

## Sintesis Natrium Karboksimetilselulosa(Na-CMC) dari Serat Gambas Tua (Luffa Acutangula)

Gilang Fajar Bayu\*, Muhammad Habib F, Ely Kurniati

Program Studi Teknik Kimia, Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur  
Jalan Raya Rungkut Madya, Gunung Anyar, Surabaya 60294, Indonesia  
Penulis Korespondensi: [gilangfba264@gmail.com](mailto:gilangfba264@gmail.com)

### Abstrak

Serat Gambas tua mengandung selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Kandungan selulosa dalam serat gambas tua, memungkinkan dapat diolah menjadi Natrium Karboksimetilselulosa. Indonesia saat ini masih mengandalkan impor natrium karboksimetilselulosa untuk diaplikasikan dalam berbagai bidang industri. Tujuan penelitian ini adalah mempelajari pengaruh konsentrasi NaOH dan penambahan asam trikloroasetat terhadap kadar natrium karboksimetilselulosa. Metode Penelitian ini dibagi menjadi tiga tahapan, yaitu proses pre-treatment, proses alkalisasi dan proses karboksimetilasi. Proses pre-treatment menggunakan proses delignifikasi dengan larutan NaOH 17,5% pada suhu 108°C selama 60 menit dan dilanjutkan dengan bleaching menggunakan larutan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2% pada suhu 100°C selama 90 menit. Proses alkalisasi dilakukan dengan mereaksikan  $\alpha$ -selulosa dengan Natrium Hidroksida (NaOH) dan mengkondisikan reaktor sesuai dengan variabel konsentrasi NaOH. Karboksimetilasi dilakukan setelah alkalisasi dengan mereaksikan dengan asam trikloroasetat dengan variabel yang ditentukan, langkah selanjutnya mencuci natrium karboksimetilselulosa dengan etanol dan aquadest. Kualitas Natrium karboksimetilselulosa yang dihasilkan di uji kadarnya dengan uji NaCl dan juga Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) untuk melihat gugus karboksil (-COO) yang tersubstitusi. Hasil  $\alpha$ -selulosa serat gambas tua setelah proses pre-treatment yaitu sebanyak 90,2719% dan Natrium Karboksimetilselulosa terbaik diperoleh pada konsentrasi NaOH 35% pada penambahan asam trikloroasetat 7 gram yang mendapatkan kadar NaCMC sebesar 74,16%. Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR) menunjukkan adanya gugus karboksil yang tersubstitusi

**Kata kunci:** alkalisasi, bleaching; delignifikasi; FTIR; karboksimetilasi; natrium karboksimetilselulosa

### Abstract

The fibre of Loofah (gambas) contains cellulose, hemicellulose and lignin. The contain of cellulose in the fibre of loofah can be made into sodium caroxymethylcellulose. Indonesia right now still import to supply the need of Sodium carboxymethylcellulose to used in some sector of industry. The purpose o this research isto known the effect of NaOH concentration and the addition of trichloroacetic acid toward sodium level of the carboxymethylcellulose. The methods of this experiment is divided into three steps namely; process of pre- treatment, process of alakalinization and the process of carboxymethylation. Process of pre-treatment usesdelignification process with solution 17,5% NaOH at the tempreetature 108°C for 60 minutes and goes on with the bleaching using solution 2% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> at the temperature 100°C for 90 minutes. Process of alkalizationis done by reacting  $\alpha$ -selulosa with Sodium hydroxide (NaOH) and makes the reacor suited with variable, NaOH concentration. Carboxymethylation is done after alkalization by reacting trichloroacetic acid with termined variable. The next step is washing Sodium carboxymethylcellulose with etanol and aquadest. The quality of Sodiumcarboxymethylcellulose which is resulted in the test level with NaCl test and FTIR isin order to see a group of carboxyl (-COO) which is subtituted. A cellulose result of fibre of Loofah after pre-treatment process is asmuch as90,2719% and the best result of Sodium carboxymethylcellulose is obtained 35% NaOH with addition of 7 grams trichloroacetic acid which obatins the Carboxymehtylcellulose level by 74,16%. Fourier-transform infrared spectroscopy(FTIR) shows that there is a group of substituted carboxyl.

**Keywords:** Alkalinization , bleaching , delignification , FTIR , carboxymethylation, Sodium carboxymethyl-cellulose, cellulose

## PENDAHULUAN

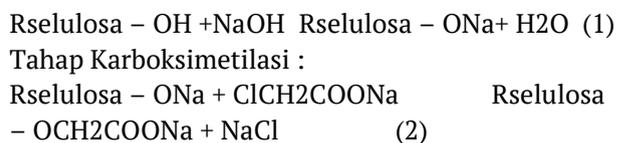
Oyong atau biasa disebut gembas merupakan tanaman yang dapat beradaptasi di Indonesia. Indonesia memproduksi sekitar 8 hingga 12 ton per hektar produksi gembas pada tahun 2015 (Puslitbanghorti, 2015). Biasanya tanaman gembas hanya dikonsumsi secara langsung sebagai makanan, begitu juga gembas tua yang hanya sekadar dijadikan alat mandi dan pencuci piring. Namun masyarakat tidak mengetahui sebenarnya gembas tua dapat dimanfaatkan sebagai bahan pengganti kayu dikarenakan kandungan selulosanya yang cukup tinggi. Dengan berkembangnya zaman serat gembas tua dapat dimanfaatkan sebagai produk kimia yang lebih bernilai ekonomis, contohnya adalah natrium karboksimetilselulosa (NaCMC) (Putri, 2014). Serat gembas tua merupakan salah satu dari sekian banyak limbah pertanian yang mengandung sekitar selulosa 62%, hemiselulosa 20%, dan lignin 18%. Kandungan selulosa yang terdapat dalam serat gembas tua dapat dimanfaatkan, salah satunya sebagai bahan baku dalam pembuatan natrium karboksimetil selulosa. (Satyanarayama, 2007)

Natrium Karboksimetilselulosa atau biasa dikenal dengan NaCMC adalah turunan selulosa dikarboksimetilasi yang dapat diturunkan dari selulosa yang terkandung dalam tanaman, NaCMC biasanya digunakan untuk pengental, emulsi, dan bahan penstabil dalam berbagai industri. NaCMC menurut SNI adalah zat dengan warna putih atau kekuningan, tidak berbau dan tidak berasa. Standart mutu CMC berdasarkan SNI 06-3736-1995 :

Uraian	Mutu 1	Mutu 2
Kemurnian CMC	99,5%	65,0%
Kadar NaCl	0,25%	-
Derajat Substitusi	0,7-1,2	0,4-1,0
pH larutan 1%	6,0-8,0	6,0-8,5

Pembuatan CMC dipengaruhi proses alkalisasi dan proses delignifikasi. Proses alkalisasi digunakan untuk pengaktifan gugus hidroksil (-OH). Proses karboksimetilasi menggunakan asam trikloroasetat yang memudahkan pertukaran reagen karboksilat. Jumlah penggunaan asam trikloroasetat

merupakan faktor yang mempengaruhi proses dalam pembuatan NaCMC (Safitri, 2017). Menurut Pitolaka (2015) reaksi pembuatan natrium karboksimetil selulosa (Na-CMC) sebagai berikut: Tahap Alkalisasi :



Dalam reaksi tersebut terdapat kandungan produk samping selain Natrium karboksimetil selulosa yaitu Natrium klorida (NaCl). Natrium karboksimetil selulosa atau NaCMC dibuat dengan menyeprotkan selulosa dengan kaustik soda dan juga asam trikloroasetat dan terjadi reaksi alkalisasi serta karboksimetilasi di dalamnya yang memiliki 99% yield NaCMC (Othmer, 1951). Menurut (Maulina, 2019) dengan menggunakan variasi konsentrasi NaOH dengan optimum konsentrasi NaOH 45% didapatkan nilai rendemen 94% dan nilai DS tertinggi 0,82 dengan nilai pH netral dan nilai kadar air 13,36%. Safitri (2017) mendapatkan rasio terbaik NaMCA:selulosa yaitu 7 gram : 5 gram dengan variabel rasio penambahan Natrium monokloroasetat berbanding dengan berat sampel selulosa. Menurut Nur (2016) penggunaan Natrium monokloroasetat dengan jumlah optimal akan meningkatkan karakteristik dari Natrium karboksimetilselulosa (NaCMC).

Penelitian ini dilakukan untuk menghasilkan Natrium karboksimetilselulosa yang memiliki karakteristik dan mutu sesuai dengan Standart Nasional Indonesia (SNI). Proses peningkatan konsentrasi NaOH dalam alkalisasi dan penambahan asam trikloroasetat dalam karboksimetilasi diharapkan mempengaruhi kualitas NaCMC dan nilai DS (Derajat Substitusi). Maka dilakukan penelitian sehingga diharapkan kualitas CMC lebih baik dan meningkatkan nilai ekonomis dari serat gembas tua

## METODE PENELITIAN

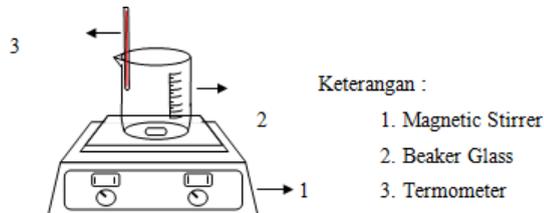
### Bahan

Bahan utama yang digunakan adalah limbah Serat Gembas Tua yang diperoleh di daerah Pasar tembok Surabaya sebanyak 4 kilogram, sedangkan bahan Natrium Hidroksida (NaOH), Asam Trikloroasetat

Etanol 78% dan Aquadest (H<sub>2</sub>O) diperoleh dari Tidar Kimia.

#### Alat

Alat dalam penelitian ini yaitu magnetik stirer, beaker glass dan termometer. Rangkaian alat proses alkalisasi dan karboksimetilasi dilihat pada gambar 1 berikut.



Gambar 1. Rangkaian Alat Alkalisasi dan Karboksimetilasi.

#### Persiapan Bahan Baku

Serat gembas tua dikupas kemudian dibersihkan dari biji dan kulit sisa, kemudian dicuci dengan air, lalu dikeringkan dibawah sinar matahari ( $\pm 1$  hari). Setelah itu dipotong menjadi ukuran lebih kecil kemudian digiling menggunakan alat blender.

#### Proses Delignifikasi

Serat gembas tua direaksikan dengan larutan NaOH 17,5 % sebanyak 500 mL, dan dipanaskan pada temperatur  $\pm 108^{\circ}\text{C}$  selama 60 menit. Setelah proses delignifikasi, hasil proses pemasakan dipisahkan antara serat dengan filtrat, kemudian dicuci dengan aquadest hingga kondisi pH yang netral yaitu 7 kemudian Serat gembas tua dikeringkan (Putri, 2014).

#### Proses Bleaching

Serat gembas tua hasil dari proses delignifikasi kemudian direaksikan dengan Hidrogen Peroksida (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 2%) sebanyak 500 mL, dalam suhu  $\pm 100^{\circ}\text{C}$  selama 90 menit. Setelah dilakukan bleaching, hasil proses kemudian dipisahkan antara serat dan filtrat, dan dicuci dengan aquadest hingga kondisi pH netral yaitu 7 (Silsia, 2018).

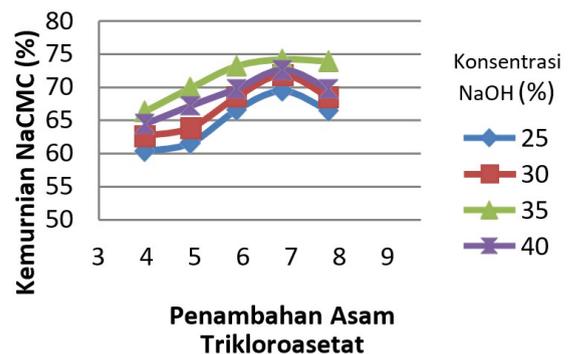
#### Proses Alkalisasi dan Karboksimetilasi

Proses alkalisasi menggunakan reaktan yaitu Natrium Hidroksida (NaOH) dan direaksikan pada suhu  $\pm 60^{\circ}\text{C}$ , kecepatan pengadukan 400 rpm.  $\alpha$ -selulosa dari serat gembas tua direaksikan dengan komposisi NaOH sesuai dengan variable yaitu (25,

30, 35, dan 40 %), selanjutnya hasil reaksi alkalisasi dilanjutkan proses karboksimetilasi dengan penambahan asam trikloroasetat sesuai dengan variabel yang ditentukan yaitu (4, 5, 6, 7, dan 8 gram). Selanjutnya hasil karboksimeilasi dipisahkan antara serabut dan filtrat lalu dicucui dengan etanol untuk menghilangkan sisa NaOH dan trikloroasetat kemudian dicuci dengan aquadest hingga pH netral yaitu 7. Natrium karboksimetilselulosa kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari selama 5 jam, setelah kering kemudian disimpan dalam pada temperatur kamar kemudian dilakukan analisa kadar NaCl dan FTIR (Nissa, 2014).

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Pengaruh Penambahan Asam Trikloroasetat Terhadap Kemurnian NaCMC(%CMC) pada Konsentrasi NaOH yang bervariasi

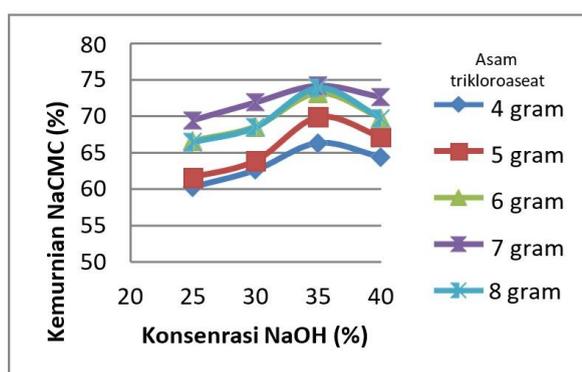


Gambar 2. Pengaruh Penambahan Asam Trikloroasetat Terhadap kemurnian NaCMC pada Konsentrasi NaOH yang Bervariasi.

Gambar 2 menunjukkan bahwa kadar NaCMC(%CMC) semakin meningkat seiring bertambahnya penambahan asam trikloroasetat hingga mencapai kondisi optimum kemudian mengalami penurunan kadar NaCMC. Kadar NaCMC meningkat pada penambahan asam trikloroasetat (4, 5, 6, dan 7 gram) dan mengalami penurunan pada penambahan 8 gram asam trikloroasetat. Kondisi optimum reaksi pembuatan NaCMC didapatkan pada penambahan 7 gram asam trikloroasetat dalam 5 gram sampel selulosa untuk masing konsentrasi NaOH. Adanya penurunan kadar NaCMC dalam penambahan 8 gram asam trikloroasetat dikarenakan berlebihnya

kloroasetat sehingga menghasilkan produk samping glikolat yang berlebih saat mencapai kondisi optimum yang berakibat persen CMC berkurang. Hal ini sesuai penelitian (Nur, 2016) dimana proses karboksimetilasi, gugus -OH pada struktur selulosa akan tergantung dalam monokloroasetat merupakan monokloroasetat dengan jumlah optimal akan meningkatkan karakteristik NaCMC. Hal serupa pada penelitian (Silsia, 2018) bahwa turunnya kadar NaCMC diakibatkan sisa dari asam trikloroasetat akan beraksi dengan NaOH yang menghasilkan produk samping reaksi yaitu NaCl dan natrium glikolat yang membuat kemurnian akan turun dan tidak sesuai dengan (Othmer, 1951) yaitu konversi reaksi pembuatan NaCMC yaitu 99%

### Pengaruh Konsentrasi NaOH terhadap Kemurnian NaCMC (%CMC) pada Penambahan Asam Trikloroasetat



Gambar 3. Pengaruh Konsentrasi NaOH Terhadap Kemurnian NaCMC pada Penambahan Asam Trikloroasetat yang bervariasi

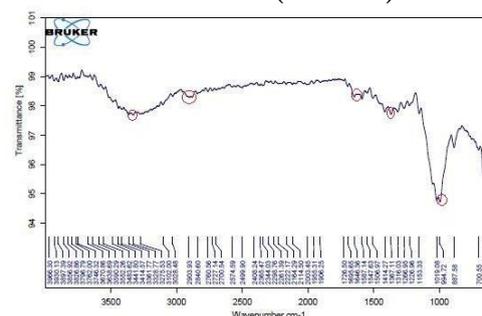
Pada Gambar 3 dapat dijelaskan bahwa kandungan NaCMC meningkat dengan seiring bertambahnya konsentrasi NaOH hingga mencapai kondisi optimum kemudian mengalami penurunan kadar NaCMC. Kadar NaCMC meningkat pada konsentrasi 25%, 30%, 35% NaOH dan kadar NaCMC menurun pada konsentrasi NaOH 40%. Kondisi optimum reaksi alkalisasi terjadi pada saat konsentrasi NaOH 35% untuk masing-masing penambahan asam trikloroasetat yang bervariasi. Adanya penurunan kadar NaCMC pada variasi konsentrasi NaOH 40% dikarenakan berlebihnya kadar Na-

menghasilkan produk samping NaCl (natrium klorida) berlebih sehingga kadar CMC mengalami penurunan.

Hal ini didukung dengan penelitian dari (Mahendra, 2017) menyatakan bahwa semakin besar kandungan produk samping yang dihasilkan maka kadar NaCMC akan menurun. Hal yang sama menurut penelitian (Silsia, 2018) bahwa menurunnya persen CMC dari sisa NaOH yang bereaksi dengan sisa Natrium monokloroasetat yang menghasilkan produk yang tidak diinginkan yaitu NaCl dan glikolat yang membuat persen CMC mengalami penurunan.

### Analisis Gugus Karboksil dengan Menggunakan FTIR

Melalui uji FTIR (Fourier Transform Infrared) dapat mengetahui pertukaran gugus hidroksil (-OH) yang dimiliki dalam selulosa oleh gugus karboksil (COO-) yang dimiliki dalam kandungan Natrium Karboksimetilselulosa (Na-CMC)



Gambar 4. Analisis FTIR Natrium Karboksimetilselulosa Serat Gamba Tua

Gambar 4 merupakan hasil FTIR dari Natrium Karboksimetilselulosa dari serat gamba tua merupakan polimer yang memiliki gugus karboksil (COO-) dan ikatan (-CH<sub>2</sub>). Pada Gambar tersebut muncul bilangan gelombang 3483,52 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus (-OH) ciri dari selulosa. Muncul vibrasi pada bilangan 2903,93 cm<sup>-1</sup> merupakan gugus hidrokarbon (C-H). Menurut (Eriningsih, 2011) gugus hidrokarbon terjadi pada gelombang 2950 cm<sup>-1</sup>. Pada bilangan gelombang 1414,37 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus karboksil pada kisaran panjang gelombang 1400-1600 cm<sup>-1</sup> dan ikatan -CH<sub>2</sub> pada panjang gelombang 1419 cm<sup>-1</sup>. Berdasarkan hasil tersebut menunjukkan bahwa NaCMC yang dihasilkan memiliki kemiripan gugus fungsi dengan NaCMC komersial dan memiliki

bilangan gelombang yang menunjukkan gugus khas NaCMC yaitu gugus karbosisil yang menukar gugus hidroksil pada selulosa.

### SIMPULAN

Kandungan selulosa serat gambas tua setelah proses pre-treatment diperoleh sebesar 90,2719% dimana kandungan ini dapat dimanfaatkan dalam pembuatan Natrium Karboksimetil selulosa (NaCMC). Konsentrasi NaOH dan penambahan asam trikloroasetat memiliki pengaruh signifikan terhadap persen CMC dalam Natrium Karboksimetil selulosa, dimana kadar CMC semakin meningkat seiring bertambahnya konsentrasi NaOH dan penambahan asam trikloroasetat hingga mencapai kondisi optimum kemudian mengalami penurunan. Natrium Karboksimetil selulosa dengan kandungan terbaik diperoleh sebesar 74,16% pada kondisi konsentrasi NaOH 35% dan 7 gram penambahan asam trikloroasetat. NaCMC dengan kadar 74,16% memiliki nilai DS 0,7641 yang termasuk dalam mutu 2 menurut SNI06- 3736-1995 yaitu sekitar 0,4-1

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ariyani, Sukma., "Perbandingan Karbopoldan Karboksimetil Selulosa Sebagai Pengental Pada Pembuatan Bioetanol Gel", Biopropal Industri, vol.1,no.2,pp.59-64, 2013.
- [2] Aulia., "Studi Penyediaan Nanokristal Selulosa dari Tandan Kosong Sawit (TKS)", Sainia Kimia, vol.1.no.2, pp.1-7., 2013.
- [3] Ayuningtyas, S. "Pembuatan Karboksimetil- selulosa dari Kulit Pisang Kepok dengan Variasi Konsentrasi Natrium Hidroksida, Narium Monokloroasetat, Temperatur dan Waktu Reaksi"., Jurnal Teknik USU, vol.6, no.3, pp.47-49., 2017.
- [4] Bajpai, P., "Environmental Benign Approaches for Pulp Bleaching, 1st Edition".,Springer, Patiala., 2012
- [5] Bajpai, P., "Bleach plant Effluent from The Pulp and Paper Industry"., Spriger, Patiala., 2013.
- [6] Bajpai, P., " Pretreatment of Lignocellulose Biomass for Biofuel Production 1st Ed", Springer, Patiala., 2016.
- [7] Erinigsih, Rifaidim , " Pembuatan Karboksimetil selulosa dari Limbah Tongkol Jagung untuk Pengental Pada Proses Pencapan Tekstil"., Jurnal Teknik USU pp 105-113, 2011.
- [8] Ferdiansyah,M.K., " Kajian Karakteristik Karboksimetil selulosa (CMC) dari Pelepeh Kelapa Sawit Sebagai Upaya Diverifikasi Bahan Tambahan Pangan yang Halal". Aplikasi Teknologi Pangan, vol.5,.no.4, pp.136-138. 2016
- [9] Firmansyah Habib. "Analisa Selulosa Sampel Gambas Tua". Yogyakarta:Lab Chemmix Pratama. 2020
- [10] Innes, Aulia P. " Perancangan Pabrik Sodium Karboksimetil selulosa dengan Kapasitas 50.00 Ton/Tahun"., Universitas Lampung. 2013.
- [11] Kamal, Netty. " Pengaruh Bahan Aditif CMC terhadap Beberapa Parameter pada Larutan Sukrosa"., Teknologi, vol.1,no.17, pp.785. 2010.
- [12] Kurniaty, I Habibah. " Proses Delignifikasi Menggunakan NaOH dan Amonia (NH<sub>3</sub>) Pada Tempurung Kelapa"., Jurnal Integrasi Proses pp.197-201. 2017
- [13] Pitaloka, Badra Aulia. " Pembuatan CMC dari Selulosa Eceng Gindok dengan Media Reaksi Campuran Isopropanol-Isobutanol Untuk Mendapatkan Viskositas dan Kemurnian Tinggi"., Integrasi proses, vol.5,no.2, pp. 108-114. 2015
- [14] Putri, Dewi. " Effect of Sodium Chloroacetate towards the Synthesis of CMC form Durian peel Cellulose"., Innovative Research in Advanced Engineering, vol.3, pp.28-32. 2016.
- [15] Maulina, Zia dan Rihayat, Teuku. " Pengaruh Variasi Konsentrasi NaOH dan Berat Natrium Monokloroasetat Pada Pembuatan CMC dari Serat Daun Nanas"., Jurnal Reaksi(*Journal of Science and Technology*), vol.1,no.2, pp.25, 2019.
- [16] Melissa, Permana Purba. " Sintesis dan Karakteristisasi CMC dari Selulosa Batang Pisang Raja (*Musa Paradisiaca*) dengan Variasi Natrium Monokloroasetat". Skripsi USU, pp.10-31. 2018.
- [17] Nisa, Dian dan Widya, Rukmi. " Pemanfaatan Selulosa dari Kulit Buah Kakao (*Theobroma Cacao. L*) Sebagai Bahan Baku Pembuatan

- Karboksimetilselulosa”. Jurnal Pangan dan Agroindustri, vol.2, no.3, pp. 342, 2014.
- [18] Nur'ain. “ Optimasi Kondisi Reaksi Untuk Sintesis karboksimetil Selulosa (CMC) dari Batang Jagung (*Zea Mays, L*)”. Riset Kimia vol.3, no.2, pp.112-121., 2017.
- [19] Nur, Rahaman., “ Sintesis dan Karakteristik CMC( Carboxymethyl cellulose) yang Dihasilkan dari Selulosa Jerami Padi”. Sains dan Teknologi Pangan vol.1, no.2,pp.22-31., 2016.