

SINTESIS DAN KARAKTERISASI KARBOKSIMETIL SELULOSA (CMC) DARI LIMBAH TANDAN KOSONG KELAPA SAWIT (TKKS) SEBAGAI PENGGANTI CMC INDUSTRIYuni Trisnawita¹, Elisa Putri^{2*}^{1,2}Department of Pharmacy, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Sains Cut Nyak Dhien, Langsa 2023, Indonesia*Corresponding author: elisa.putrisyah@gmail.com

Abstract. Empty palm bunches are industrial solid waste from the manufacture of Crude Palm Oil (CPO). Currently, the number of empty palm bunches is abundant without management, so it is necessary to think about its utilization that is more useful and without causing environmental pollution. This underlies the selection of empty palm bunches as the manufacture of CMC, to obtain a more useful result. This study was conducted to determine how to provide Carboxymethyl Cellulose (CMC) and to determine the characteristics of CMC of palm empty bunches produced. the research method of providing CMC is carried out through the process of isolation of α cellulose, delignification, swelling, bleaching, hydrolysis, and the process of alkalization and carboxymethylation to produce CMC. CMC is reviewed through the parameters of Degree of Substitution, pH, and purity to produce CMC that meets the requirements of SNI CMC quality 1 and SNI CMC muti II. And from the results that have been done CMC Empty Palm Bunches show results that have met the SNI standard 1. For the parameters of the Degree of Substitution 0.7990, pH 7, and purity 99.41%. The results of FT-IR functional groups of CMC empty palm bunches get the results of O-H, C-H, and C-O functional groups.

Keywords: Carboxymethyl Cellulose (CMC), Palm Empty Bunch.**INTRODUCTION**

Salah satu turunan selulosa adalah karboksimetil selulosa (CMC) yang penggunaannya sangat luas, baik dalam bidang farmasi, makanan, dan industri. CMC dapat digunakan sebagai stabilizer, thickener, adhesive dan emulsifieragen. Di Indonesia, kebutuhan industri terhadap CMC masih harus dipenuhi secara impor [1], hal inilah yang menjadi alasan utama bagi peneliti untuk melakukan sintesis CMC dari limbah yang kaya akan serat selulosa, salah satunya yaitu Tandan

Kosong Kelapa Sawit (TKKS), mengingat lokasi peneliti yaitu di Langsa, Aceh merupakan salah satu daerah dengan perkebunan kelapa sawit yang luas, baik dari PT Perkebunan Nusantara (PTPN I), maupun hasil perkebunan rakyat.

CMC adalah derivat dari selulosa yang dikarboksimetilasi, yaitu eter polimer linier dengan gugus karboksimetil (-CH₂-COOH) yang berikatan dengan gugus OH dari monomer glukopiranos. Struktur CMC

berupa β -(1-4)-D-glucopyranose polymer dari selulosa. CMC adalah senyawa anion yang bersifat biodegradable, tidak berwarna, tidak berbau, tidak beracun, memiliki nilai pH sebesar 6.5 – 8.0, stabil pada rentang pH 2 – 10, dan dapat larut dalam air [2].

Aplikasi CMC berdasarkan tingkat kemurniannya, dapat diklasifikasikan menjadi beberapa kelas, yakni: (1) CMC dengan kualitas teknis (dengan kemurnian <75%) digunakan untuk bidang industri pertambangan dan detergen; (2) CMC semi murni (dengan kemurnian 75-85%) digunakan pada bidang pengeboran minyak dan gas; (3) CMC murni (dengan kemurnian >98%) digunakan pada industri kertas, tekstil, kaca, dan perminyakan. dan (4) CMC ekstra murni (dengan kemurnian >99,5%) digunakan dalam industri makanan dan farmasi [3]. Selanjutnya berdasarkan SNI 06-3726-1995, ada 3 karakteristik/sifat yang menentukan kualitas CMC, yaitu: derajat substitusi, kemurnian, dan viskositas. Maka dari karakteristik/sifat tersebut, kualitas mutu CMC dibagi menjadi 2, yaitu: [1] mutu I diterapkan pada industri makanan dan farmasi; dan [2] mutu II diterapkan pada industri tekstil, kertas, deterjen, dan perminyakan. CMC dengan kualitas mutu I harus memenuhi syarat-syarat dengan tingkat kemurnian mencapai 99,5%, derajat substitusi 0,7-1,2 dan viskositas > 26 cP. Syarat dengan kemurnian yang tinggi dari CMC mutu I merupakan tantangan dalam melakukan sintesis dan pengembangannya [4].

Pembuatan CMC dilakukan dalam dua tahap utama, yaitu tahap I pemurnian selulosa dan tahap II adalah sintesis CMC. Pada tahap pertama, yaitu pemurnian selulosa atau delignifikasi menggunakan pelarut NaOH, tujuan dari proses delignifikasi yaitu menghilangkan kandungan lignin

dan hemiselulosa (sebagai penyusun sel tanaman), hilangnya 2 (dua) komponen tersebut menghasilkan selulosa murni. Selanjutnya tahap sintesis CMC, yaitu selulosa yang dihasilkan dikonversi menjadi CMC melalui proses alkalisasi dan karboksimetilasi [4]. Alkalisasi merupakan proses pengaktifan gugus OH pada molekul selulosa, serta proses pengembangan selulosa menggunakan pelarut NaOH. Tujuan pengembangan selulosa agar memudahkan difusi pelarut asam monokloroasetat atau natrium monokloroasetat pada proses karboksimetilasi. Penggunaan pelarut natrium monokloroasetat memberi pengaruh terhadap substitusi anhidroglukosa pada selulosa. Meningkatnya jumlah alkali natrium monokloroasetat yang digunakan maka meningkat pula jumlah garam monokloroasetat yang terlarut sehingga mempermudah dan mempercepat difusi garam monokloroasetat ke dalam pusat reaksi yaitu gugus hidroksi. Penggunaan kedua pelarut tersebut memberi pengaruh terhadap kualitas CMC yang dihasilkan [5].

Hasil penelitian Dimawarnita (2018) diperoleh α -selulosa sebesar 84,54% pada ekstraksi menggunakan NaOH 12%. CMC yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian sebesar 95,24%. Oleh karena itu perlu dilakukan pengembangan penelitian lebih lanjut untuk menghasilkan CMC dengan nilai derajat substitusi dan viskositas yang memenuhi mutu standar SNI 06-6989.11-2004.

METHODOLOGY

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: limbah TKKS, HNO₃, NaNO₂, NaOH; Na₂SO₃, NaOCl, H₂O₂, aquadest, HCl, natrium monokloroasetat, CH₃COOH glasial,

etanol 96%, dan CMC komersil sebagai pembanding.

Alat

Alat yang digunakan alat-alat gelas, oven, spatula, hot plate, panci, kertas saring, pH-meter.

Prosedur Penelitian

Tahapan pembuatan CMC melalui 2 (dua) tahap, yakni proses isolasi α -selulosa TKKS dan selanjutnya tahap sintesis CMC. Adapun tahapan penelitiannya adalah sebagai berikut:

Preparasi sampel limbah TKKS

TKKS dibersihkan dengan air untuk menghilangkan sisa-sisa lemak dan minyak yang melekat pada serabut-serabut TKKS. Selanjutnya, TKKS dihaluskan dan dikeringkan.

Proses Isolasi α – Selulosa dari Tandan Kosong Sawit

75 gram serbuk TKKS, dicampurkan dengan 1 L campuran larutan asam nitrat 3,5% dan 10 mg NaNO_2 , dipanaskan pada suhu 90°C selama 2 jam, selanjutnya disaring dan residu dinetralkan dengan aquadest, residu yang telah netral didigesti dengan 750 mL campuran natrium hidroksida 2% dan natrium sulfat 2% pada suhu 50°C selama 1 jam, disaring dan residu dinetralkan dengan aquadest, selanjutnya residu yang dihasilkan diputihkan dengan 250 mL larutan NaOCl 1,75% pada suhu 70°C selama 0,5 jam, kemudian disaring dan residu dinetralkan dengan aquadest, selanjutnya dilakukan pemurnian residu yang dihasilkan (α -selulosa) dengan 500 mL larutan basa natrium hidroksida 17,5% pada suhu 80°C selama 30 menit, kemudian disaring dan residu dinetralkan dengan aquadest, dilanjutkan pemutihan dengan hydrogen peroksida, 10% pada suhu 60°C , disaring dicuci dengan aquadest,

dan dikeringkan dalam oven pada suhu 60°C [6].

Proses Alkalisasi dan Karboksimetilasi

5 gram α -selulosa dan 100 mL aquadest dialkalisasi dengan 10 ml larutan NaOH 30% secara perlahan, selanjutnya dipanaskan sambil distirrer pada suhu 60°C selama 1 jam. Tahap selanjutnya adalah proses karboksimetilasi menggunakan asam trikloroasetat 25% sebanyak 25 ml sedikit demi sedikit. Campuran kemudian dipanaskan pada suhu 50°C di atas hot plate magnetic stirrer dan diaduk selama 3 jam. Campuran disaring dan residu dinetralkan [5].

Proses Netralisasi dan Pengeringan

Proses netralisasi dilakukan dengan penambahan asam asetat glasial hingga pH netral. Selanjutnya campuran disaring dan dicuci dengan aquadest. Residu direndam dengan 100 mL metanol selama 24 jam, maka endapan (padatan) yang diperoleh merupakan CMC TKKS [7].

Karakterisasi CMC TKKS

Analisis Gugus Fungsi Menggunakan FTIR

Film uji dijepit pada tempat sampel kemudian diletakkan pada alat FT-IR kearah sinar infra merah. Hasilnya akan direkam berupa aliran bilangan gelombang terhadap intensitas.

Uji Organoleptis

Uji organoleptik meliputi pemeriksaan tekstur, warna, bau, dan kelarutan sesuai dengan SNI 01-2346-2006.

Uji pH

Penentuan nilai pH dilakukan dengan pH meter digital sesuai dengan SNI 06-6989.11-2004.

Penentuan Derajat Substitusi

CMC sebanyak 2 g dilarutkan dengan 75 mL etanol 95% dan 5 mL asam nitrat

2 M. Kemudian campuran larutan dididihkan sambil distirer selama 10 menit. Selanjutnya dicuci dengan 20 mL etanol 80% pada suhu 60°C secara berulang sebanyak 3 kali dan dicuci kembali dengan metanol anhidrat. Selanjutnya larutan campuran disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 3,5 jam dan didinginkan dalam desikator selama 30 menit. Tahap selanjutnya 0,5 g CMC kering dilarutkan dengan 100 mL aquadest dan dihomogenkan, dan ditambahkan 25 mL larutan NaOH 0,3 M dan dididihkan selama 15 menit. Selanjutnya penentuan derajat substitusi dengan metode titrasi menggunakan indikator fenolftalein dan larutan baku HCl 0,3 M [5].

Penentuan Kemurnian

1 gram berat kering CMC dimasukan kedalam erlenmayer dan diencerkan

dengan 100 mL aquadest dan dipanaskan pada suhu 70°C, dan dititrasi dengan AgNO₃ 0,01 N dengan penambahan indikator K₂CrO₄ 5% (SNI 06-6989.19-2004).

$$\text{Kadar NaCl (\%)} = \frac{0,5848 \times f \times (\text{Volume AgNO}_3)}{\text{Berat sampel kering (gram)}}$$

Kemurniaan CMC dihitung dengan cara:

$$\text{Kemurniaan} = 100\% - \% \text{ NaCl.}$$

Analisis XRD

Analisis XDR α -selulosa dilakukan dengan cara dipanaskan dan ditembakkan sinar X yang memiliki panjang gelombang 10-10 s/d 5-10 nm, berfrekuensi 1017- 1020 Hz dan memiliki energi 103-106 eV.

RESULTS AND DISCUSSION

Hasil Isolasi CMC dari TKKS

Tabel 1. Persentasi Hasil CMC yang Dihasilkan

Berat Kosong Tandan Sawit	Berat α Selulosa	Berat CMC	% Hasil
75 g	15 g	8,2 g	10,9 %

Dari 75 gram TKKS diperoleh CMC sebesar 8,2 gram (10,9%).

Pemisahan CMC dari TKKS diolah dengan beberapa tahap, pertama preparasi TKKS menjadi serbuk kering TKKS. Ukuran partikel TKKS akan mempengaruhi proses ekstraksi, karena peningkatan kadar lignin dan hemiselulosa yang dibebaskan. Semakin luas permukaan partikel TKKS maka semakin banyak selulosa yang diperoleh [8]. Tahap kedua dari yaitu isolasi α -selulosa dari TKKS adalah proses delignifikasi dilakukan dengan mencampurkan HNO₃ 3,5% dan NaNO₂ dan dipanaskan maka akan mengubah lignin menjadi nitrolignin

yang larut dalam air dan berwarna kuning kecoklatan akibat pemutusan gugus kromofor pada lignin dan hemiselulosa. Proses swelling dilakukan dengan penambahan larutan NaOH 2% dan Na₂SO₃ 2%, tujuannya yaitu untuk menghilangkan hemiselulosa, selanjutnya proses pulping dengan larutan NaOCl 1,75% untuk pemutihan α - selulosa, selanjutnya pemurniaan α -selulosa dengan larutan NaOH 17,5% untuk menghilangkan β -selulosa dan γ -selulosa, dan bleaching/pemutihan kembali dengan H₂O₂ 10% dan α -

selulosa yang diperoleh dikeringkan di dalam oven pada suhu 60°C. Proses pemisahan β -selulosa, dan γ -selulosa dilakukan menggunakan larutan NaOH 17,5%, yang menyebabkan β -selulosa, dan γ -Selulosa akan larut dalam larutan basa kuat karena keduanya memiliki selulosa rantai pendek, berbeda dengan α -selulosa yang memiliki rantai panjang akan mengendap, dikarenakan tidak dapat larut dalam larutan basa kuat [9].

Dalam pembuatan CMC sangat dipengaruhi pada saat proses alkalisasi dan karboksimetilasi, karena kedua

proses ini akan menentukan karakteristik CMC yang dihasilkan. Proses alkalisasi merupakan tahap pengembangan dan pengaktifan gugus OH pada molekul selulosa. Mengembangnya selulosa disebabkan putusnya ikatan hidrogen pada struktur selulosa. Kemudian tahap karboksimetilasi yaitu dengan mereaksikan alkali selulosa yang terbentuk pada tahap sebelumnya (alkalisasi) dengan natrium monokloroasetat dan dipanaskan pada suhu 50°C sambil diaduk selama 180 menit. Selanjutnya CMC dinetralisasi menggunakan asam asetat glasial [10].

Hasil Uji Organoleptis

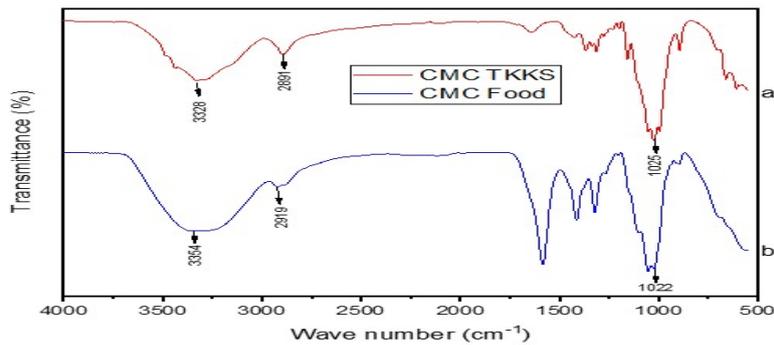
Tabel 2. Hasil Uji Organoleptis dan pH CMC TKKS

Parameter Fisik	Syarat handbook of pharmaceutical excellents	CMC TKKS
Bentuk	Hablur	Hablur
Warna	Putih	Krim
Bau	Tidak Berbau	Tidak berbau
Kelarutan	Larut dalam air	Larut dalam air
pH	6,5-8	7

Uji organoleptis pada CMC dilakukan secara visual meliputi bentuk, warna, bau, dan rasa. Berdasarkan hasil analisis dari 8 orang panelis, menunjukkan bahwa CMC TKKS yang dihasilkan memiliki bentuk hablur, berwarna krim, tidak berbau, larut dalam air dan memiliki pH 7. Sedangkan syarat CMC berdasarkan handbook of

pharmaceutical excellents memiliki bentuk hablur, berwarna putih, tidak berbau, larut dalam air dan memiliki pH 6,5-8. Berdasarkan hasil uji organoleptis menunjukkan bahwa CMC TKKS yang dihasilkan telah memenuhi syarat handbook of pharmaceutical excellents untuk parameter bentuk, bau, kelarutan dan pH.

Hasil Analisis Gugus Fungsi dengan FTIR



Gambar 1. Hasil analisis FTIR CMC TKKS

Tabel 3. Data Analisis FTIR

Sampel	Bilangan Gelombang	Gugus Fungsi	Pustaka (Kuang, 2012 dan Azubuke, 2012)
CMC Food	3354.55 cm ⁻¹	O-H	3300 – 4000cm ⁻¹
	2919.67 cm ⁻¹	C-H	2841 – 2900 cm ⁻¹
	1022.47 cm ⁻¹	C-O	800 – 1300 cm ⁻¹
CMC TKS	3328.88 cm ⁻¹	O-H	
	2891.89 cm ⁻¹	C-H	
	1025.81 cm ⁻¹	C-O	

Dari hasil analisis gugus fungsi CMC TKKS menggunakan FTIR, menunjukkan bahwa CMC TKKS dan CMC food memiliki gugus fungsi yang sama pada rentang bilangan gelombang tertentu. Berdasarkan hasil pengujian

CMC TKKS mengandung gugus fungsi berupa OH, C-H, C-O-C masing-masing pada bilangan gelombang 3328.88 cm⁻¹; 2891.89 cm⁻¹; dan 1025.81 cm⁻¹.

Hasil Analisis Derajat Substitusi dan Kemurnian

Tabel 4. Hasil Analisis Uji Derajat Substitusi dan Kemurnian CMC TKKS

Standar SNI 06-3736-1995				
No	Parameter Uji	Mutu I	Mutu II	CMC TKKS
1	Derajat Substitusi (DS) ¹	0,7 – 1,2	0,4 – 1,0	0,7890
2	Kemurnian (%)	99,50	65,0	99,51

Berdasarkan hasil uji derajat substitusi CMC TKKS diperoleh sebesar 0,7890, nilai ini menunjukkan bahwa CMC TKKS yang diperoleh memenuhi syarat SNI 06-3736-1995 mutu I, selanjutnya kemurniannya sebesar 99,51 juga telah memenuhi syarat SNI 06-3736-1995 mutu. Derajat substitusi merupakan salah satu

parameter kualitas CMC. Pengujian ini dilakukan untuk mengetahui jumlah gugus hidroksil (OH) yang tersubstitusi oleh natrium monokloroasetat sehingga terbentuk natrium karboksimetil selulosa. Apabila jumlah alkali yang digunakan semakin banyak, maka akan mengakibatkan naiknya jumlah garam monoklorasetat kedalam pusat reaksi

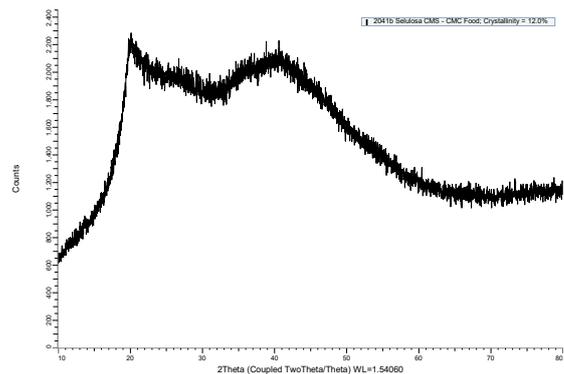
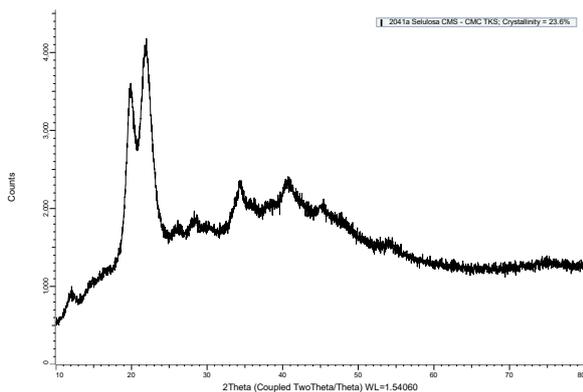
yaitu gugus hidroksi. Oleh karena itu penggunaan kedua pelarut tersebut baik pelarut yang digunakan pada tahap alkalisasi maupun karbosimektilisasi sangat menentukan kualitas CMC yang dihasilkan [11].

Menurut Zhang (dalam Pitaloka, 2015), salah satu faktor yang mempengaruhi nilai derajat substitusi adalah polaritas dari pelarut yang digunakan. Di mana semakin kecil polaritas media reaksi yang digunakan maka efektivitas reaksi karboksimetilasi akan semakin meningkat. Sehingga memudahkan substitusi pelarut natrium monokloroasetat ke dalam selulosa, dan kelarutan NaOH dalam media reaksi juga menjadi lebih kecil, sehingga memudahkan NaOH untuk

Hasil Analisis XRD

mengembangkan selulosa. Hal inilah yang menyebabkan nilai derajat substitusi CMC yang dihasilkan semakin tinggi, serta berkurangnya pembentukan produk samping [12].

Selanjutnya penentuan kemurnian CMC dilakukan dengan menentukan kadar NaCl. Di mana semakin kecil kadar NaCl artinya semakin tinggi kemurnian CMC yang dihasilkan. Terbentuknya NaCl karena adanya reaksi antara natrium monokloroasetat dengan alkali selulosa. Penentuan kemurnian CMC TKKS dilakukan dengan cara 100% dikurangi dengan kadar NaCl [13]. Dari hasil penelitian diperoleh kemurnian kadar CMC TKKS sebesar 99,51%, memenuhi syarat Mutu I.



Gambar 2. Hasil Analisis XRD CMC TKKS dan CMC Foodl

Tujuan dilakukan analisis XRD adalah untuk mengetahui kristalinitas dari CMC TKKS yang diperoleh berdasarkan puncak-puncak intensitas yang muncul. Hasil analisis XRD CMC TKKS memiliki kristalinitas sebesar 23,6% dan dan CMC food sebesar 12%.

CONCLUSION

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dari 75 g TKKS diperoleh CMC TKKS sebesar 10,9 %. Dengan bentuk fisik berwarna krim tidak berbau dan tidak larut dalam air, dan nilai pH

7. Dengan derajat substitusi sebesar 0,7990 (memenuhi standar SNI Mutu I), dan kemurnian sebesar 99,41% (memenuhi standar SNI mutu II). Dan dari uji XRD diperoleh kristalinitas yang dimiliki dari CMC TKKS sebesar 23,6%.

ACKNOWLEDGMENT

Peneliti mengucapkan terimakasih kepada Kementerian Pendidikan, Kebudayaan, Riset, dan Teknologi, yang telah memberikan dana Penelitian untuk penelitian ini untuk Tahun

Anggaran 2023. Serta kepada seluruh tim pelaksana yang telah berpartisipasi, dan mensukseskan penelitian ini.

REFERENCE

- F. R. Agustriyono and A. N. Hasanah, "Pemanfaatan Limbah Sebagai Bahan Baku Karboksimetil Selulosa: Review," *Farmaka*, vol. 14, no. 3, pp. 83–94, 2017.
- D. Silsia, Z. Efendi, and F. Timotius, "Characterization of Carboxymethyl Cellulose (CMC) From Palm Midrib," *J. Agroindustri*, vol. 8, no. 1, pp. 53–61, 2018, doi: 10.31186/j.agroind.8.1.53-61.
- T. Heinze, O. A. El Seoud, and A. Koschella, "Production and Characteristics of Cellulose from Different Sources," in *Springer*, 2018. doi: 10.1007/978-3-319-73168-1_1.
- F. Dimawarnita, T. Panji, and Y. Faramitha, "Peningkatan Kemurnian Selulosa dan Karboksimetil Selulosa (CMC) Hasil Konversi Limbah TKKS Melalui Perlakuan NaOH 12%," *E-Journal Menara Perkeb.*, vol. 87, no. 2, pp. 95–103, 2019, doi: 10.22302/iribb.jur.mp.v87i2.339
- R. Futeri, S. D. Samah, and R. P. Putra, "Pembuatan CMC (Carboxy Methyl Cellulose) dari Limbah Ampas Tebu Menggunakan Reaktor Semi Continue," in *6th ACE Conference*, 2019.
- E. Putri and S. Gea, "Isolasi dan Karakterisasi Nanokistral Selulosa dari Tandan Sawit (*Elaeis Guineensis* Jack)," *Elkawanie*, vol. 4, no. 1, pp. 13–22, 2018, doi: 10.22373/ekw.v4i1.2877.
- W. Nisa, "Cellulose Utilization in Cacao Pod Husk (*Theobroma cacao* L.) as Raw Material for CMC (carboxymethyl cellulose) Synthesis," *J. Pangan dan Agroindustri*, vol. 2, no. 3, pp. 34–42, 2014.
- N. Nur'ain, N. Nurhaeni, and A. Ridhay, "Optimasi Kondisi Reaksi Untuk Sintesis Karboksimetil Selulosa (CMC) Dari Batang Jagung (*Zea mays* L.)," *Kovalen*, vol. 3, no. 2, pp. 112–121, 2017, doi: 10.22487/j24775398.2017.v3.i2.8717.
- Nuringtyas, *Karbohidrat*. Yogyakarta: Gajah Mada, 2020.
- T. Sibarani, "Sintesis dan Karakteristik CMC (Carboxymethyl Cellulose) dari Selulosa Batang Pisang Raja (*Musa Paradisiaca*) dengan Variasi Natrium monokloroasetat," *J. saintia Kim.*, vol. 1, no. 2, 2018.
- Melisa, S. Bahri, and Nurhaeni, "Optimasi Sintesis Karboksimetil Selulosa dari Tongkol Jagung Manis (*Zea mays* 1 saccharatu)," *Online J. Nat. Sci.*, vol. 3, no. 2, 2014.
- Pitaloka, "Selulosa eceng gondok dengan media reaksi campuran larutan Isopropanol –Isobutanol Untuk Mendapatkan viskositas dan kemurniaan tinggi," *J. Integr. Proses*, vol. 2, 2015.
- A. Wijayani, K. Ummah, and S. Tjahjani, "Characterization of Carboxy Methyl Cellulose (cmc) from *Eichornia crassipes* (mart) solms," *Indones. J. Chem.*, vol. 5, no. 3, 2005, doi: <https://doi.org/10.22146/ijc.21795>.