokloroasetat yang digunakan akan berpengaruh terhadap substitusi dari unit anhidroglukosa pada selulosa. Faktor lama waktu reaksi juga menyebabkan perolehan rendemen CMC yang semakin banyak, kontak antara pelarut dan selulosa menyebabkan rendemen semakin tinggi. Menurut Yudharini *et al.* (2016), lama waktu ekstraksi terkait dengan kontak atau difusi antara larutan pengeksrak dengan bahan baku. Semakin lama kontak pelarut dan bahan tersebut akan diperoleh rendemen yang semakin tinggi. Safitri *et al.* (2017) menambahkan bahwa semakin lama waktu reaksi, maka akan semakin tinggi nilai rendemen. Hal ini dikarenakan terciptanya kondisi suhu dan waktu reaksi yang optimum sehingga memudahkan reaksi antara natrium monokloroasetat dengan selulosa. Semakin banyak gugus OH pada selulosa alkali yang digantikan dengan gugus karboksimetil sehingga semakin banyak CMC yang terbentuk.

4.2.2 Analisis Respon Derajat Keasaman (pH)

Derajat keasaman (pH) adalah suatu satuan ukur yang menguraikan derajat tingkat kadar keasaman atau kadar alkali dari suatu larutan. Unit pH diukur pada skala 0 sampai 14. Pada prinsipnya pengukuran suatu pH adalah didasarkan pada potensial elektro kimia yang terjadi antara larutan yang terdapat didalam elektroda gelas yang telah diketahui dengan larutan yang terdapat diluar elektroda gelas yang tidak diketahui (Astria *et al.*, 2014).

Kurva *normal plot of residuals* pada respon pH, menggambarkan bahwa nilai pH berada disekitar garis merah yang menandakan bahwa data terdistribusi secara normal. Setiap titik data yang paling mendekati garis kenormalan menunjukkan jika data tersebut menyebar normal, yang berarti hasil aktual mendekati hasil yang diprediksikan oleh *design expert* sehingga model dianggap

terdistribusi secara normal. Kurva *normal plot of residuals* respon pH dapat dilihat pada Gambar 11.



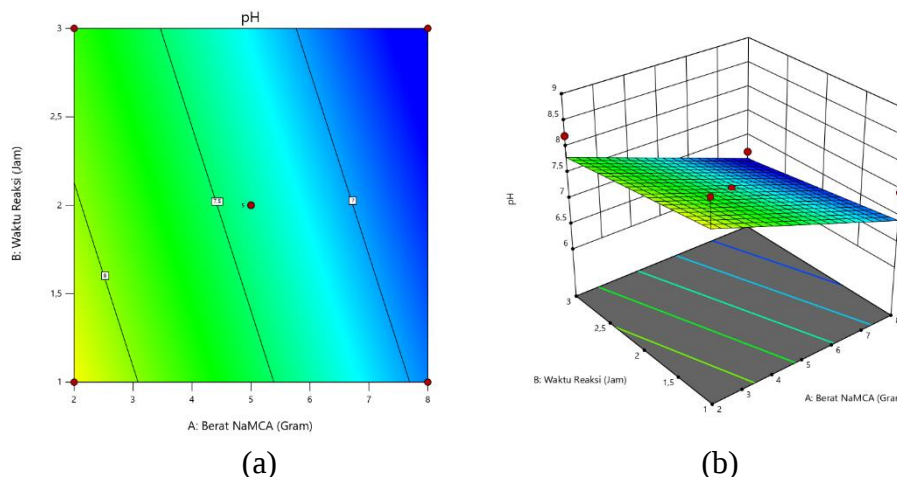
Gambar 11. Kurva *normal plot of residuals* respon pH

Persamaan regresi model *linear* dari respon Y (pH) yang dipengaruhi konsentrasi NaMCA (X_1) dan waktu reaksi (X_2) adalah sebagai berikut:

$$Y = 7,38 - 0,6509 X_1 - 0,2089 X_2 \dots\dots(2)$$

Berdasarkan persamaan (2), nilai respon pH pada CMC mengalami penurunan seiring dengan penambahan NaMCA dan penambahan waktu reaksi, hal ini ditandai dengan nilai negatif pada kedua faktor, masing masing memiliki nilai -0,6509 dan -0,2089.

Grafik kontur plot respon pH pada penelitian ini berada pada warna biru hingga kuning. Garis warna biru pada grafik kontur plot ini menunjukkan nilai pH yang terendah, sedangkan garis warna kuning menunjukkan nilai pH yang tinggi. Pada kontur tersebut dapat dilihat bahwa respon pH belum menunjukkan nilai respon yang maksimal karena skala warna kontur yang dihasilkan belum mencapai warna kuning ke oranye. Akan tetapi, jika dilihat dari perubahan warna pada grafik dapat dilihat bahwa penambahan NaMCA dan waktu reaksi cukup memberikan pengaruh signifikan terhadap pH. Adapun grafik kontur plot dan 3D *Surface* respon pH dapat dilihat pada Gambar 12.



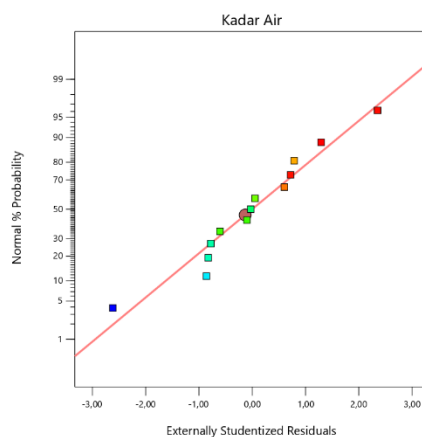
Gambar 12. Respon pH (a) Grafik kontur plot dan (b) 3D *Surface*

Bentuk grafik permukaan atau 3D *Surface* respon pH dapat dilihat bahwa semakin banyak NaMCA dan waktu reaksi akan menyebabkan pH akan semakin rendah. Pada pengujian pH ini, yang paling mempengaruhi yaitu penambahan NaMCA. Hasil ini sesuai dengan Silsia (2018), penambahan asam trikloroasetat berpengaruh terhadap pH CMC, penggunaan asam trikloroasetat 20% menghasilkan pH yang tertinggi yaitu 8,32, sedangkan pH terendah di buat dari konsentrasi asam trikloroasetat 30% dengan nilai pH 7,48. Nilai pH dari CMC menjadi pertimbangan dalam penggunaannya. Jika pH terlalu rendah (<1) larutan menjadi tidak homogen karena terbentuk endapan. Berdasarkan Fatimah (2023), kenaikan maupun penurunan pH pada produk CMC dapat disebabkan saat proses netralisasi dalam penambahan asam asetat 90%. Pada proses penambahan asam asetat 90% juga perlu dilakukan pengadukan dengan rentang waktu minimal 1 menit agar proses netralisasi pada CMC dapat merata. Walaupun demikian, berdasarkan SNI 06-3736-1995 untuk CMC mutu 1, nilai pH berada pada kisaran 6-8, sedangkan standar menurut FAO berada di kisaran 6,0-8,5. CMC yang dihasilkan pada penelitian ini, hampir dari seluruh perlakuan sudah memenuhi syarat dari SNI dan FAO. Dari 13 satuan percobaan, hanya 1 variasi yang tidak memenuhi syarat dari FAO, yaitu CMC R4 perbandingan variasi NaMCA dan waktu reaksi 2:1 dengan nilai pH 8,77. Hal ini disebabkan karena proses netralisasi yang tidak maksimal sehingga pH CMC masih terlalu basa.

4.2.3 Analisis Respon Kadar Air

Air merupakan salah satu komponen terbesar dalam matriks pangan, dimana air memberikan dampak yang signifikan terhadap karakteristik dan stabilitas pangan. Kadar air merupakan jumlah air bebas ditambah air terikat yang terdapat dalam pangan. Pengukuran kadar air dapat digunakan untuk keperluan instruksi atau monitoring proses pengolahan pangan (Asiah dan Djaeni, 2021). Pengukuran dengan metode oven atau pengeringan merupakan salah satu cara yang digunakan untuk mengukur kadar air dalam suatu pangan dengan prinsip yaitu bahwa air yang terkandung dalam suatu bahan akan menguap bila bahan tersebut dipanaskan pada suhu 105°C selama waktu tertentu serta perbedaan antara berat sebelum dan sesudah dipanaskan adalah kadar air bahan tersebut (Prasetyo *et al.*, 2019).

Data hasil respon kadar air pada kurva *normal plot of residuals* menunjukkan bahwa nilai kadar air berada disekitar garis merah yang menandakan bahwa data terdistribusi secara normal. Setiap titik data yang paling mendekati garis kenormalan menunjukkan jika data tersebut menyebar normal, yang berarti hasil aktual mendekati hasil yang diprediksikan oleh *design expert* sehingga model dianggap terdistribusi secara normal. Kurva *normal plot of residuals* respon kadar air dapat dilihat pada Gambar 13.

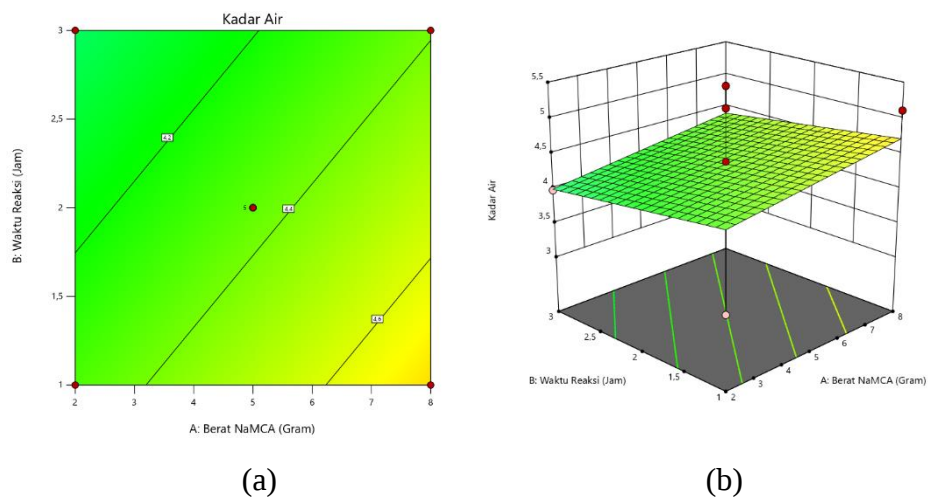


Gambar 13. Kurva *normal plot of residuals* respon kadar air

Persamaan regresi model *linear* dari respon Y (kadar air) yang dipengaruhi konsentrasi NaMCA (X_1) dan waktu reaksi (X_2) adalah sebagai berikut:

$$Y = 4,36 + 0,1975X_1 - 0,1627X_2 \dots (3)$$

Berdasarkan persamaan (3), peningkatan nilai respon kadar air pada CMC dipengaruhi oleh NaMCA, hal ini ditandai dengan nilai positif dengan nilai koefisien sebesar 0,1975, sehingga semakin banyak NaMCA yang ditambahkan maka kadar air CMC semakin meningkat, sebaliknya untuk waktu reaksi menyebabkan penurunan kadar air yang ditandai dengan nilai negatif dengan nilai koefisien sebesar -0,1627. Semakin lama proses pemanasan menyebabkan CMC memiliki kadar air yang lebih sedikit.



Gambar 14. Respon kadar air (a) Grafik kontur plot dan (b) 3D Surface

Grafik kontur plot respon kadar air pada penelitian ini berada pada warna hijau hingga kuning. Warna hijau pada grafik kontur plot menunjukkan nilai respon kadar air yang rendah, sedangkan warna kuning menunjukkan nilai respon kadar air yang tinggi pada penelitian ini. Pada kontur tersebut dapat dilihat bahwa respon kadar air belum menunjukkan nilai respon yang maksimal karena skala warna kontur yang dihasilkan belum mencapai warna kuning ke oranye. Kemudian perubahan warna yang sedikit pada kurva menunjukkan penambahan NaMCA dan waktu reaksi tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap kadar air. Grafik kontur plot dan 3D Surface respon kadar air dapat dilihat pada Gambar 14.

Bentuk grafik 3D Surface respon kadar air dapat dilihat bahwa tinggi rendahnya respon kadar air CMC dipengaruhi oleh penambahan NaMCA, semakin banyak NaMCA yang ditambahkan maka kadar air semakin besar. Penelitian ini sejalan dengan penelitian Masrullita *et al.* (2021), semakin tinggi konsentrasi

natrium monokloroasetat yang digunakan, kadar air CMC yang dihasilkan semakin tinggi. Hal ini berhubungan dengan kemampuan CMC yang dapat mengikat air. Kadar air tertinggi yaitu pada perlakuan konsentrasi natrium monokloroasetat 9 gram. Kemudian variabel waktu reaksi, semakin lama waktu reaksi, akan menyebabkan kadar air dari CMC akan cenderung semakin turun. Hal ini berkaitan dengan ikatan antara gugus selulosa. Berdasarkan Sutha *et al.* (2022), hasil nilai rata rata kadar air CMC menunjukkan bahwa semakin lama waktu proses menyebabkan kadar air pada CMC cenderung mengalami penurunan. Ayuningtyas (2017) menambahkan bahwa semakin lama waktu reaksi menyebabkan jarak antara gugus selulosa semakin merenggang dan semakin melemahkan ikatan sehingga kemampuan CMC untuk mengikat air semakin menurun. Hasil kadar air pada penelitian CMC Jerami sebesar 3,21%-5,14%, nilai ini telah memenuhi persyaratan SNI beserta FAO. Berdasarkan SNI 06-3736-1995, standar mutu CMC yaitu mempunyai kadar air maksimal 10%. Kemudian berdasarkan FAO kadar air CMC harus memenuhi syarat <12%.

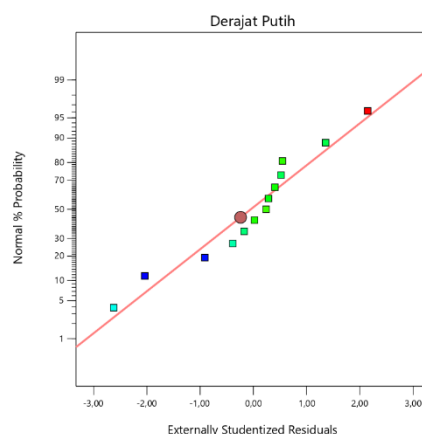
Menurut Wijayani *et al.* (2005), daya simpan CMC akan semakin berkurang apabila memiliki kadar air yang tinggi. Kualitas dan daya simpan CMC akan semakin menurun disebabkan kadar air yang tinggi yang memicu terjadinya kerusakan secara kimiawi maupun mikrobiologis. Oleh karena itu nilai kadar air yang sesuai akan memperpanjang umur simpan dari CMC. Agustina *et al.* (2019) menambahkan bahwa CMC merupakan bahan yang bersifat hidrofilik (suka air) dan higroskopis (menyerap air dari udara), karena adanya gugus fungsi karboksil dan hidroksil yang membentuk ikatan hidrogen dengan air di lingkungan. Kedua sifat ini menjadikan CMC memiliki batasan kadar air yang rendah tidak lebih dari 10%, karena akan berpengaruh terhadap bentuk fisik dari CMC.

4.2.4 Analisis Respon Derajat Putih

Penentuan derajat putih Na-CMC yang dihasilkan dapat dilakukan dengan alat kromameter. Terdapat 3 parameter satuan warna utama yang dilihat, yaitu L* (Lightness) yang menggambarkan kecerahan, b* menunjukan koordinat derajat warna kuning hingga biru, dan a* menunjukan koordinat derajat warna hijau hingga merah (Priatni, 2019). Pada pengujian di laboratorium, derajat putih seringkali

diukur untuk mengetahui warna suatu produk yang dihasilkan. Derajat putih juga merupakan parameter yang sangat penting karena berkaitan langsung dengan konsumen, karena penilaian warna dapat dinilai secara langsung pada saat konsumen mempertimbangkan pembelian suatu bahan pangan.

Data hasil respon derajat putih pada kurva *normal plot of residuals* menunjukkan bahwa nilai derajat putih cukup berada disekitar garis merah yang menandakan bahwa data terdistribusi secara normal. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa hasil aktual dianggap terdistribusi normal. Kurva *normal plot of residuals* respon derajat putih dapat dilihat pada Gambar 15.



Gambar 15. Kurva *normal plot of residuals* respon derajat putih

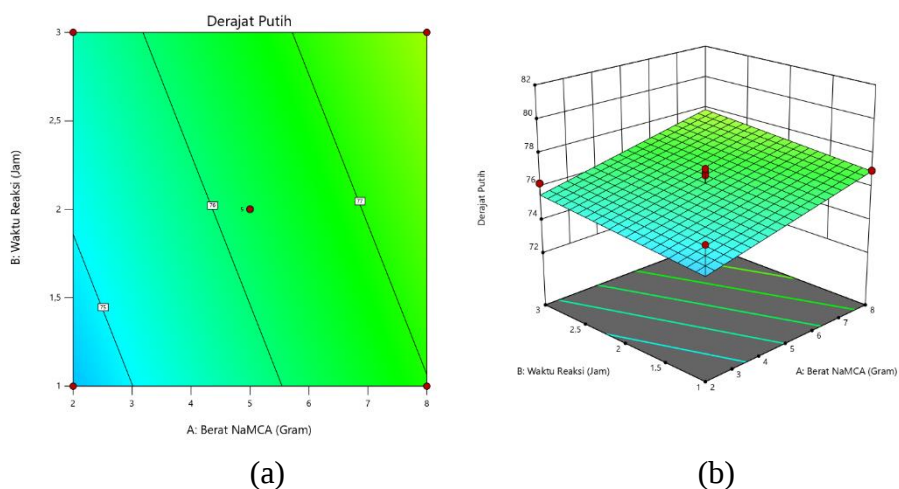
Persamaan regresi model *linear* dari respon Y (derajat putih) yang dipengaruhi konsentrasi NaMCA (X_1) dan waktu reaksi (X_2) adalah sebagai berikut:

$$Y = 76,25 + 1,18X_1 + 0,4661X_2 \dots (4)$$

Berdasarkan persamaan (4), peningkatan nilai respon derajat putih pada CMC dipengaruhi oleh penambahan NaMCA dan waktu reaksi, hal ini ditandai dengan nilai positif. Akan tetapi, penambahan NaMCA lebih mempengaruhi derajat putih CMC dibandingkan dengan waktu reaksi, hal ini dikarenakan koefisien NaMCA lebih besar (1,18) dibandingkan waktu reaksi (0,4661). Sehingga penambahan NaMCA dan waktu reaksi yang semakin lama akan menyebabkan warna CMC lebih putih.

Grafik kontur plot respon derajat putih pada penelitian ini berada pada warna biru hingga hijau. Warna biru pada grafik kontur plot menunjukkan nilai

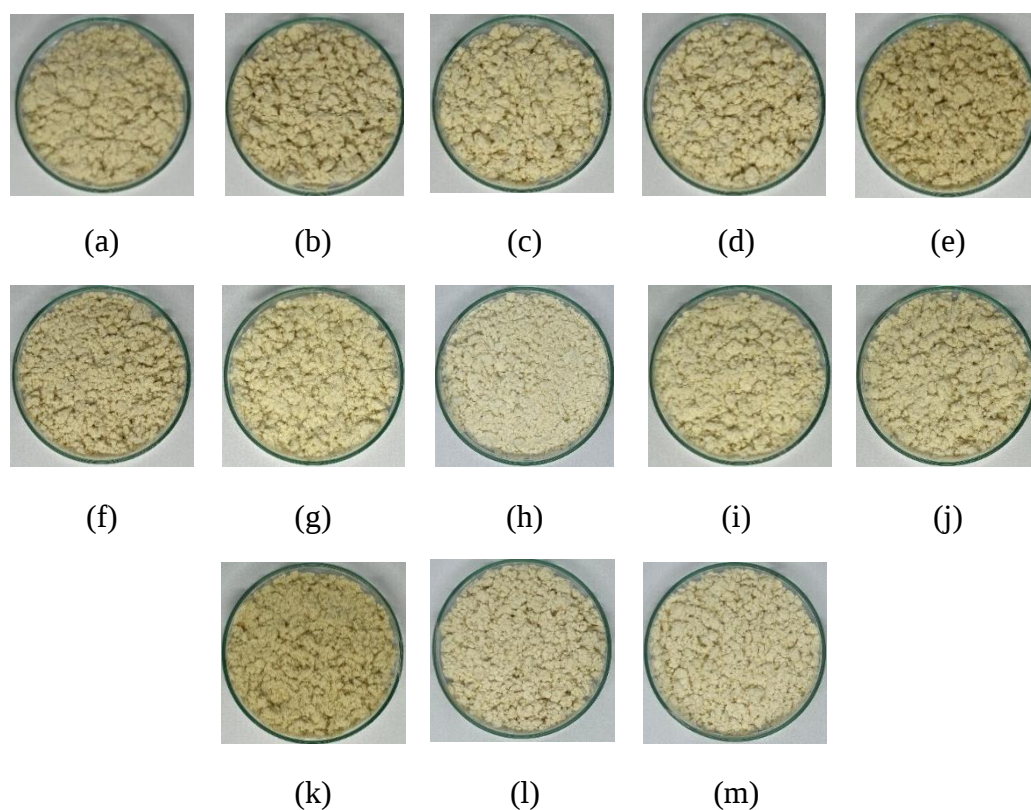
respon derajat putih yang rendah, sedangkan warna hijau menunjukkan nilai respon derajat putih yang tinggi pada penelitian ini. Pada kontur tersebut dapat dilihat bahwa respon derajat putih belum menunjukkan nilai respon yang maksimal karena skala warna kontur yang dihasilkan belum mencapai warna kuning ke oranye. Perubahan warna yang sedikit pada kurva menunjukkan penambahan NaMCA dan waktu reaksi tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap derajat putih. Grafik kontur plot dan 3D *Surface* respon derajat putih dapat dilihat pada Gambar 16.



Gambar 16. Respon derajat putih (a) Grafik kontur plot dan (b) 3D *Surface*

Grafik 3D *Surface* respon derajat putih dapat dilihat bahwa variabel NaMCA dan waktu reaksi mempengaruhi respon. Semakin banyak NaMCA ditambahkan, dan semakin lama waktu reaksi, menyebabkan derajat putih semakin meningkat. Warna dari NaMCA yang berbentuk serbuk putih, saat ditambahkan pada CMC akan menyebabkan warna dari CMC yang awalnya kekuningan menjadi berwarna lebih putih. Selain itu, derajat putih CMC dapat dipengaruhi oleh kandungan lignin yang ada pada selulosa. Berdasarkan Wijayani *et al* (2005), perbedaan nilai derajat putih dapat dipengaruhi oleh reaksi pencoklatan dalam proses pembuatan CMC, selain itu juga masih adanya lignin pada selulosa, menyebabkan warna CMC yang kekuningan. Berdasarkan Kodri *et al.* (2013), kandungan lignin yang ada pada padi varietas Ciherang yaitu sebesar 7,93%. Semakin lama waktu reaksi maka semakin banyak lignin yang hilang, sehingga kandungan lignin dalam selulosa semakin berkurang. Sumanda *et al.* (2011)

menyatakan bahwa pemanasan dan pengadukan menyebabkan rantai lignin yang panjang pada sampel dapat terdegradasi menjadi rantai lignin pendek. Degradasi rantai lignin memudahkan lignin larut dalam air atau alkali pada proses pencucian. Produk CMC yang dihasilkan ini secara visual berwarna coklat muda dan cenderung kearah kuning dengan tekstur seperti kapas. Kecerahan CMC yang paling besar yaitu 80,34% dihasilkan pada penambahan NaMCA sebesar 9,24264 dengan lama waktu reaksi 2 jam. Produk CMC jerami pada penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 17.



Gambar 17. CMC hasil penelitian (a) R1, (b) R2, (c) R3, (d) R4, (e) R5, (f) R6, (g) R7, (h) R8, (i) R9, (j) R10, (k) R11, (l) R12, (m) R13

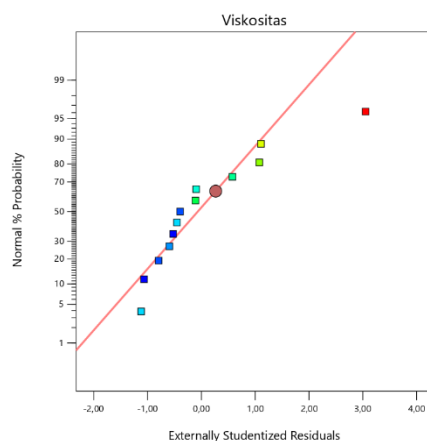
Kecerahan CMC juga dipengaruhi oleh tahapan pemutihan dengan menggunakan larutan natrium hipoklorit (NaOCl) pada saat pembuatan selulosa. Proses pemutihan ini dapat menghilangkan kandungan lignin dan pengotor pada selulosa. Berdasarkan Rachmawaty *et al.* (2013), pemutihan serat dilakukan menggunakan larutan NaOCl . Ion hipoklorit yang dimiliki NaOCl merupakan

oksidator kuat yang mampu memecahkan ikatan eter dalam struktur lignin, akibatnya derajat keputihan serat naik secara signifikan.

4.2.5 Analisis Respon Viskositas

Viskositas disebut juga dengan istilah kekentalan. Kekentalan suatu zat merupakan faktor utama yang dapat mempengaruhi daya mengalirnya suatu cairan. Semakin kental suatu zat maka kecepatan mengalirnya akan semakin rendah begitupun juga sebaliknya. Kekentalan pada zat cair ini disebabkan oleh adanya gaya kohesi yaitu gaya tarik menarik antara molekul sejenis. Jadi, viskositas merupakan suatu pernyataan tahanan dari suatu cairan untuk mengalir. Semakin tinggi viskositas, maka semakin besar tahanannya (Hardani *et al.*, 2022).

Data hasil respon viskositas pada kurva *normal plot of residuals* menunjukkan bahwa rata-rata nilai viskositas berada disekitar garis merah yang menandakan bahwa data terdistribusi secara normal. Setiap titik data yang paling mendekati garis kenormalan menunjukkan jika data tersebut menyebar normal, yang berarti hasil aktual mendekati hasil yang diprediksikan oleh *design expert* sehingga model dianggap terdistribusi secara normal. Kurva *normal plot of residuals* respon viskositas dapat dilihat pada Gambar 18.

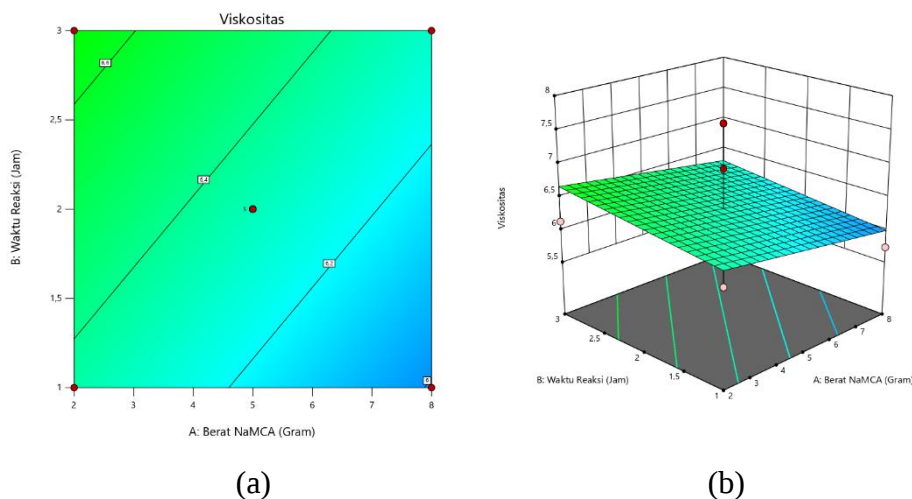


Gambar 18. Kurva *normal plot of residuals* respon viskositas

Persamaan regresi model *Linear* dari respon Y (viskositas) yang dipengaruhi konsentrasi NaMCA (X_1) dan waktu reaksi (X_2) adalah sebagai berikut:

$$Y = 6,33 - 0,1829X_1 + 0,1522X_2 \dots (5)$$

Berdasarkan persamaan (5), peningkatan nilai respon viskositas pada CMC dipengaruhi oleh waktu reaksi, hal ini ditandai dengan nilai positif sebesar 0,1522. Sehingga semakin lama waktu reaksi akan menyebabkan viskositas CMC semakin meningkat, sedangkan penambahan NaMCA yang semakin banyak akan menyebabkan penurunan viskositas, ditandai dengan nilai negatif dengan nilai - 0,1829.



Gambar 19. Respon viskositas (a) Grafik kontur plot dan (b) 3D Surface

Grafik kontur plot respon viskositas pada penelitian ini berada pada warna biru hingga hijau. Warna biru pada grafik kontur plot menunjukkan nilai viskositas yang rendah, sedangkan warna hijau menunjukkan nilai viskositas yang tinggi pada penelitian ini. Pada kontur tersebut dapat dilihat bahwa respon viskositas belum menunjukkan nilai respon yang maksimal karena skala warna kontur yang dihasilkan belum mencapai warna kuning ke oranye. Perubahan warna yang sedikit pada kurva menunjukkan penambahan NaMCA dan waktu reaksi tidak memberikan pengaruh yang signifikan terhadap viskositas. Grafik kontur plot dan 3D Surface respon viskositas dapat dilihat pada Gambar 19.

Grafik 3D Surface respon viskositas dapat dilihat bahwa penambahan NaMCA menyebabkan viskositas mengalami penurunan. Hasil ini sejalan dengan penelitian Saputra (2024), nilai viskositas CMC batang pimbing mengalami kenaikan setiap penambahan NaMCA yang diberikan. Namun, semakin banyak NaMCA yang ditambahkan, terjadi penurunan nilai viskositas. Yasar *et al.* (2007)

menambahkan bahwa sifat hidrofilik pada CMC dapat dikontrol dengan jumlah gugus karboksimetil yang terikat pada CMC. Oleh karena itu, kondisi lingkungan yang optimum dalam sintesis CMC dapat meningkatkan nilai viskositas CMC yang dihasilkan. Penambahan waktu reaksi dapat menyebabkan kenaikan viskositas. Kenaikan viskositas ini terjadi karena semakin lama waktu reaksi menyebabkan larutan lebih homogen, dan larutan lebih transparan. Sesuai dengan Altunina *et al.* (2001), perpanjangan waktu karboksimetilasi menghasilkan viskositas yang lebih tinggi, hal ini berhubungan dengan kelarutan eter dan kandungan sedimen tersuspensi dalam larutan. Semakin lama, eter semakin larut dan larutan akan semakin transparan.

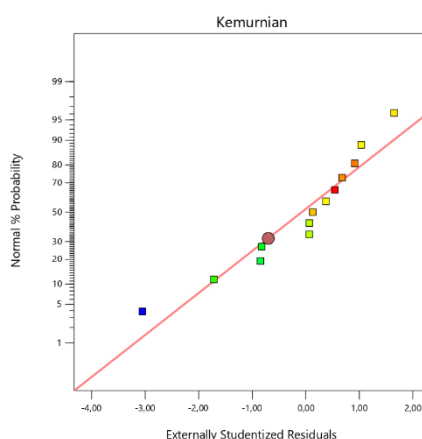
Selain itu juga, hal yang mempengaruhi viskositas adalah derajat polimerisasi. Berdasarkan Kentjana (1996) menambahkan bahwa derajat polimerisasi menunjukkan banyaknya jumlah rantai polimer, semakin panjang rantai molekul CMC, derajat polimerisasinya semakin tinggi, maka larutan yang diperoleh semakin kental (viskositas meningkat). Selain itu juga, penggunaan konsentrasi NaOH yang terlalu kecil menyebabkan kurang membantu terjadinya reaksi karboksimetilasi karena tidak dapat menggembungkan selulosa dengan sempurna sehingga derajat substitusinya kecil dan viskositasnya juga kecil. Pada penelitian ini, konsentrasi NaOH sebesar 10%, hal ini menyebabkan viskositas CMC terlalu kecil. Pada penelitian CMC Jerami ini, nilai viskositas yang diperoleh belum memenuhi standar. Berdasarkan *Food Chemical Codex* nilai viskositas yang baik untuk bahan pangan adalah ≥ 25 cP.

4.2.6 Analisis Respon Kemurnian

Kemurnian dari CMC dipengaruhi oleh banyaknya produk samping yang dihasilkan pada proses sintesis CMC. Semakin sedikit produk samping yang dihasilkan maka semakin tinggi kemurnian CMC yang dihasilkan. Produk samping yang dihasilkan yaitu natrium glikolat dan natrium klorida (Pitaloka *et al.*, 2015). Kemurnian CMC dapat diketahui dengan cara 100% dikurangi dengan kadar NaCl (Wijayani *et al.*, 2005).

Data hasil respon kemurnian pada kurva *normal plot of residuals* menunjukkan bahwa nilai kemurnian berada disekitar garis merah yang

menandakan bahwa data terdistribusi secara normal. Setiap titik data yang paling mendekati garis kenormalan menunjukkan jika data tersebut menyebar normal, yang berarti hasil aktual mendekati hasil yang diprediksikan oleh *design expert* sehingga model dianggap terdistribusi secara normal. Kurva *normal plot of residuals* respon derajat putih dapat dilihat pada Gambar 20.



Gambar 20. Kurva *normal plot of residuals* respon kemurnian

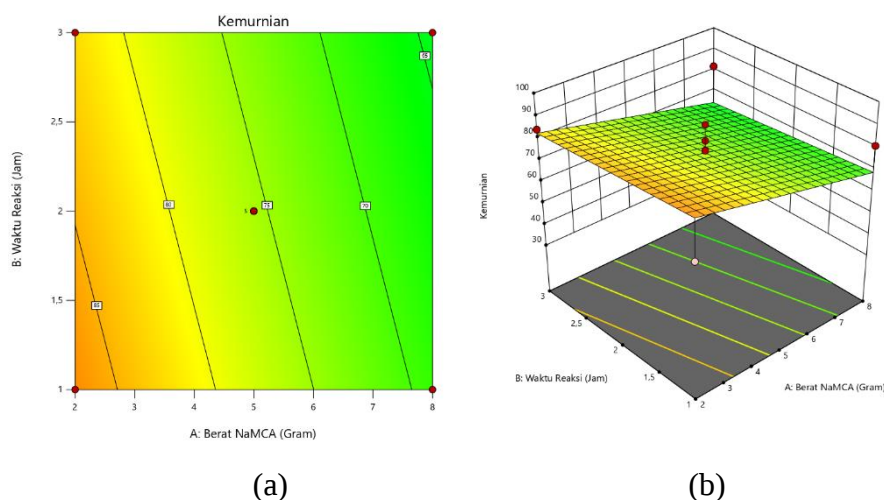
Persamaan regresi model *linear* dari respon Y (kemurnian) yang dipengaruhi konsentrasi NaMCA (X_1) dan waktu reaksi (X_2) adalah sebagai berikut:

$$Y = 75,71 - 9,11X_1 - 2,34X_2 \dots (6)$$

Berdasarkan persamaan (6), penambahan antara NaMCA dan waktu reaksi akan menyebabkan penurunan nilai respon kemurnian, semakin banyak NaMCA yang ditambahkan, serta semakin lama waktu reaksi maka kemurnian CMC semakin menurun yang ditandai dengan nilai negatif dengan nilai masing-masing sebesar -9,11, dan -2,34.

Grafik kontur plot respon kemurnian pada penelitian ini berada pada warna hijau hingga oranye. Warna hijau pada grafik kontur plot menunjukkan nilai kemurnian yang rendah, sedangkan warna oranye menunjukkan nilai kemurnian yang tinggi pada penelitian ini. Pada kontur tersebut dapat dilihat bahwa optimasi cukup optimal karena warna kontur mendekati kuning ke oranye, akan tetapi hasil analisis belum mencapai titik yang maksimal (berwarna merah). Jika dilihat dari perubahan warna, grafik ini menunjukkan perubahan warna yang sedikit sehingga penambahan NaMCA dan kadar air tidak berpengaruh signifikan terhadap

kemurnian. Grafik kontur plot dan 3D *Surface* respon kemurnian dapat dilihat pada Gambar 21.



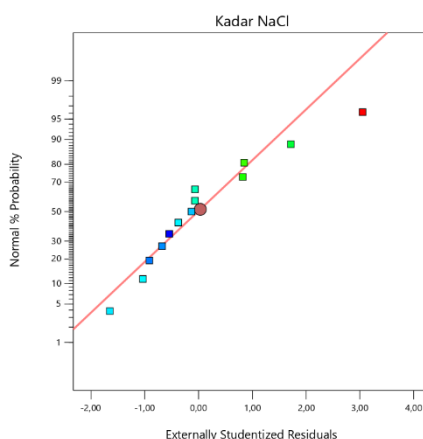
Gambar 21. Respon kemurnian (a) Grafik kontur plot dan (b) 3D *Surface*

Grafik 3D *Surface* respon kemurnian diketahui bahwa grafik permukaan semakin turun seiring dengan penambahan NaMCA serta peningkatan waktu reaksi. Hasil ini kebalikan dari kadar NaCl. Menurut pada Wijayani *et al.* (2005), kemurnian dari CMC akan mengalami penurunan jika jumlah natrium monokloroasetat semakin naik. Hal ini diakibatkan oleh semakin banyaknya natrium klorida dan natrium glikolat yang terbentuk. Hutomo (2012) menambahkan bahwa semakin lama waktu reaksi, kemurnian CMC juga semakin turun. Hal ini berhubungan dengan penggunaan asam trikloroasetat 30% dan semakin lama waktu reaksi maka semakin banyak natrium klorida dan natrium glikolat yang terbentuk. Kemurnian CMC yang masih rendah disebabkan oleh teknik pemurnian yang masih sederhana, sehingga diperlukan teknik pemurnian yang lebih baik. Pitaloka *et al.* (2015), menyatakan bahwa kemurnian CMC yang tidak terlalu tinggi ini erat hubungannya dengan kondisi selulosa yang membentuk struktur kristalin lain seperti dijelaskan sebelumnya. Jika selulosa sulit ditembus oleh reagen karboksimetilasi (NaMCA), maka reagen tersebut sebagian besar akan tetap berada dalam media reaksi dan kemudian bereaksi dengan NaOH membentuk produk samping Na-glikolat dan NaCl. Kemurnian CMC Jerami pada penelitian ini yaitu berkisar 36,86% hingga 95,1%. Hasil ini belum sesuai standar mutu golongan I SNI

06-3736-1995, kadar minimal kemurnian CMC mutu I yaitu $\geq 99,5\%$. Akan tetapi rata-rata nilai pada penelitian ini masih masuk kedalam mutu golongan II yang mengharuskan minimal kemurnian sebesar 65,0%. Walaupun demikian, kemurnian CMC jerami ini, untuk hasil kemurnian tertinggi lebih besar dibandingkan dengan CMC eceng gondok hasil penelitian Pitaloka *et al.* (2015), yang hanya mencapai 90,9%.

4.2.7 Analisis Respon Kadar NaCl

Tujuan dari penentuan kadar NaCl berkaitan dengan kemurnian CMC, dengan mengetahui kadar NaCl maka kemurnian dapat diketahui dan ini artinya semakin kecil kadar NaCl, maka kemurnian akan semakin besar. Terbentuknya NaCl ini karena adanya reaksi antara natrium monokloroasetat dengan alkali selulosa (Wijayani *et al.*, 2005). Metode yang digunakan untuk mengetahui seberapa banyak kadar NaCl yaitu dengan menggunakan metode Mohr. Metode Mohr digunakan untuk mengonfirmasi jumlah bahan kimia dalam larutan dan diterapkan untuk menguji keberadaan NaCl dalam CMC. Prinsip kerja metode Mohr ini, kadar NaCl diukur dengan cara menitrasi ion klorida yang terkandung dalam NaCl menggunakan larutan AgNO_3 , sementara K_2CrO_4 digunakan sebagai indikator reaksi (Dimawarnita *et al.*, 2019).



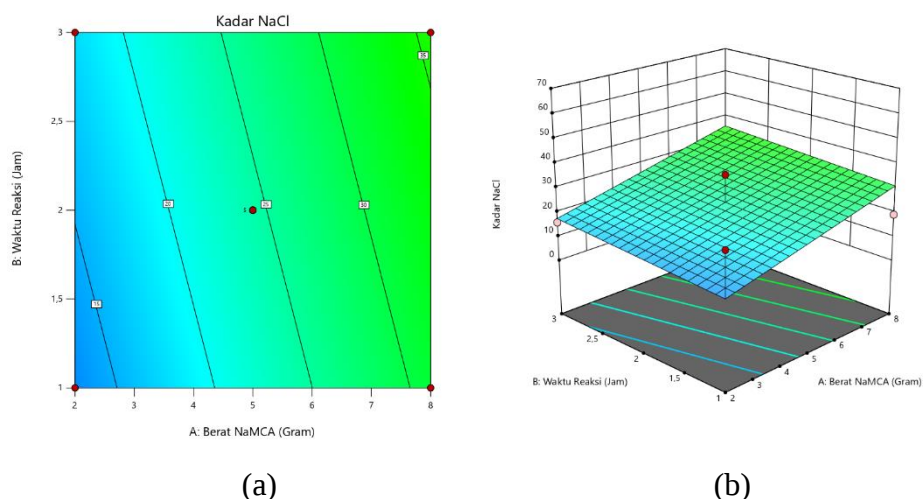
Gambar 22. Kurva *normal plot of residuals* respon kadar NaCl

Persamaan regresi model *Linear* dari respon Y (kadar NaCl) yang dipengaruhi konsentrasi NaMCA (X_1) dan waktu reaksi (X_2) adalah sebagai berikut:

$$Y = 24,29 + 9,10X_1 + 2,34X_2 \dots (7)$$

Data hasil respon kadar NaCl pada kurva *normal plot of residuals* menunjukkan bahwa rata-rata nilai kadar NaCl berada disekitar garis merah yang menandakan bahwa data terdistribusi secara normal. Setiap titik data yang paling mendekati garis kenormalan menunjukkan jika data tersebut menyebar normal, yang berarti hasil aktual mendekati hasil yang diprediksikan oleh *design expert* sehingga model dianggap terdistribusi secara normal. Kurva *normal plot of residuals* respon derajat putih dapat dilihat pada Gambar 22.

Berdasarkan persamaan (7), penambahan antara NaMCA dan waktu reaksi akan menyebabkan kenaikan nilai respon kadar NaCl, semakin banyak NaMCA yang ditambahkan, serta semakin lama waktu reaksi maka kadar NaCl semakin tinggi yang ditandai dengan nilai negatif dengan nilai masing-masing sebesar 9,11, dan 2,34.



Gambar 23. Respon kadar NaCl (a) Grafik kontur plot dan (b) 3D Surface

Grafik kontur plot respon kadar NaCl pada penelitian ini berada pada warna biru hingga hijau. Warna biru pada grafik kontur plot menunjukkan nilai kadar NaCl yang rendah, sedangkan warna hijau menunjukkan nilai NaCl yang tinggi pada penelitian ini. Pada kontur tersebut dapat dilihat bahwa respon kadar NaCl belum menunjukkan nilai respon yang maksimal karena skala warna kontur yang dihasilkan belum mencapai warna kuning ke oranye. Perubahan warna yang sedikit pada kurva menunjukkan penambahan NaMCA dan waktu reaksi tidak memberikan

pengaruh yang signifikan terhadap kadar NaCl. Grafik kontur plot dan 3D *Surface* respon kadar NaCl dapat dilihat pada Gambar 23.

Grafik 3D *Surface* respon derajat putih menunjukkan bahwa semakin banyak NaMCA dan waktu reaksi yang semakin lama, maka menyebabkan kadar NaCl semakin besar. Hal ini berarti produk samping berupa natrium klorida dan Natrium glikonat semakin banyak. Ini berkaitan dengan kemurnian, semakin besar kadar NaCl maka kemurnian semakin kecil. Hasil penelitian ini sesuai dengan Melisa (2005), yang menyatakan bahwa bahwa penambahan 8 sampai 10 gram NaMCA menyebabkan semakin banyaknya produk samping yang terbentuk seperti NaCl. Pushpamalar *et al.* (2006) menambahkan bahwa pada kondisi lingkungan optimum, sintesis CMC akan terbentuk NaCl sebagai produk lain dari reaksi esterifikasi gugus hidroksil alkali selulosa dengan gugus karboksimetil pada natrium monokloroasetat. Pembentukan NaCl akan bertambah kadarnya, jika reaksi produk samping ikut terjadi dan juga menghasilkan produk sampingan lainnya yaitu natrium glikolat. Keberadaan NaCl dan natrium glikolat yang terlalu tinggi pada CMC akan mempengaruhi tingkat kemurnian CMC itu sendiri. Penurunan kadar NaCl dan natrium glikolat pada CMC dapat dilakukan melalui proses pencucian dalam sintesis CMC. Proses pencucian dalam CMC dilakukan setelah proses netralisasi dengan asam asetat glasial menggunakan pelarut metanol atau etanol. Pada penelitian ini, dilakukan pencucian menggunakan etanol, akan tetapi mungkin pencucian kurang optimal sehingga CMC yang dihasilkan masih banyak produk samping. Hasil kadar NaCl pada penelitian CMC Jerami ini belum memenuhi standar persyaratan CMC mutu I. Berdasarkan SNI, kadar NaCl untuk kategori CMC mutu I sebesar 0,25% dan kategori CMC mutu II tidak ada batasan kadar NaCl.

4.3 Optimasi Formula

Optimasi formula bertujuan untuk mendapatkan variasi terbaik yang menghasilkan respon optimal dalam pembuatan CMC. Setiap respon dalam proses pengoptimasian diberikan pembobotan kepentingan untuk mencapai tujuan yang diinginkan. Pembobotan kepentingan (*importance*) diberi nilai 1 (+) hingga 5 (+++++) disesuaikan dengan tingkat pentingnya respon yang mempengaruhi

formula. Semakin banyak tanda positif yang diberikan menunjukkan tingkat kepentingan respon yang semakin tinggi. Berikut ini komponen yang dioptimasi, nilai target, batas, dan kepentingan pada tahapan optimasi formula dengan menggunakan program *Design Expert* yang dapat dilihat pada Tabel 8.

Pada Tabel 8, penentuan pada respon rendemen dipilih *goal maximize* dengan taraf kepentingan 5 (+++++) karena penelitian ini ingin mendapatkan nilai rendemen yang paling tinggi, mengingat rendahnya hasil rendemen CMC sehingga dipilih hasil yang maksimal. Respon pH dan kadar air dipilih *goal in range* dengan taraf kepentingan 5 (+++++) karena hasil analisis variasi masih masuk kedalam standar SNI CMC.

Tabel 8. Kriteria respon yang dioptimasi

Nama Respon	Goal	Batas Bawah	Batas Atas	Kepentingan
Berat NaMCA (Gram)	<i>in range</i>	2	8	+++++
Waktu reaksi (Jam)	<i>in range</i>	1	3	+++++
Rendemen (%)	<i>maximize</i>	21,74	28,91	+++++
pH	<i>in range</i>	6,66	7,47	+++++
Kadar air (%)	<i>in range</i>	3,21	5,14	+++++
Derajat Putih (%)	<i>maximize</i>	73,26	80,34	+++
Viskositas (cP)	<i>maximize</i>	5,73	7,60	+++
Kemurnian (%)	<i>maximize</i>	36,84	95,10	+++++
Kadar NaCl (%)	<i>minimize</i>	4,90	63,16	+++++

Respon derajat putih dan viskositas dipilih *goal maximize* dengan taraf kepentingan 3 (+++), derajat putih dipilih karena produk CMC yang dihasilkan harapannya memiliki tingkat keputihan yang tinggi karena derajat putih berhubungan dengan daya terima konsumen. Pada respon viskositas, hasil penelitian memiliki nilai viskositas yang lebih rendah daripada standar FAO sehingga dipilih *goal maximize* untuk memaksimalkan nilai viskositas saat dilakukan optimasi.

Respon kemurnian dan kadar NaCl dipilih dengan taraf kepentingan 5 (+++++) karena dengan melihat hal ini, dapat diketahui kualitas CMC yang dihasilkan murni atau tidak. Harapannya dengan memilih taraf kepentingan tertinggi, maka CMC hasil optimasi kualitasnya sesuai dengan standar SNI.

Kemurnian dan kadar NaCl saling berkaitan. Semakin besar kemurnian, maka kadar NaCl semakin rendah. Oleh karena itu *goal maximize* dipilih untuk kemurnian dan *goal minimize* dipilih untuk kadar NaCl.

Berdasarkan hasil analisis pada setiap parameter penelitian, didapatkan 1 formula optimum dari hasil optimasi dengan menggunakan *Design Expert*. Nilai target optimasi yang dapat dicapai dikenal dengan istilah nilai *desirability* yang ditunjukkan dengan nilai 0-1. Menurut Nurmiah *et al.* (2013), pada tahap optimasi dalam program RSM formula optimal ditentukan dari nilai *desirability* yang paling maksimum. Nilai *desirability* mendekati 1 menunjukkan fungsi optimasi yang baik, dimana program dapat memenuhi tujuan berdasarkan kriteria yang diinginkan pada produk akhir. Formula optimum terpilih terdiri dari nilai konsentrasi Natrium Monokloroasetat (NaMCA) sebesar 4,402 gram, dan waktu reaksi selama 3 jam. Formula optimum terpilih memiliki derajat *desirability* 0,588.

4.4 Verifikasi Formula

Setelah dilakukan tahap optimasi dengan menggunakan program *Design Expert*, dilakukan tahap verifikasi. Tahap verifikasi bertujuan untuk melakukan pembuktian terhadap prediksi dari nilai respon solusi formula optimum yang diberikan oleh program *Design Expert*. Formula optimal yang dilakukan verifikasi yaitu dengan penambahan natrium monokloroasetat (NaMCA) sebesar 4,402 gram, dan waktu reaksi selama 3 jam. Data hasil verifikasi titik optimal dapat dilihat pada Tabel 9.

Tabel 9. Verifikasi formula optimal

No.	Respon	Hasil Pengukuran	95% PI low	95% PI high
1	Rendemen (%)	25,31	24,37	28,68
2	pH	7,58	6,21	8,38
3	Kadar air (%)	4,12	2,55	5,75
4	Derajat Putih (%)	74,23	72,57	80,39
5	Viskositas (cP)	6,80	5,08	7,96
6	Kemurnian (%)	94,09	40,79	109,58
7	Kadar NaCl (%)	5,91	-9,58	59,21

Hasil verifikasi menunjukkan bahwa nilai rendemen sebesar 25,31%; pH sebesar 7,58; kadar air sebesar 4,12%; derajat putih sebesar 74,23%; viskositas sebesar 6,8 cP; kemurnian sebesar 94,09%; dan kadar NaCl sebesar 5,91. Berdasarkan verifikasi yang diperoleh, dapat diketahui bahwa data hasil verifikasi masih sesuai dengan prediksi yang dibuat oleh program pada respon rendemen, pH, kadar air, derajat putih, viskositas, kemurnian, dan kadar NaCl. Hal ini ditunjukkan oleh semua respon yang memenuhi 95% *prediction interval*. Sesuai dengan Nurmiah *et al.* (2013), bahwa model dapat dikatakan cukup tepat dan sesuai jika hasil verifikasi sesuai dengan nilai prediksi di kisaran 95% PI *low* dan 95% PI *high*.

4.5 Analisis Sampel Terbaik

Dari 13 perlakuan percobaan, tidak semua sampel dilakukan pengujian FTIR dan SEM. Sampel yang dipilih untuk dilakukan pengujian FTIR dan SEM hanya sampel dengan kemurnian tertinggi dan sampel dengan rendemen tertinggi. Hasil ini didapatkan setelah data analisis diolah dalam *software Design Expert*. Sampel terpilih dengan kemurnian tertinggi yaitu sampel kode R5 dengan natrium monokloroasetat (NaMCA) sebesar 0,757359 gram dan waktu reaksi selama 2 jam, sedangkan sampel terpilih dengan rendemen tertinggi yaitu sampel kode R2 dengan natrium monokloroasetat (NaMCA) sebesar 8 gram dan waktu reaksi selama 3 jam. Berikut ini pengujian FTIR dan SEM dari dua sampel terbaik.

4.5.1 Analisis FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*)

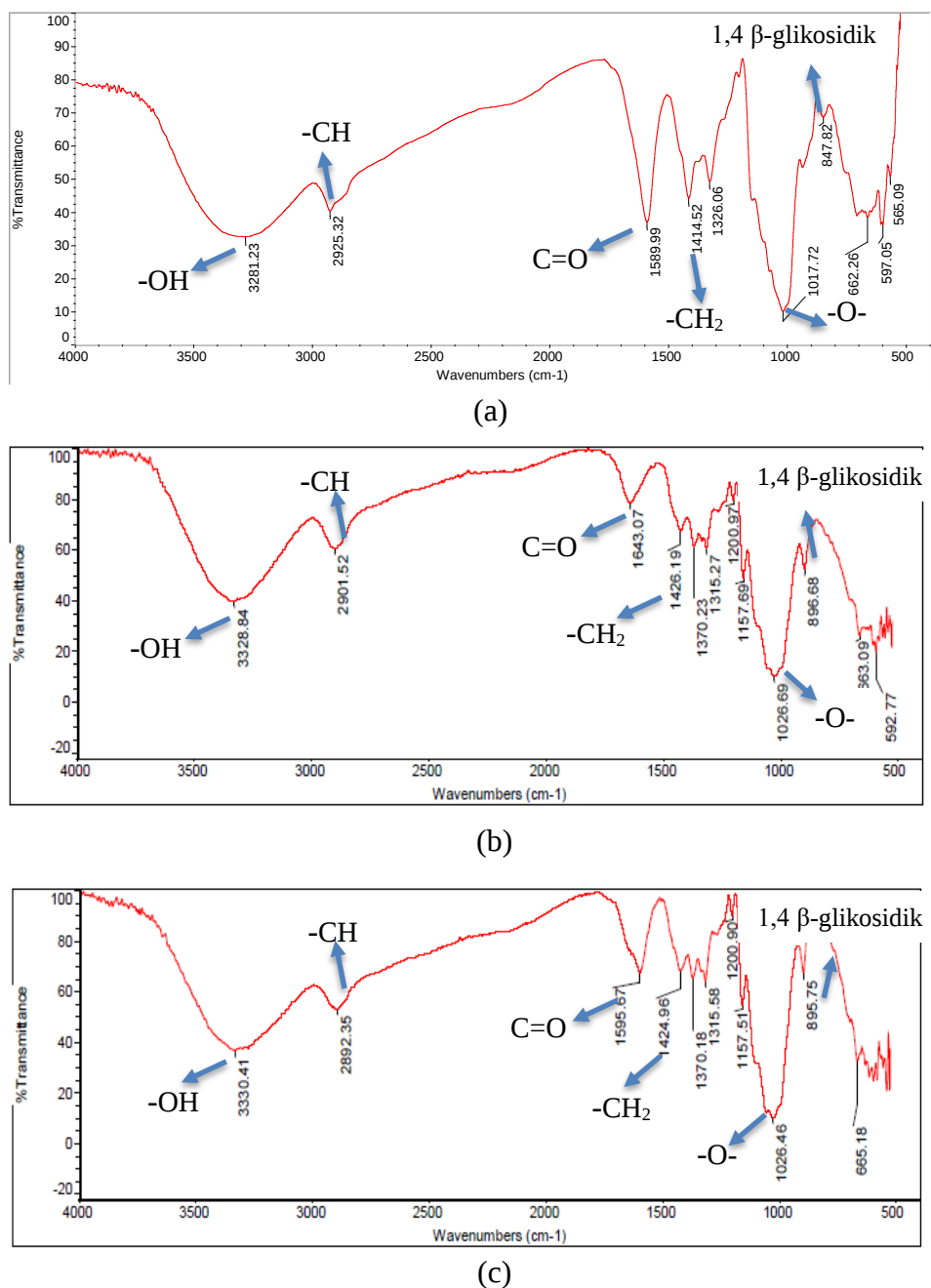
Analisis FTIR (*Fourier Transform Infra-Red*) merupakan salah satu metode analisis untuk mengkarakterisasi suatu sampel dalam penentuan komponen organik, ikatan kimia, serta gugus fungsi pada sampel. Sampel FTIR yang dianalisis, dikenai dengan sinar infra merah yang menghasilkan getaran atom suatu molekul dalam sampel. Getaran atom yang terjadi sebagai akibat dari penyerapan atau transmisi energi tertentu yang menghasilkan puncak serapan pada bilangan gelombang tertentu yang mewakili gugus fungsi penyusun dari sampel tersebut (Nandiyanto *et al.*, 2019). Tabel nilai bilangan FTIR dapat dilihat pada Tabel 10.

Tabel 10. Perbandingan nilai bilangan gelombang sampel terpilih dan kontrol

Gugus Fungsi	Nilai Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)		
	CMC Komersil*	CMC Sampel R5	CMC Sampel R2
-OH	3281,23	3328,84	3330,41
-CH	2925,32	2901,52	2892,35
C=O	1589,99	1643,07	1595,67
-CH ₂	1414,52	1426,19	1424,96
-O-	1017,72	1026,69	1026,69
β-1,4 glikosidik	847,82	896,68	895,75

Berdasarkan Nandiyanto *et al.* (2019), secara umum posisi gugus fungsi pada spektrum FTIR dapat dikelompokkan menjadi 4 rentang bilangan gelombang, yaitu pada (1) 4000-2500 cm⁻¹ yang mengindikasikan gugus fungsi rantai tunggal (OH, NH, dan CH), (2) 2500-2000 cm⁻¹ terkait gugus fungsi rangkap tiga (C≡C, C≡N), (3) 2000-1500 cm⁻¹ gugus fungsi rangkap dua (C=C, C=O, dan C=N), dan (4) daerah sidik jari pada 1500-400 cm⁻¹.

Ciri karboksimetil selulosa dapat dilihat dari adanya gugus hidroksil (-OH), Ikatan -CH, gugus karboksil (C=O), Ikatan -CH₂, dan gugus eter (-O-). Hasil analisis FTIR pada penelitian ini dibandingkan dengan CMC komersial sebagai kontrol. Spektrum FTIR sampel CMC komersial dapat dilihat pada Gambar 24.(a), dalam spektrum tersebut munculnya bilangan gelombang 3281,23 cm⁻¹, hal ini menandakan bahwa terdapat gugus -OH sebagai ciri khas selulosa. Selanjutnya terbacanya spektrum pada bilangan gelombang 2925,32 cm⁻¹, menunjukkan bahwa adanya gugus -CH. Kemudian adanya gugus C=O ditandai dengan terbacanya gugus pada spektrum bilangan 1589,99 cm⁻¹. Selanjutnya terdapat spektrum bilangan 1414,52 cm⁻¹, yang menunjukkan adanya gugus -CH₂. Lalu adanya gugus -O- ditandai dengan terbacanya gugus pada spektrum bilangan 1017,72 cm⁻¹. Ciri bahwa CMC terbentuk yaitu adanya daerah sidik jari pada spektrum 847,82 cm⁻¹ yang menunjukkan serapan karena adanya getaran C-H dari rantai β-glikosidik yang merupakan penghubung antar unit glukosa pada selulosa.



Gambar 24. Spektrum FTIR CMC (a) Sampel Komersil, (b) Sampel R5, dan (c) Sampel R2

Spektrum FTIR sampel CMC terpilih R5 dapat dilihat pada Gambar 24.(b), dalam spektrum tersebut muncul bilangan gelombang $3328,84 \text{ cm}^{-1}$, hal ini menandakan bahwa terdapat gugus -OH sebagai ciri khas selulosa. Selanjutnya terbacanya spektrum pada bilangan gelombang $2901,52 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan bahwa

adanya gugus -CH. Kemudian adanya gugus C=O ditandai dengan terbacanya gugus pada spektrum bilangan $1643,07\text{ cm}^{-1}$. Selanjutnya terdapat spektrum bilangan $1426,19\text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan adanya gugus -CH₂. Lalu adanya gugus -O- ditandai dengan terbacanya gugus pada spektrum bilangan $1026,69\text{ cm}^{-1}$. Ciri bahwa CMC terbentuk yaitu adanya daerah sidik jari pada spektrum $896,68\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan serapan karena adanya getaran C-H dari rantai β -glikosidik yang merupakan penghubung antar unit glukosa pada selulosa.

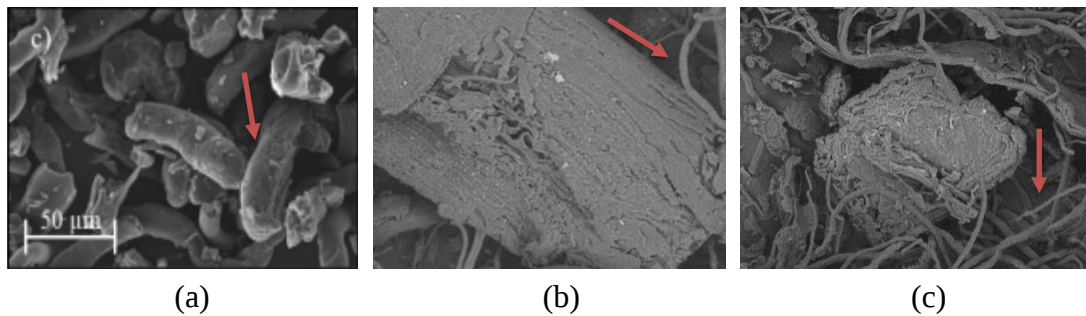
Spektrum FTIR sampel CMC terpilih R2 dapat dilihat pada Gambar 24.(c), dalam spektrum tersebut muncul spektrum bilangan gelombang $3330,41\text{ cm}^{-1}$, hal ini menandakan bahwa terdapat gugus -OH sebagai ciri khas selulosa. Selanjutnya terbacanya spektrum pada bilangan gelombang $2892,35\text{ cm}^{-1}$, menunjukkan bahwa adanya gugus -CH. Kemudian adanya gugus C=O ditandai dengan terbacanya gugus pada spektrum bilangan $1595,67\text{ cm}^{-1}$. Selanjutnya terdapat spektrum bilangan $1424,96\text{ cm}^{-1}$, yang menunjukkan adanya gugus -CH₂. Lalu adanya gugus -O- ditandai dengan terbacanya gugus pada spektrum bilangan $1026,69\text{ cm}^{-1}$. Ciri bahwa CMC terbentuk yaitu adanya daerah sidik jari pada spektrum $895,75\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan serapan karena adanya getaran C-H dari rantai β -glikosidik yang merupakan penghubung antar unit glukosa pada selulosa.

Hasil spektrum sampel CMC jerami kemurnian tertinggi dan rendemen tertinggi pada penelitian ini, saat dibandingkan dengan CMC komersil memiliki gugus fungsi yang hampir mirip walaupun tingkat kekuatan dari spektrum komersil lebih kuat yang ditandai dengan peak yang semakin curam. Berdasarkan Hapsari (2013) tidak terjadinya reaksi yang sempurna pada reaksi alkalisasi dan karboksimetilasi merupakan tahap yang penting dalam sintesis CMC. Kurang tajamnya peak yang dibentuk mengindikasikan bahwa kualitas CMC yang dihasilkan rendah. Reaksi yang kurang sempurna tersebut dimungkinkan belum terbentuknya selulosa yang mengembang dengan maksimal sehingga NaMCA tidak dapat tersubstitusi dengan baik.

4.5.2 Analisis SEM (*Scanning Electron Microscopy*)

SEM (*Scanning Electron Microscopy*) adalah sebuah instrumen yang menggunakan berkas elektron pancaran tinggi untuk memindai sebuah objek

sehingga menghasilkan citra (*image*) dari objek tersebut. Hasil pemindaian SEM berupa gambar 3 dimensi dari permukaan sampel yang dipindai (Masta *et al.*, 2020). Pada penelitian ini, analisis SEM bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dari CMC jerami dan untuk mengetahui apakah ada pengotor yang ikut terbawa.



Gambar 25. CMC jerami (a) Sampel komersil, (b) Sampel R5, (c) Sampel R2 perbesaran 500x

Pengamatan SEM menunjukkan bahwa sampel CMC terpilih R5 (kemurnian tertinggi), R2 (rendemen tertinggi) dan sampel komersil dapat dilihat pada Gambar 25. Pada perbesaran 500x, CMC yang berasal dari jerami padi menunjukkan struktur yang terdiri dari untaian fibril dengan tekstur kasar, terdapat area yang terpecah dan partikel yang dihasilkan tidak dapat dilakukan pengukuran karena untaian yang menumpuk dan menggumpal, sedangkan pada CMC komersial dapat dilihat bahwa partikel CMC berbentuk pecahan fibril yang lebih pendek dengan ukuran 50 μm . Bentuk partikel CMC komersial lebih halus dibandingkan pada CMC jerami padi. Berdasarkan Klunklin *et al.* (2023), bentuk permukaan yang kasar dengan ketidakaturan atau tonjolan karena struktur serat yang kurang berkembang dan kurang kompak. Hastuti (2024) menambahkan kekasaran fibril selulosa biasanya dikaitkan dengan proses ekstraksi, yang melibatkan senyawa kimia yang kuat dan peningkatan suhu. Kekasaran permukaan fibril biasanya berkurang selama pembentukan CMC melalui reaksi selulosa dengan senyawa eterifikasi. Pengurangan tingkat kekasaran ini disertai dengan perubahan kristalinitas selulosa.