

PENGARUH ALKALINISASI SELULOSA TERHADAP PRODUKSI SODIUM KARBOKSIMETIL SELULOSA

Jamal Basmal¹⁾, Dina Andhita²⁾, dan Sediarsa³⁾

ABSTRAK

Penelitian pemanfaatan limbah pengolahan rumput laut sebagai bahan dasar untuk pembuatan sodium karboksimetil selulosa telah dilakukan. Limbah pengolahan rumput laut *Gracilaria verucosa* terlebih dahulu diekstrak selulosanya melalui proses pemanasan dalam larutan NaOH 40% (b/v) pada suhu 100°C selama 3 jam. Selulosa yang diperoleh kemudian direndam dalam larutan NaOH 30%, 40%, 50%, dan 60% selama 4 jam pada suhu kamar. Rasio selulosa : larutan NaOH adalah 1:20 (b/v). Proses eterifikasi dilakukan pada suhu 60°C selama 2 jam. Nilai sodium karboksimetil selulosa (Na-CMC) terbaik ditemukan pada perlakuan alkalinisasi selulosa menggunakan larutan NaOH 40% ditinjau dari kandungan Na dalam Na-CMC sebesar 8,8%, kelarutan membutuhkan 24,8 ml air untuk melarutkan 1 g Na-CMC, kekentalan 35 cPs, kadar air 9,9%, derajat substitusi 0,8, kadar abu 1,6%, kadar abu tak larut asam 0,2% dengan hasil 82,6%.

ABSTRACT: *Effect of cellulose alkalinization on the production of sodium carboxymethyl cellulose. By: Jamal Basmal, Dina Andhita, and Sediarsa*

*Research on utilization of seaweed processing waste as a base product of sodium carboxymethyl cellulose was carried out. Previously cellulose was extracted from waste of seaweed processing *Gracilaria verucosa* using hot solution of NaOH 40% (w/v) at 100°C for 3 hours. The extracted cellulose was then soaked in NaOH solution of 30%, 40%, 50%, and 60% for 4 hours at ambient temperature. Ratio of cellulose: NaOH solution was 1:20 (w/v). Etherification process was performed at 60°C for 2 hours. The best method of Na-CMC production was found by using 40% NaOH solution. Properties of Na-CMC obtained were 8.8% sodium content in Na-CMC, 24.8 ml water to dilute 1 g Na-CMC, 35 cPs viscosity, 9.9% moisture content, 0.8 degree of substitution, 1.6% ash content, 1.2% acid insoluble ash and 82.6% yield.*

KEYWORDS: *alkalicellulose, sodium carboxymethyl cellulose*

PENDAHULUAN

Pada tanaman baik yang berasal dari daratan maupun laut, selulosa ditemukan bersama-sama dengan bahan lain seperti lignin, hemiselulosa dan pektin serta bahan-bahan anorganik lainnya. Selulosa merupakan polimer alam yang tersusun dari sejumlah unit anhidroglukopiranosida dengan rumus molekul (C₆H₁₀O₅)_n. Nilai n merupakan derajat polimerisasi yaitu jumlah kesatuan berulang dalam polimer (Dyess & Emert, 1978; Wade & Weller, 1994). Polimer alam ini mempunyai ikatan antara unit anhidroglukopiranosida satu dengan unit anhidroglukopiranosida lain pada atom C nomor satu (C₁) dan atom C nomor empat (C₄) dalam bentuk β-glikosida atau ikatan (1→4) β-glikosida (Fengel & Wegner, 1984; Cowd, 1991). Selulosa banyak dijumpai pada tumbuhan tingkat tinggi (*embryophyta*) dan hampir seluruh tumbuhan tingkat

rendah (*thallophyta*), yaitu sebagai struktur penguat dinding sel pada tumbuhan.

Pada umumnya kandungan selulosa pada dinding sel rumput laut sebesar 30%, tumbuhan tahunan 25% sampai 35% dan pohon 40% sampai 50% (Parker, 1992; Wade & Weller, 1994). Selulosa banyak digunakan sebagai anti-penjendalan (*anticake agents*) emulsifier, *stabilizer*, agen dispersi, pengental (*thickener*), dan *gelling agent*. Selulosa dalam bentuk khusus *amorphous cellulose* dapat menyerap air menjadi lunak dan fleksibel. Air yang ada di dalam selulosa pada saat pencampuran tidak bercampur sempurna melainkan sejumlah air hanya terperangkap di dalam sel selulosa. Sebagian kecil air terikat secara langsung pada ikatan hidrogen jika selulosa dalam bentuk kristal (*high crystallinity*). Tetapi jika selulosa dalam bentuk serat (*fiber*), sejumlah air akan masuk di antara pori-pori selulosa sehingga

¹⁾ Peneliti pada Pusat Riset Pengolahan Produk dan Sosial Ekonomi Kelautan dan Perikanan

²⁾ Mahasiswa S1 Fakultas Farmasi, Universitas Pancasila

³⁾ Dosen Universitas Pancasila

membentuk *straw-like cavities*. Kemampuan mengikat air (*water holding ability*) berhubungan kuat dengan *amorphous cellulose*.

Tiap unit anhidroglukosa pada selulosa mengandung tiga gugus hidroksil; yaitu satu gugus hidroksil primer pada atom C₆ (-CH₂OH) dan dua gugus hidroksil (OH) sekunder pada atom C₂ dan C₃. Secara teoritis adanya kandungan gugus hidroksil menyebabkan suatu senyawa dapat larut dalam air. Akan tetapi, kenyataannya tidak demikian. Selulosa bukan saja tidak larut dalam air tetapi juga tidak larut dalam pelarut organik dan anorganik. Hal ini disebabkan karena adanya ikatan hidrogen antara gugus hidroksil pada rantai yang berdekatan sehingga membentuk struktur yang kaku dan memberikan kristalinitas yang tinggi.

Meskipun selulosa tidak larut dalam air, tetapi banyak turunan selulosa yang dapat larut dalam air yaitu dengan cara mereaksikan gugus hidroksil pada selulosa melalui proses eterifikasi atau esterifikasi (Coward, 1991). Selulosa murni yang dinyatakan sebagai α -selulosa merupakan bagian selulosa yang tidak larut dalam basa kuat. Selulosa murni atau α -selulosa inilah yang dapat digunakan sebagai bahan dasar untuk pembuatan turunan selulosa. Dalam pembentukan turunan selulosa, α -selulosa harus diikat dengan larutan basa kuat yang bertujuan memperlemah ikatan gugus hidroksil primer pada atom C₆. Salah satu turunan selulosa yang banyak diproduksi adalah sodium karboksimetil selulosa (Na-CMC).

Sifat dari Na-CMC adalah transparan, tidak berwarna, tidak beracun, larut air pada pH 6,5–8,0, stabil pada pH 2–10, tidak larut dalam pelarut organik, dapat bereaksi dengan garam logam berat dan membentuk lapisan film tipis yang tidak larut di dalam air. Sedangkan kegunaannya sebagai bahan dasar deterjen, sabun, produk makanan khususnya makanan *diet* (*dietetic foods*), dan es krim yang berfungsi sebagai pengikat air, pengental (*thickener*), suspensi, emulsifier dan stabilizer serta dapat memperbaiki volume dan tekstur khususnya sebagai pengganti lemak dalam pembuatan saus dan makanan ringan. Di dalam industri tekstil berfungsi sebagai *seizing*, pelapis kertas dan *paper board* untuk menurunkan porositas, sebagai lumpur pengeboran minyak (*drilling muds*), emulsi cat, pelindung koloid, farmasi, dan kosmetik.

Tujuan pembuatan Na-CMC ini adalah untuk memanfaatkan semaksimal mungkin limbah pengolahan rumput laut sehingga dapat meningkatkan efisiensi di dalam pengolahan rumput laut.

Proses pembuatan Na-CMC adalah melalui proses alkalinisasi yang selanjutnya dieterifikasi menggunakan asam monokloro asetat atau sodium

monokloro asetat atau metil khlorida pada waktu dan suhu tertentu. Jenis bahan kimia yang umum digunakan pada proses alkalinisasi selulosa adalah sodium hidroksida (NaOH). Hal ini disebabkan NaOH mempunyai sifat mudah larut di dalam air, alkohol, dan gliserin serta mempunyai sifat basa yang kuat (Fengel & Wegner, 1984).

BAHAN DAN METODE

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah pengolahan agar-agar dari rumput laut *Gracilaria verucosa*. Limbah tersebut sebelum diolah dikeringkan terlebih dahulu kemudian dilakukan proses pemurnian selulosa. Teknik pembuatan selulosa mengadopsi metoda Goplin (2003) yakni pemasakan bahan baku dalam larutan NaOH, penetralan dan pemutihan. Teknik pemurnian selulosa dilakukan dengan cara sebagai berikut: limbah rumput laut yang akan diolah terlebih dahulu dikeringkan, kemudian dilakukan proses pemasakan menggunakan larutan NaOH 20%, 30%, 40%, dan 50% (b/v) dengan rasio limbah pengolahan rumput laut : larutan NaOH (1:20). Hasil terbaik berdasarkan jumlah α -selulosa yang dihasilkan ditemukan pada proses pemasakan dalam larutan NaOH 40% pada suhu 100°C selama 3 jam.

Pada proses pembuatan Na-CMC, limbah rumput laut yang telah dimasak dalam larutan NaOH 40% pada suhu 100°C selama 3 jam, kemudian dicuci sampai netral (pH 7) dan dipucatkan menggunakan larutan H₂O₂ 6%. Proses pembuatan Na-CMC ini mengadopsi metode penelitian Manguiat *et al.* (2001) yakni selulosa direndam dalam larutan NaOH, untuk penetapan nilai pH selanjutnya ditambahkan monokloro asetat secara perlahan-lahan pada suhu tertentu. Bahan yang telah dipucatkan selanjutnya dibilas dan dikeringkan kemudian dilanjutkan proses penepungan. Limbah rumput laut yang telah dihilangkan dari zat-zat non selulosa kemudian dilanjutkan proses alkalinisasi menggunakan larutan sodium hidroksida pada konsentrasi 30%, 40%, 50%, dan 60% (b/v) dengan rasio selulosa : larutan NaOH sebesar 1:20. Proses alkalinisasi dilakukan selama 4 jam. Selulosa yang telah dialkalinisasi kemudian dilanjutkan proses eterifikasi menggunakan asam monokloro asetat pada suhu 60°C selama 120 menit. Untuk menetralkan kelebihan asam dari monokloro asetat ditambahkan larutan NaOH hingga pH netral. Larutan sodium karboksimetil selulosa (Na-CMC) yang terbentuk kemudian ditarik menggunakan *iso-propyl alcohol* (IPA) dengan rasio 1:2 (1 bagian larutan Na-CMC : 2 bagian IPA). Serat Na-CMC selanjutnya dikeringkan dan kemudian dijadikan tepung Na-CMC. Untuk mendapatkan ketelitian maka proses

pembuatan Na-CMC dilakukan sebanyak 3 kali ulangan.

Analisis yang dilakukan terhadap Na-CMC yang dihasilkan meliputi: uji kualitatif Na-CMC (Anon., 1995), penetapan kadar Na-CMC, kelarutan, kekentalan yang diukur pada konsentrasi 1% dengan alat Viskometer Brookfield menggunakan spindel nomor 2 dan kecepatan 30 rpm pada suhu kamar (Anon., 1981), kadar air (Anon., 1995), derajat substitusi (Anon., 1981), kadar abu, dan kadar abu tak larut asam (Anon., 1981).

HASIL DAN BAHASAN

Uji Kualitatif Na-CMC

Uji kualitatif terhadap Na-CMC yang dibuat dari selulosa yang berasal dari limbah pembuatan agar-agar adalah menggunakan larutan 1-naftol dan asam sulfat pekat yang memperlihatkan adanya warna merah ungu pada bidang batas antara dua lapisan.

Sedangkan pada pengujian menggunakan larutan barium klorida terbentuk endapan warna putih. Hasil kedua pengujian membuktikan bahwa bahan yang diperiksa mempunyai identitas sesuai dengan yang dimiliki oleh Na-CMC. Hasil analisis uji kualitatif Na-CMC berdasarkan Farmakope Indonesia dapat dilihat pada Tabel 1.

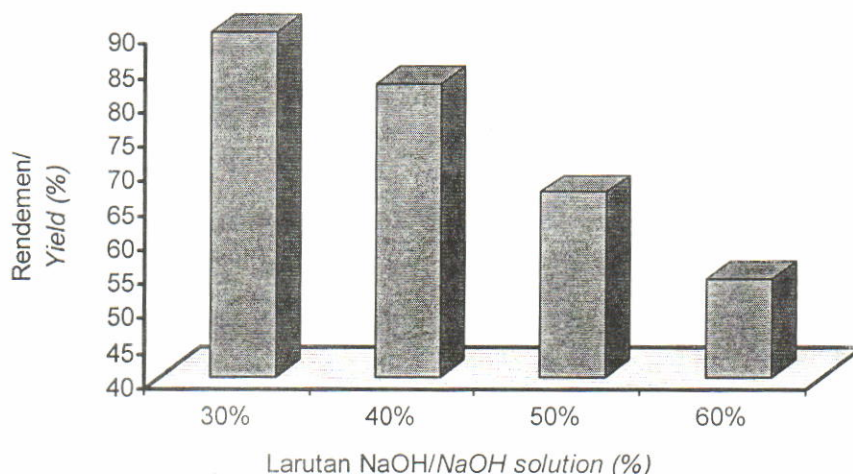
Pada Tabel 1 dapat dilihat bahwa Na-CMC yang dibuat dari selulosa yang berasal dari limbah pembuatan agar, menunjukkan hasil positif (+). Dengan demikian Na-CMC tersebut memenuhi persyaratan yang ditetapkan oleh Farmakope Indonesia (Anon., 1995).

Rendemen Na-CMC

Hasil Na-CMC yang diperoleh berkisar antara 54,1%–91,5%. Nilai tertinggi ditemukan pada perlakuan alkanisasi menggunakan larutan NaOH 30% dan terkecil pada perlakuan alkanisasi menggunakan larutan NaOH 60%. Pada Gambar 1

Tabel 1. Hasil analisis kualitatif Na-CMC
Table 1. Qualitative analysis of Na-CMC

| Prosedur analisa/Step of analysis | Hasil/Results | Keterangan/Explanation |
|--|---|------------------------|
| Larutan sampel ditambah dengan 1-naftol LP dan asam sulfat pekat/Sample solution was added with 1-naftol LP and concentrated sulfuric acid | Warna merah ungu pada bidang batas antara dua lapisan/Red purplish between two layers | + |
| Larutan sampel ditambah dengan larutan barium klorida/Sample solution was added with barium chloride solution | Endapan putih/White precipitate | + |



Gambar 1. Rendemen Na-CMC.
Figure 1. Yield of Na-CMC.

dapat dilihat hasil Na-CMC setiap perlakuan setelah proses eterifikasi menggunakan larutan asam monokloro asetat.

Konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses alkalinisasi selulosa berpengaruh sangat nyata terhadap Na-CMC yang dihasilkan. Nilai Na-CMC semakin menurun dengan peningkatan konsentrasi larutan NaOH yang digunakan. Hasil uji korelasi antar perlakuan larutan NaOH ditemukan nilai persamaan garis linier $Y = -12,784X + 105,61$ dengan nilai r^2 sebesar 0,9898. Pada persamaan garis tersebut dapat diinterpretasikan bahwa ternyata peningkatan konsentrasi larutan NaOH selama proses alkalinisasi dapat menurunkan hasil Na-CMC yang diperoleh secara linier.

Penurunan hasil Na-CMC tersebut diduga karena pada pemakaian sodium hidroksida dengan konsentrasi yang semakin tinggi menyebabkan sodium (Na) dari sodium hidroksida tidak hanya bereaksi

titrasi bebas air secara asidimetri dapat dilihat pada Tabel 2.

Pada Tabel 2 dapat dilihat bahwa kadar Na-CMC pada perlakuan dengan konsentrasi sodium hidroksida 30% pada tahap alkalinisasi memberikan hasil di bawah kadar yang ditetapkan, yaitu 6,40% dihitung berdasarkan Na. Sebaliknya, pemakaian konsentrasi sodium hidroksida lebih dari 40%, yaitu 50% dan 60% memberikan hasil di atas nilai kadar yang ditetapkan yaitu 11,30% dan 12,50% dihitung berdasarkan sodium (Na).

Rendahnya kadar Na-CMC pada pemakaian sodium hidroksida 30% diduga karena proses pertukaran ion Na^+ dengan gugus hidroksil pada atom C_6 ($-CH_2OH$) dan dua gugus hidroksil (OH^-) sekunder pada atom C_2 dan C_3 tidak cukup kuat untuk melepaskan gugus hidroksil sehingga pada proses eterifikasi tidak banyak gugus karboksimetil dari asam monokloro asetat yang berikatan pada atom C_2 , C_3 dan C_6 . Sebaliknya,

Tabel 2. Kadar Na-CMC
Tabel 2. Sodium carboxymethyl cellulose content

| Konsentrasi NaOH/ NaOH Concentration (%) | Kadar Na-CMC berdasarkan Na/ Na-CMC content based on Na (%) | Standar/Standard *) (%) |
|--|--|----------------------------|
| 30 | 6.40 ± 0.015 | 6.5-9.5 |
| 40 | 8.78 ± 0.040 | |
| 50 | 11.30 ± 0.050 | |
| 60 | 12.50 ± 0.015 | |

*) Sumber/Source: Anon. (1995).

dengan gugus hidroksil pada atom C_6 , tetapi juga pada atom C_2 . Apabila substitusi gugus karboksimetil terjadi juga pada atom C_3 akan mengakibatkan semakin banyak jumlah gugus hidroksil yang disubstitusi oleh gugus karboksimetil dari asam monokloro asetat (Brandt *et al.*, 2003). Oleh karena semakin banyak gugus hidroksil yang tersubstitusikan oleh gugus karboksimetil, kelarutan zat dalam air semakin meningkat dan bersifat lebih polar sehingga pada tahap pemurnian dengan metanol, Na-CMC yang mengalami substitusi pada C_2 dan C_6 menjadi sedikit yang dapat diendapkan.

Kadar Na-CMC

Analisis kadar Na-CMC merupakan salah satu syarat mutu yang harus dipenuhi di dalam Farmakope Indonesia yaitu tidak kurang dari 6,5% dan tidak lebih dari 9,5% dihitung terhadap bobot bahan kering. Hasil analisis kadar Na-CMC yang dihitung terhadap kadar sodium (Na) dengan metode

tingginya kadar Na-CMC di atas nilai yang dipersyaratkan yaitu pada pemakaian konsentrasi sodium hidroksida 50% dan 60% diduga karena sodium dari sodium hidroksida tidak hanya bereaksi dengan gugus hidroksil pada atom C_6 tapi juga pada atom C_2 , sehingga diperoleh Na-CMC yang mengalami substitusi pada C_2 , C_3 dan C_6 . Dengan demikian kadar Na-CMC yang dihitung terhadap Na yang memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia (Anon., 1995) adalah pada pemakaian konsentrasi sodium hidroksida 40% pada tahap alkalinisasi, yaitu 8,78%.

Kelarutan dalam Air

Na-CMC merupakan turunan dari selulosa yang mudah terdispersi dalam air membentuk larutan koloidal. Data mengenai kelarutan sodium hidroksida di dalam air dapat dilihat pada Tabel 3.

Berdasarkan data pada Tabel 3 dapat dilihat bahwa kelarutan Na-CMC yang dibuat dengan menggunakan sodium hidroksida 30% kurang memberikan hasil yang

Tabel 3. Kelarutan Na-CMC dalam air
 Table 3. Na-CMC solubility in water

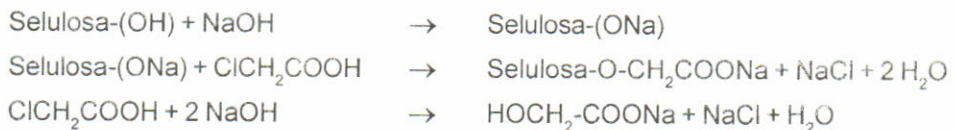
| Konsentrasi NaOH/ NaOH Concentration (%) | Jumlah air untuk melarutkan 1 g Na-CMC/ Total volume of water to dilute 1 g Na- CMC (mL) | Keterangan/ Explanation |
|--|---|---------------------------------------|
| 30 | 46.84 ± 0.014 | Agak sukar larut/ Slightly soluble |
| 40 | 24.84 ± 0.011 | Larut/Soluble |
| 50 | 20.31 ± 0.079 | Larut/Soluble |
| 60 | 19.64 ± 0.055 | Larut/Soluble |

baik, karena pada pemakaian sodium hidroksida pada konsentrasi tersebut dihasilkan larutan Na-CMC yang agak sukar larut dalam air. Hal ini diduga bahwa pada konsentrasi sodium hidroksida 30% proses eterifikasi yaitu substitusi gugus hidroksil dengan gugus karboksimetil kurang berjalan baik. Sebaliknya, kelarutan Na-CMC pada pemakaian sodium hidroksida yang lebih tinggi (40%, 50%, dan 60%) memberikan hasil yang lebih baik yaitu Na-CMC yang larut dalam air. Peningkatan kelarutan ini disebabkan oleh jumlah ion sodium yang berikatan dengan selulosa lebih banyak sehingga pada proses eterifikasi jumlah gugus karboksimetil (-CH₂COO⁻) yang berikatan dengan ion sodium pada atom C₆ (-CH₂OONa) dari selulosa lebih banyak. Dengan demikian semakin banyak gugus hidroksil yang tersubstitusi oleh gugus karboksimetil, kelarutan Na-CMC dalam air semakin meningkat. Proses pembentukan Na-CMC dapat dilihat pada diagram di bawah ini.

direaksikan dengan asam organik seperti metil klorida atau asam monokloro asetat, akan mudah mensubstitusi gugus karboksimetil dari asam monokloro asetat membentuk Na-CMC. Semakin banyak gugus metilkarboksil yang bereaksi dengan alkoksida selulosa Na-CMC akan semakin mudah larut di dalam air (Klug, 1995). Hasil percobaan membuktikan bahwa peningkatan konsentrasi larutan NaOH selama proses alkalinisasi selulosa semakin meningkatkan ion Na⁺ yang berikatan dengan selulosa sehingga pada proses lanjutan (eterifikasi) jumlah gugus karboksimetil dari asam monokloro asetat banyak yang terikat dengan ion Na⁺ sebagai akibatnya Na-CMC yang terbentuk semakin banyak.

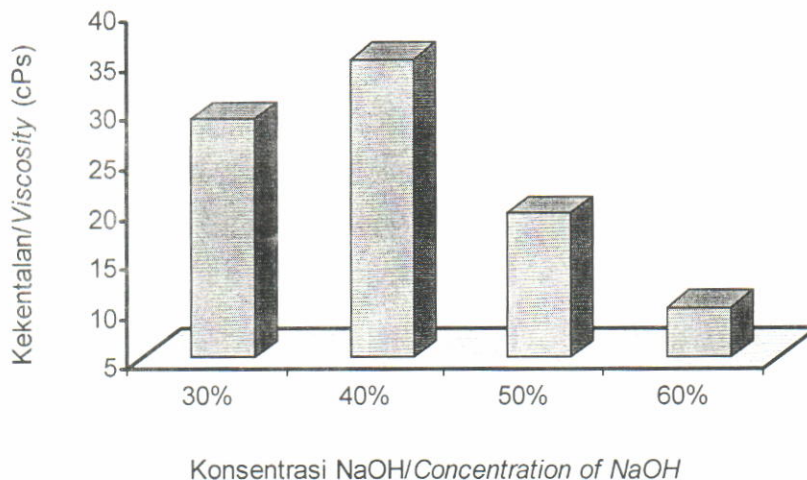
Nilai Kekentalan

Hasil pengukuran kekentalan larutan Na-CMC disajikan dalam bentuk grafik pada Gambar 2.



Ion Na⁺ merupakan garam yang berwarna putih, bersifat basa kuat, mudah menyerap karbon dioksida, mudah menyerap air sambil mengeluarkan panas bila dilarutkan di dalam air, tetapi dalam alkohol atau gliserin meskipun mudah larut tidak mengeluarkan panas (Anon., 2004). Gugus hidroksil pada struktur selulosa merupakan asam lemah sehingga pada konsentrasi larutan NaOH tertentu akan menghasilkan alkoksida selulosa. Dalam pembuatan Na-CMC, ion Na⁺ hanya diharapkan bereaksi pada atom C₆ dan C₂, apabila konsentrasi NaOH yang diberikan terlalu tinggi akan bereaksi pada atom C₃. Alkoksida selulosa yang terbentuk ini bersifat lebih reaktif sehingga apabila

Pemakaian konsentrasi sodium hidroksida dari 30% ke 40% menyebabkan peningkatan kekentalan larutan Na-CMC dari 29 cPs menjadi 35 cPs. Sebaliknya, pemakaian konsentrasi sodium hidroksida yang lebih tinggi yaitu dari 40% ke 50% dan 50% ke 60% menyebabkan penurunan kekentalan yang cukup drastis dari 35 cPs menjadi 19,50 cPs dan dari 19,50 cPs menjadi 10 cPs. Penurunan kekentalan ini diduga karena semakin tinggi pemakaian konsentrasi sodium hidroksida semakin banyak gugus karboksimetil dari asam monokloro asetat yang berikatan dengan ion Na⁺ dari selulosa-(ONa) sehingga menyebabkan kelarutan Na-CMC di dalam air meningkat.



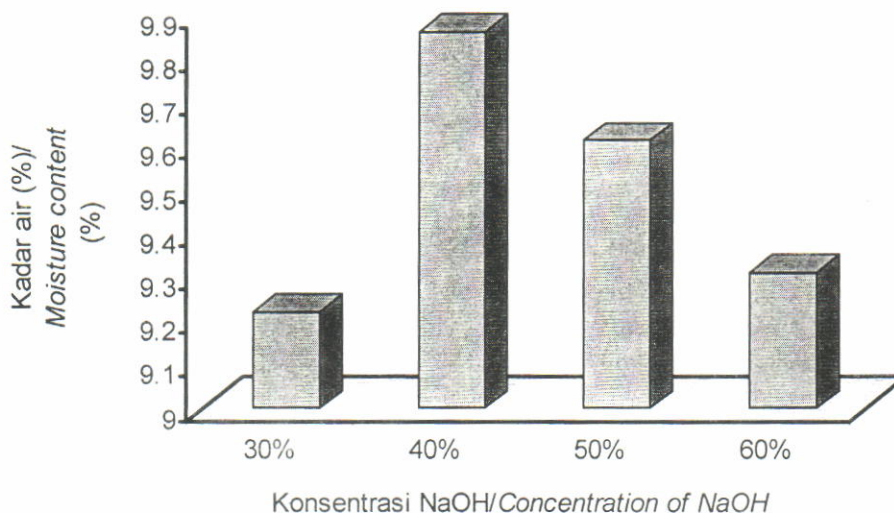
Gambar 2. Nilai kekentalan Na-CMC.
Figure 2. Viscosity of Na-CMC.

Peningkatan kelarutan ini menyebabkan semakin kecilnya tahanan dari suatu cairan untuk mengalir, sehingga kekentalannya menjadi menurun.

Kekentalan Na-CMC juga merupakan salah satu syarat mutu yang harus dipenuhi di dalam Farmakope Indonesia. Nilai kekentalan Na-CMC yang dipersyaratkan adalah tidak boleh kurang dari 25 cPs (Anon., 1995). Dengan demikian kekentalan Na-CMC yang memenuhi persyaratan adalah pada pemakaian sodium hidroksida 30% dan 40% pada proses alkalinisasi.

Kadar Air

Analisis penetapan kadar air dilakukan untuk mengetahui kadar zat yang mudah menguap, termasuk pelarut organik dan air yang terkandung dalam Na-CMC. Nilai kadar air Na-CMC yang dihasilkan berkisar antara 9,22%–9,86% dengan nilai terendah pada perlakuan alkalinisasi selulosa menggunakan larutan 30% NaOH, sedangkan yang tertinggi pada perlakuan alkalinisasi selulosa menggunakan larutan 40% NaOH. Pada Gambar 3 dapat dilihat kadar air dari masing-masing perlakuan.



Gambar 3. Kadar air Na-CMC.
Figure 3. Moisture content of Na-CMC.

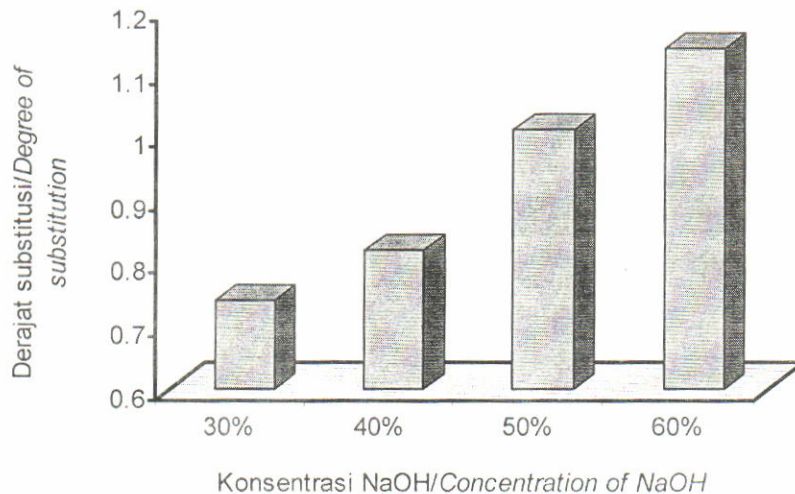
Nilai kadar air Na-CMC yang disyaratkan dalam Farmakope Indonesia adalah tidak boleh lebih dari 10%. Dengan demikian kadar air Na-CMC yang dihasilkan dalam penelitian ini masih memenuhi syarat yang ditetapkan oleh Farmakope Indonesia (Anon., 1995).

Derajat Substitusi

Hasil analisis derajat substitusi (DS) untuk semua perlakuan berkisar antara 0,74–1,14 dengan nilai terendah ditemukan pada perlakuan alkalinisasi menggunakan larutan NaOH 30% dan yang tertinggi pada perlakuan dengan larutan NaOH 60%. Nilai DS

diperoleh persamaan garis polynomial $Y = 0,0125X^2 + 0,0765X + 0,6425$ dengan nilai r^2 sebesar 0,9854. Dapat disimpulkan bahwa alkalinisasi selulosa sangat berpengaruh terhadap peningkatan derajat substitusi Na-CMC yang dihasilkan.

Nilai derajat substitusi yang dipersyaratkan dalam *Food Chemical Codex III* adalah tidak lebih dari 0,95 (Anon., 1981). Dengan demikian pemakaian konsentrasi sodium hidroksida 30% dan 40% pada tahap alkalinisasi memenuhi nilai derajat substitusi yang dipersyaratkan. Akan tetapi pada pemakaian sodium hidroksida 50% dan 60% (1,01 dan 1,14) dihasilkan derajat substitusi di atas nilai derajat



Gambar 4. Derajat substitusi Na-CMC.
Figure 4. Degree of substitution of Na-CMC.

cenderung meningkat dengan semakin tingginya pemakaian larutan NaOH selama proses alkalinisasi selulosa. Pada Gambar 4 dapat dilihat nilai DS untuk masing-masing perlakuan alkalinisasi selulosa.

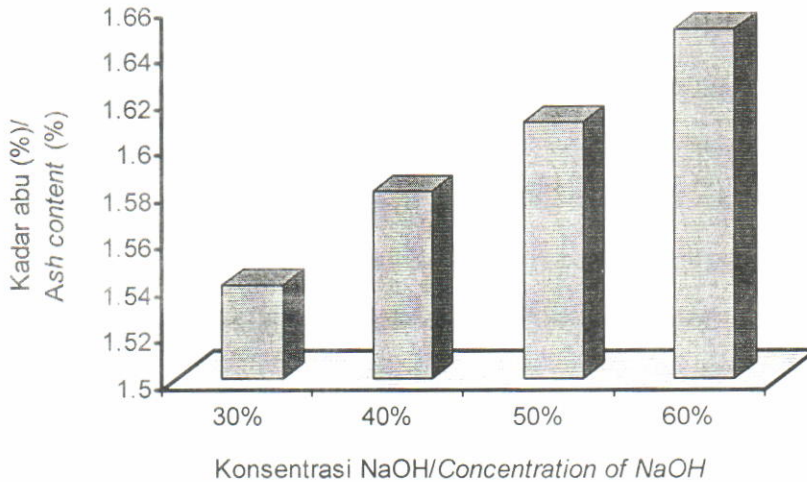
Derajat substitusi Na-CMC mengalami peningkatan dengan meningkatnya pemakaian konsentrasi sodium hidroksida pada tahap alkalinisasi, artinya semakin banyak gugus hidroksil pada unit anhidroglukosa yang tersubstitusikan oleh gugus karboksimetil. Terjadinya peningkatan nilai derajat substitusi ini diduga karena semakin tinggi pemakaian konsentrasi sodium hidroksida, semakin meningkat jumlah ion Na^+ melalui pemecahan ikatan -O dengan -H pada gugus hidroksil bebas dari selulosa, yaitu gugus hidroksil pada atom C_6 atau C_2 . Semakin banyak jumlah selulosa yang teralkalinisasi selama perendaman dalam larutan NaOH maka pada waktu proses eterifikasi dengan asam monokloro asetat mengakibatkan gugus karboksimetil menjadi lebih reaktif membentuk Na-CMC. Dari hasil uji korelasi

substitusi yang dipersyaratkan walaupun masih dalam batas nilai derajat substitusi Na-CMC komersial (0,4–1,2).

Kadar Abu

Kadar abu menunjukkan jumlah bahan anorganik (mineral) dalam suatu bahan yang tetap tinggal pada pembakaran senyawa-senyawa organik. Komponen-komponen tersebut biasanya terdiri dari kalsium, sodium, besi, magnesium, dan mangan. Hasil pengukuran kadar abu Na-CMC dapat dilihat pada Gambar 5.

Kadar abu Na-CMC pada penelitian ini berkisar antara 1,54–1,65%. Kadar abu terendah ditemukan pada perlakuan alkalinisasi selulosa menggunakan larutan NaOH 30% yaitu sebesar 1,54% dan tertinggi pada perlakuan alkalinisasi menggunakan larutan NaOH 60% yaitu sebesar 1,65%. Rata-rata kadar abu antar perlakuan sebesar 1,6% dengan standar deviasi



Gambar 5. Kadar abu Na-CMC.
Figure 5. Ash content of Na-CMC.

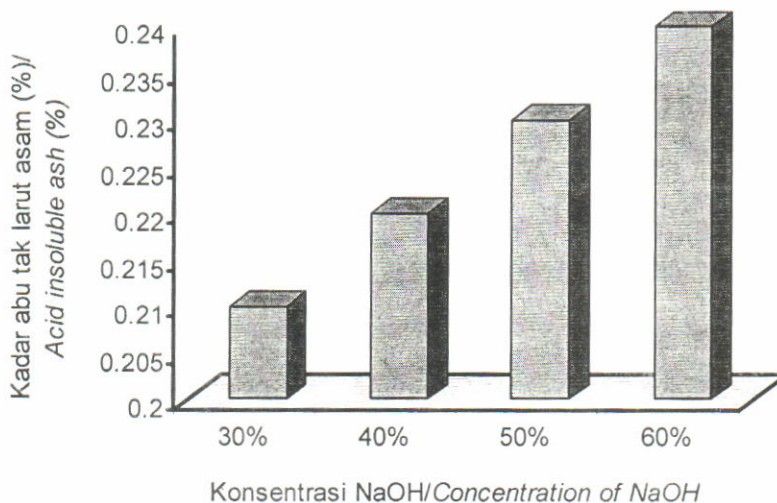
$\pm 0,035\%$. Dari hasil uji korelasi ditemukan persamaan garis linier $Y = 0,036X + 1,505$ dengan nilai r^2 sebesar $0,9969$ yang berarti ada hubungan perlakuan konsentrasi NaOH terhadap peningkatan kadar abu yakni semakin tinggi konsentrasi larutan NaOH yang diberikan meningkatkan kadar abu Na-CMC yang diperoleh. Semakin banyak Na^+ yang bereaksi dengan selulosa akan semakin tinggi pula sodium selulosa yang terbentuk. Na^+ merupakan ion yang reaktif terhadap zat-zat lain seperti gugus karboksimetil dari asam monokloro asetat. Na^+ merupakan mineral yang tidak hilang selama pembakaran pada suhu penentuan kadar abu oleh sebab itu peningkatan kadar abu Na-CMC yang dihasilkan sangat dipengaruhi oleh jumlah Na^+ yang bereaksi dengan selulosa membentuk selulosa alkali. Menurut Farmakope Indonesia edisi

IV (Anon., 1995) kadar abu di dalam suatu bahan yang dipergunakan untuk keperluan farmasi adalah tidak lebih dari 2%, dengan demikian kadar abu Na-CMC yang diperoleh ini masih memenuhi persyaratan yang ditetapkan dalam Farmakope Indonesia (Anon., 1995).

Kadar Abu Tak Larut Asam

Analisis kadar abu tak larut asam dilakukan untuk mengetahui jumlah atau kandungan mineral yang tidak larut dalam asam, seperti logam-logam berat. Hasil pengukuran kadar abu tak larut asam dari Na-CMC dapat dilihat pada Gambar 6.

Kadar abu tak larut asam pada semua perlakuan dalam pembuatan Na-CMC berkisar antara 0,21–0,24%. Nilai terendah pada perlakuan alkalinisasi



Gambar 6. Nilai kadar abu tak larut asam Na-CMC.
Figure 6. Acid insoluble ash content of Na-CMC.

selulosa menggunakan larutan NaOH 30% sebesar 0,21% dan tertinggi ditemukan pada perlakuan alkalinisasi selulosa menggunakan larutan NaOH 60% sebesar 0,24%. Hasil rata-rata nilai kadar abu tak larut asam antar perlakuan alkalinisasi selulosa menggunakan variasi larutan NaOH adalah sebesar 0,225% dengan standar deviasi sebesar 0,01, sedangkan dari hasil uji korelasi antar perlakuan ditemukan persamaan garis linier $Y = 0,01X + 0,2$ dengan nilai r^2 sebesar 1. Seperti halnya analisis kadar abu, nilai kadar abu tak larut asam yang dipersyaratkan dalam Farmakope Indonesia juga tidak boleh lebih dari 2%, dengan demikian kadar abu tak larut asam Na-CMC dari hasil penelitian ini masih memenuhi persyaratan.

KESIMPULAN DAN SARAN

Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan bahwa penggunaan larutan NaOH dari 30% hingga 60% memberikan pengaruh yang nyata terhadap produksi Na-CMC. Semakin tinggi larutan NaOH yang digunakan selama proses alkalinisasi selulosa telah menurunkan produksi Na-CMC. Kualitas Na-CMC yang terbaik ditemukan pada perlakuan penggunaan larutan NaOH 40% ditinjau dari kadar Na-CMC 8,8%, kelarutan 24,8 ml air per 1 g Na-CMC, nilai kekentalan 35 cPs, hasil 82,6% dan derajat substitusi 0,8.

Saran

Untuk meningkatkan rendemen Na-CMC yang diperoleh perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai pengaruh suhu dan waktu eterifikasi.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonymous. 1981. Committee on Codex Specifications. *Food Chemical Codex*. 3rd ed. National Academy Press, Washington DC. p. 550-1.
- Anonim. 1995. *Farmakope Indonesia. Edisi IV*. Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan. Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 175 pp.
- Anonymous. 2004. The Colombia Electronic, 6th ed Columbia University Press. <http://www.webelements.com>.
- Brandt, L., Hoechst, A.G. and Kalle, N. 2003. Cellulose Ethers. In Gerhartz, W. (ed.). *Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry*. (6): 699.
- Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Penerbit ITB. Bandung. p. 2-79.
- Dyess, S.E. and Emert, G.H. 1978. Cellulose, new source of chemicals. In McKetta, J.J. (ed.). *Encyclopedia of Chemical Processing and Design*. Vol. VII. New York: Marcel Dekker Inc. p 39-49.
- Fengel, D. and Wegner, G. 1984. *Wood, Chemistry, Ultrastructure, Reaction*. Walter de Gruyter. Berlin, New York. p. 39-511.
- Goplin, J.P. 2003. Bleaching of Highly Refined Cellulose. <http://www.cellulose.htm>.
- Klug, E.D. 1995. Cellulose Ethers. In Mark, H.F., Gaylord, N.G. and Bikales, N.M. (eds.). 2nd ed. *Encyclopedia of Polymer Science and Technology*. 3: 532.
- Manguiat, L.S., Sabularsesolidifying, V.C. and Sabularse, D.C. 2001. Development of carboxymethyl cellulose from nata de coco. *Asean Journal on Science Technology for Development*. 18(2): 85-87.
- Parker, S.P. 1992. *Cellulose*. McGraw-Hill Encyclopedia of Chemistry. 2nd ed. New York. p. 297-305.
- Wade, A. and Weller, P.J. 1994. *Handbook of Pharmaceutical Excipients* 2nd ed. The Pharmaceutical Press, London. p. 78-86.

