

**Sintesis dan Karakterisasi *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) dari
Selulosa Eceng Gondok (*Eichhornia crassipes*)**

***Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose (CMC)
From Water Hyacinths Cellulose (*Eichhornia crassipes*)***

Adis Mahendra* dan Mitarlis

S-1 Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Surabaya,
Jalan Ketintang, Surabaya, 60231.

*E-Mail**: Adis16mahendra@gmail.com

Abstrak. Penelitian ini tentang sintesis CMC dari variasi jenis pelarut selulosa masih belum banyak dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui karakteristik CMC yang dihasilkan dari variasi jenis pelarut selulosa yang merupakan bahan dasar sintesis CMC. Penelitian ini terdiri dari 4 tahap, tahap pertama adalah persiapan sampel, tahap kedua adalah isolasi selulosa, tahap ketiga adalah sintesis CMC, dan tahap keempat adalah karakterisasi CMC. Preparasi sampel dilakukan dengan cara eceng gondok dibersihkan, dipotong, dan dikeringkan. Isolasi selulosa dilakukan dengan cara *dewaxing*, delignifikasi I, dehemiselulosa, delignifikasi II. Sintesis CMC dilakukan dengan cara alkalisasi, karboksimetilasi, netralisasi, dan pengeringan. Karakterisasi CMC dilakukan dengan uji warna, uji kadar air, uji DS, uji pH, uji kadar NaCl, dan uji kemurnian CMC. Karakteristik CMC terbaik diperoleh dari CMC dengan variasi jenis pelarut selulosa dengan H₂O₂ karena memiliki warna yang lebih putih (cerah) dibandingkan dengan CMC dari jenis pelarut selulosa yang lain, memiliki kadar air terendah sebesar 8,6625%, memiliki nilai DS terbaik 0,95, memiliki nilai pH yang mendekati netral sebesar 7,79, memiliki kadar NaCl yang mendekati CMC standar sebesar 1,2859%, dan memiliki kemurnian yang mendekati mutu 1 SNI sebesar 98,7141%.

Kata Kunci: Eceng Gondok, Isolasi Selulosa, Sintesis CMC, Karakterisasi

Abstract. The research of CMC synthesis by variations type of cellulose solvent was rarely found. This research aim to investigate the CMC characteristics as the result from variation type of cellulose solvent which were the basic ingredient of CMC synthesis. The research was consists of four stages, the first stage was the preparation of samples, the second phase was cellulose insulation, the third stage was the synthesis of CMC, and the fourth stage was the characterization of CMC. Sample preparation was done by cleaning, cutting and drying the water hyacinth. Cellulose insulation was done by *dewaxing*, delignification I, dehemicellulose, delignification II. Synthesis CMC was done by alkalinization, carboxymethylation, neutralization, and drying. Characterization of CMC was done by color test, water content test, DS test, pH test, NaCl content test, and purity of the CMC test. The best characteristic of CMC was obtained by using H₂O₂ as variation type of cellulose solvent because it produced a white color (brighter) of CMC than any other type of cellulose solvent, the lowest water content which is 8.6625%, the best DS value which is 0.95, pH value approach neutral 7.79, NaCl content 1.2859% which approach to CMC standard, and purity 98.7141% which approach SNI quality 1.

Keywords: Water Hyacinth, Cellulose Insulation, CMC Synthesis, Characterization

PENDAHULUAN

Eceng gondok merupakan tanaman air yang hidup di daerah tropis maupun subtropis. Struktur anatomi eceng gondok terdiri dari struktur batang, struktur daun, dan struktur akar. Batang tanaman eceng gondok (*petiola*) yang berbentuk bulat menggebu, di dalamnya penuh dengan ruang-ruang udara yang berfungsi untuk mengapung di atas permukaan air [1]. Komposisi kimia eceng gondok tergantung pada kandungan unsur hara tempat tumbuhnya dan sifat daya serapan tanaman tersebut. Eceng gondok mempunyai sifat-sifat yang baik antara lain dapat menyerap logam-logam berat. Kandungan kimia serat eceng gondok terdiri atas 60% selulosa, 8% hemiselulosa, dan 17% lignin [2].

Proses isolasi selulosa eceng gondok ini dilakukan dengan metode campuran yaitu kimiawi dan mekanik [3]. Proses tersebut antara lain *dewaxing*, delignifikasi I, dehemiselulosa, delignifikasi II, dan selulosa hasil isolasi yang diperoleh. Setelah itu selulosa dari eceng gondok akan disintesis menjadi CMC melalui tahap alkalisasi dan karboksimetilasi. Faktor yang perlu diperhatikan dalam isolasi selulosa adalah pH pada saat proses delignifikasi. Pada proses ini setiap pelarut yang digunakan memiliki pH optimum masing-masing dimana pada penelitian ini pH pada proses delignifikasi dikontrol sebesar 10. Variasi pelarut yang digunakan saat proses delignifikasi adalah H_2O_2 , NaClO, dan NaOH. Sedangkan untuk sintesis CMC, proses yang perlu diperhatikan adalah alkalisasi dan karboksimetilasi. Pada proses alkalisasi NaOH akan mengembangkan selulosa agar reaksi substitusi lebih mudah terjadi. Pada proses karboksimetilasi natrium kloroasetat akan mensubstitusi gugus OH pada selulosa dengan gugus CH_2COONa [4].

Kualitas selulosa ditentukan berdasarkan warna, kadar air, dan rendemennya. Sedangkan untuk kualitas CMC ditentukan berdasarkan warna, kadar air, derajat substitusi (DS), pH, kadar NaCl, dan kemurniannya. Semua uji kualitas CMC akan dibandingkan dengan SNI 06-3736-1995 dan didukung dengan analisis dari spektra FT-IR selulosa dan CMC.

METODE

Preparasi Sampel

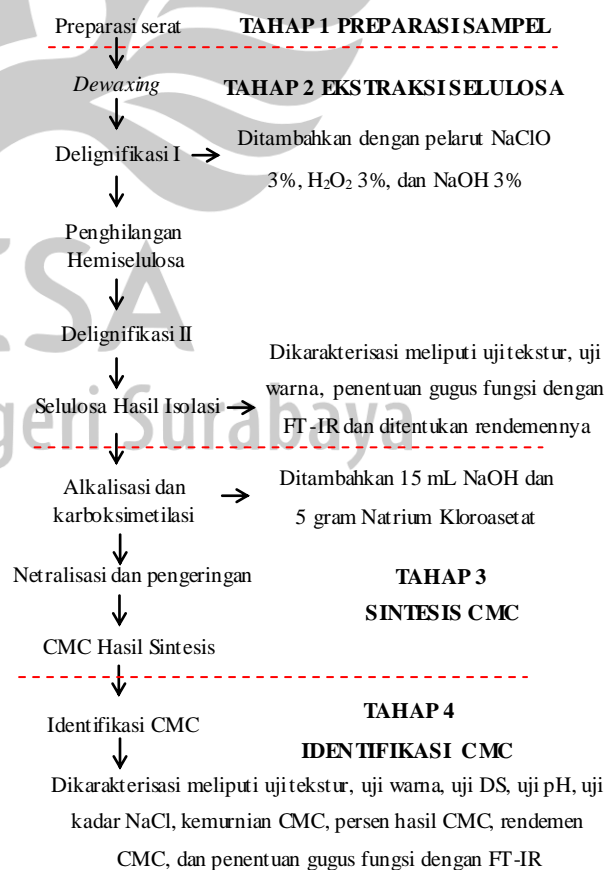
Eceng gondok berasal dari sungai di Desa Sidorejo, Krian, Sidoarjo. Tangkai eceng gondok dibersihkan dengan air bersih. Dijemur hingga kering selama 5 hari. Dipotong dan dihaluskan menggunakan blender lalu disaring dengan saringan 50 mesh.

Isolasi Selulosa

Isolasi selulosa dilakukan beberapa tahap yaitu *dewaxing* dengan ditambahkan toluena dan etanol dengan perbandingan 2:1, delignifikasi I dengan variasi H_2O_2 , NaClO, dan NaOH pada pH 10, dehemiselulosa dengan ditambahkan NaOH 17,5%, delignifikasi II ditambahkan seperti delignifikasi I dan diatur pH nya kembali sampai menunjukkan pH 10.

Sintesis CMC

Sintesis CMC melalui tahap alkalisasi dengan ditambahkan 25 mL isopropanol 99% dan 100 mL metanol 96% diaduk dengan *heater stirrer* selama 10 menit. Lalu ditambahkan NaOH 10% dan diaduk dengan *heater stirrer*. Setelah 1 jam, ditambahkan natrium kloroasetat 98% diaduk dan dipanaskan pada suhu $55^\circ C$ selama 3 jam menggunakan *heater stirrer*. Setelah itu dinetralkan dan dikeringkan dengan oven. Lebih ringkasnya prosedur akan disajikan dalam gambar 1.



Gambar 1. Bagan Prosedur Sintesis CMC
Analisis Kadar Air dan Kadar Selulosa
Uji Kadar Air

Selulosa kering ditimbang dan dikeringkan dengan oven pada suhu 105°C selama 1 jam. Ditimbang beratnya dan dimasukkan ke dalam oven dan ditimbang lagi sampai berat konstan.

Analisis Kadar Air, DS, pH, Kadar NaCl, dan Karakteristik CMC

Uji Kadar Air

CMC kering ditimbang dan dikeringkan dengan oven pada suhu 105°C selama 1 jam. Ditimbang beratnya dan dimasukkan ke dalam oven dan ditimbang lagi sampai berat konstan.

Uji DS

CMC kering ditanur selama 5 jam pada suhu 750°C. dipindahkan ke dalam oven selama 12 jam suhu 110°C dan kemudian dimasukkan ke dalam eksikator selama 2 jam. Sedikit dari abu tersebut dilarutkan dalam akuademin dan ditambahkan metil merah lalu dititrasi dengan H₂SO₄ 0,1 N.

Uji pH

CMC kering ditambahkan akuademin dan dipanaskan sampai suhu 70°C sampai CMC larut. Setelah dingin diukur pH nya.

Uji Kadar NaCl

CMC kering diencerkan dengan akuademin dan ditambahkan indikator K₂CrO₄ lalu dititrasi dengan AgNO₃.

Uji Karakteristik CMC

Karakteristik CMC merupakan uji kemurnian CMC dengan cara 100% dikurangi dengan kadar NaCl tanpa dikurangi dengan kadar natrium glikolat.

Teknik Analisis Data

Data dianalisis secara statistik menggunakan SPSS 16 dengan uji ANAVA satu jalur menggunakan nilai signifikansi p<0,05.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil yang didapatkan pada penelitian ini dapat dilihat pada tabel 1 yang menjelaskan tentang kadar air dan rendemen dari selulosa hasil isolasi.

Tabel 1. Hasil Kadar Air dan Rendemen dari Selulosa Hasil Isolasi

Jenis Pelarut	Kadar Air (%)	Rendemen (%)
Selulosa Std	18,7413	
H ₂ O ₂	20,5178	28,0076
NaClO	21,0432	29,2926

NaOH	20,7656	31,3083
------	---------	---------

dari tabel 1. dijelaskan bahwa rendemen selulosa setiap variasi jenis pelarut berbeda dimana selulosa dengan pelarut H₂O₂ memiliki rendemen paling kecil dibandingkan dengan selulosa dengan pelarut NaClO dan NaOH. Hal ini dikarenakan selulosa dengan pelarut H₂O₂ memiliki perlakuan paling efektif terhadap proses isolasi selulosa yang dikontrol pada pH 10. Dikarenakan pada pH 10 peroksida akan terdekomposisi menjadi ion perhidroksil (HOO⁻). Ion perhidroksil sebagai bahan yang aktif bereaksi dengan struktur karbonil pada lignin sehingga lignin terurai dan larut sehingga selulosa dengan pelarut H₂O₂ juga memiliki warna yang lebih cerah dibandingkan dengan selulosa dengan pelarut lainnya. Kecerahan tersebut menunjukkan bahwa serat-serat selain selulosa seperti lignin dan hemiselulosa berhasil didegradasi dengan perlakuan yang diberikan saat tahap isolasi [5][6][7]. Keefektifan pelarut H₂O₂ pada proses isolasi selulosa menghasilkan hasil yang sebanding antara rendemen dan warna dimana semakin kecil rendemen maka semakin banyak pula lignin dan hemiselulosa yang terdegradasi sehingga menghasilkan warna yang lebih cerah dan Selulosa dengan pelarut NaClO dan NaOH yang memiliki rendemen lebih besar dan memiliki warna yang kurang cerah mengindikasikan bahwa lignin pada selulosa tersebut belum terdegradasi secara sempurna sehingga proses isolasi selulosa dengan pelarut NaClO dan NaOH kurang efektif dilakukan pada pH 10.

Setelah selulosa hasil isolasi diperoleh, maka selulosa tersebut disintesis menjadi CMC. Sintesis CMC dilakukan dengan proses alkalisasi, karboksimetilasi, netralisasi, dan pengeringan. Proses alkalisasi merupakan proses saat terjadi reaksi substitusi antara gugus hidroksil dengan NaOH menghasilkan natrium selulosa. Sedangkan karboksimetilasi merupakan proses dimana terjadi reaksi substitusi terjadi antara gugus Na pada natrium selulosa dengan gugus natrium kloroasetat menghasilkan CMC. CMC tersebut kemudian dinetralkan dengan ditambahkan asam asetat dikarenakan pada saat proses sintesis suasana CMC dalam keadaan alkali. Kemudian CMC tersebut diidentifikasi dengan uji kadar air, DS, pH, kadar NaCl, karakteristik (kemurnian dikurangi dengan kadar NaCl tanpa dikurangi

kadar natrium glikolat), dan rendemen dari CMC. Hasil uji CMC yang diperoleh dapat

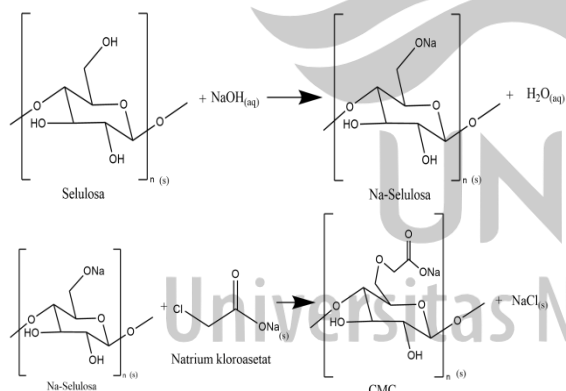
dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Hasil Kadar Air, DS, pH, Kadar NaCl, Karakteristik, dan Rendemen dari CMC

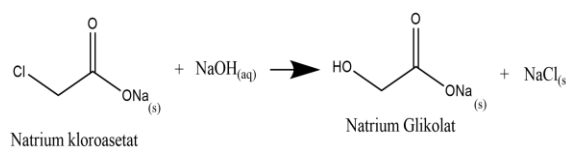
CMC Variasi Jenis Pelarut	Kadar Air (%)	DS	pH	Kadar NaCl (%)	Karakteristik (%)	Persen Hasil (%)	Rendemen (%)
CMC Std	8,7025	0,95	7,53	0,8962	99,1038	-	-
CMC H ₂ O ₂	8,6625	0,95	7,79	1,2859	98,7141	61,6094	91,8979
CMC NaClO	11,2485	0,74	8,30	1,5976	98,4024	64,6538	96,4402
CMC NaOH	12,3592	0,64	8,42	1,9678	98,0322	77,7796	116,0168

dari tabel 2 dapat dijelaskan bahwa hasil dari setiap CMC baik standar maupun hasil sintesis memiliki nilai yang variatif. Pada uji derajat substitusi (DS) cmc standar dan CMC dengan pelarut H₂O₂ memiliki nilai yang sama sebesar 0,95 sedangkan untuk CMC dengan pelarut NaClO memiliki nilai DS sebesar 0,74 dan CMC dengan pelarut NaOH sebesar 0,64. Semakin besar nilai DS maka semakin besar pula kelarutan CMC di dalam air [8]. Perbedaan jenis pelarut selulosa yang digunakan sebagai bahan dasar CMC juga mempengaruhi nilai DS CMC. Selulosa yang memiliki karakteristik lebih baik memiliki nilai DS yang lebih baik pula.

Kadar NaCl merupakan hasil samping dari reaksi sintesis CMC. Selain itu hasil samping lain dari reaksi CMC adalah natrium glikolat. Namun pada penelitian ini tidak dilakukan pengujian pada kadar natrium glikolat. Reaksi yang terjadi saat proses sintesis CMC sebagai berikut.



dan menghasilkan produk samping sebagai berikut.



Kadar NaCl sangat mempengaruhi kemurnian (karakteristik) CMC. Semakin tinggi kadar NaCl maka semakin rendah pula

kemurnian CMC yang dihasilkan. Hal ini didukung oleh penelitian sebelumnya yang menunjukkan semakin besar jumlah natrium

glikolat maka kadar NaCl yang dihasilkan juga semakin besar. Hal ini dikarenakan NaCl merupakan hasil samping reaksi sintesis CMC akibat kelebihan reagen yang ditambahkan [9]. Pada penelitian ini kadar NaCl terbaik terdapat pada CMC dengan pelarut H₂O₂ sebesar 1,2859%. Perbedaan jenis pelarut pada selulosa yang dijadikan bahan dasar sintesis CMC dapat dilihat juga mempengaruhi kadar NaCl dari CMC. Hal ini dikarenakan selulosa dengan pelarut H₂O₂ memiliki karakteristik terbaik yang dapat mensubstitusi gugus natrium kloroasetat lebih baik dibandingkan pelarut lainnya sehingga meminimalkan produk samping berupa NaCl.

karakteristik CMC yang dimaksud pada penelitian ini adalah kemurnian CMC dikurangi oleh kadar NaCl tanpa dikurangi kadar natrium glikolat. Karakteristik CMC juga memberikan hasil yang lebih baik pada CMC dengan pelarut H₂O₂ meskipun tidak berbeda secara signifikan. Namun ketika diuji statistik menggunakan SPSS 16, perbedaan jenis pelarut selulosa mengakibatkan hasil dari karakteristik CMC berbeda secara signifikan. Hal ini ditunjukkan dengan uji anava pada karakteristik CMC yang menghasilkan nilai signifikansi <0,05 sehingga ada pengaruh perbedaan jenis pelarut selulosa terhadap karakteristik dari CMC.

KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang sudah dilakukan dapat diambil kesimpulan yaitu, perbedaan jenis pelarut selulosa yang merupakan bahan dasar dari sintesis CMC mempengaruhi hasil dari semua uji CMC dan karakter CMC terbaik terdapat pada selulosa dengan pelarut H₂O₂. Penelitian lebih lanjut diperlukan dalam pengembangan sintesis CMC dengan variasi pelarut selulosa terutama

menganalisis kadar selulosa pada selulosa hasil isolasi dan kadar natrium glikolat pada CMC hasil sintesis.

Solms)". *Indo. J. Chem.* Vol. 5 (3): 228-231

DAFTAR PUSTAKA

1. Widyaningsih, T. S. 2007. *Penyerapan Logam Cr total dan Cu²⁺ dengan Eceng Gondok Pada Sistem Air Mengalir*. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada
2. Ahmed, A. F., A, Moahmed, and Naby, Abdel. 2012. "Pretreatment and Enzymic Saccharification of Water Hyacinth Cellulose". *Carbohydrate Polymers*. Vol. 87 (3): 2109-2113
3. Dufresne, D. D. dan Vignon M. R. 2000. "Cellulose Microfibrils From Potato Tubercells: Processing and Characterization of Search Cellulose Microfibril Composites". *Appl Polym Sci*. Vol. 76 (14): 2080-2092
4. Wijaya, Samhani Mahendra, Pitaloka, Alia Badra, dan Asep Handaya Saputra. ____ . *Sintesis dan Karakterisasi Carboxymethyl Cellulose (CMC) dari Selulosa Eceng Gondok (Eichhornia crassipes) dengan Media Reaksi Isopropanol Etanol*. Depok: UI Press
5. Greschik, T. 2008. *Treatment of Pulp*. United States Patent Application No. 6.557.234 B1
6. Putera, Rizky Dirga Harya. 2012. *Ekstraksi Serat Selulosa Dari Tanaman Eceng Gondok (Eichornia crassipes) Dengan Variasi Pelarut*. Depok: Universitas Indonesia
7. Tutus, A. 2004. "Bleaching of Rice Straw Pulps with Hydrogen Peroxide". *Pakistan Journal of Biological Sciences*. Vol. 7 (8): 1327-1329
8. Saputra, Asep Handaya, Qadhayna, Linnisa, dan Pitaloka, Alia Badra. 2014. "Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose (CMC) from Water Hyacinth Using Ethanol-Isobutyl Alcohol Mixture as the Solvents". *International Journal of Chemical Engineering and Applications*. Vol. 5 (1): 36-40
9. Wijayani, Arum, Ummah, Khoirul, dan Siti Tjahjani. 2005. "Karakterisasi Karboksimetil Selulosa (CMC) Dari Eceng Gondok (Eichornia crassipes (Mart)