

CHARACTERIZATION OF CARBOXY METHYL CELLULOSE (CMC) FROM *Eichornia crassipes* (Mart) Solms

Karakterisasi Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Eceng Gondok (*Eichornia crassipes* (Mart) Solms)

Arum Wijayani*, Khoirul Ummah and Siti Tjahjani

Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Natural Sciences
State University of Surabaya, Surabaya

Received 25 February 2005; Accepted 28 April 2005

ABSTRACT

Carboxy Methyl Cellulose (CMC), a compound made made of eceng gondok has been implied for its characteristic by a constructive wet system, with media such as methanol, propanol and water. Four consecutive phases involving alkalization, carboxymethylation, neutralization and drainage were used in the making process of CMC. The first two process were prepared by reacting NaOH and $\text{ClCH}_2\text{COONa}$ with NaOH 22; 32.5; 39.2; 45.9 g and 20; 26; 32; 38 g $\text{ClCH}_2\text{COONa}$ respectively. Added acetic acid was used in the neutralization process, whilst drainage only involved heating in the oven. The overall result for each characteristic substitution degree, acidity; viscosity; contents of water concentration of NaCl and purity 0.4 – 0.85, 6.10 – 8.49, 3 – 10 cP, 3.57 – 19.4 %, 12.9 – 22.4 % and 77.96 – 87.09 % respectively. Based on the obtained characteristic, could be concluded that CMC is considered as a technical quality and can also be used as filler constituent in adhesive.

Keywords: CMC, alkalization, carboxymethylation

PENDAHULUAN

Karboksimetil selulosa atau *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) banyak digunakan pada berbagai industri seperti: detergen, cat, keramik, tekstil, kertas dan makanan. Fungsi CMC disini adalah sebagai pengental, penstabil emulsi atau suspensi dan bahan pengikat.

Eceng gondok, suatu gulma air yang mudah sekali tumbuh dan berkembang ternyata mempunyai kandungan selulosa cukup tinggi yakni 72,63% [1]. Hal ini sangat memungkinkan bahwa eceng gondok berpotensi sebagai bahan dasar pembuatan CMC sehingga memperluas pemanfaatannya disamping sebagai pupuk hijau, makanan ternak, kerajinan tangan, media jamur, biogas dan penyerap logam beracun.

Faktor utama yang perlu diperhatikan dalam pembuatan CMC adalah alkalisasi dan karboksimetilasi karena menentukan karakteristik CMC yang dihasilkan [2]. Alkalisasi dilakukan sebelum karboksimetilasi menggunakan NaOH, yang tujuannya mengaktifkan gugus-gugus OH pada molekul selulosa dan berfungsi sebagai pengembang. Mengembangkannya selulosa ini akan memudahkan difusi reagen karboksimetilasi. Pada proses karboksimetilasi digunakan reagen asam monokloroasetat atau natrium monokloroasetat dan

reagen ini biasanya digunakan dalam praktek. Jumlah natrium monokloroasetat yang digunakan akan berpengaruh terhadap substitusi dari unit anhidroglukosa pada selulosa [3]. Bertambahnya jumlah alkali yang digunakan akan mengakibatkan naiknya jumlah garam monokloroasetat yang terlarut, sehingga mempermudah dan mempercepat difusi garam monokloroasetat ke dalam pusat reaksi yaitu gugus hidroksi [4]. Mengingat peranan kedua reagen tersebut maka komposisi kedua reagen baik reagen alkalisasi maupun karboksimetilasi dalam proses ini sangat menentukan kualitas CMC yang dihasilkan. Seiring dengan perkembangan dunia industri, *Cellogen* [5] mengatakan bahwa banyak pabrik penghasil CMC yang mencantumkan harga derajat substitusi (DS), pH, dan viskositas sebagai karakteristik produknya. Standar Industri Indonesia [6] mencantumkan sembilan macam syarat mutu CMC masing-masing untuk mutu 1 dan mutu 2. Syarat yang harus dipenuhi sangat tergantung pada tujuan penggunaannya yakni untuk keperluan industri makanan atau bukan makanan.

Penelitian yang telah dilakukan bertujuan untuk membuat CMC dengan berbagai kombinasi jumlah reagen alkalisasi dan reagen karboksimetilasi, selanjutnya diperiksa karakteristiknya, meliputi : DS, pH, viskositas, kadar air,

* Corresponding author.

Email address : yanimegabudi@yahoo.com

kadar NaCl, dan kemurnian. DS sangat menentukan kelarutan CMC, Setiawan [2] mengatakan bahwa CMC dengan harga DS kurang dari 0,3 hanya larut dalam larutan alkali sedangkan harga DS sama dengan atau lebih dari 0,4 dapat larut dalam air. pH CMC menjadi pertimbangan dalam penggunaannya, seperti dijelaskan oleh Imersion [7] jika pH di bawah 1, larutan menjadi tidak homogen karena terbentuk endapan, sehingga untuk penggunaan di bidang industri, khususnya industri makanan, disarankan sifat CMC tidak terlalu asam. Dijelaskan selanjutnya bahwa larutan CMC 1% biasanya mempunyai pH 7,0 – 8,5 dan pada rentang 5 – 9 tidak terlalu berpengaruh terhadap viskositas CMC. Pada pH kurang dari 3 viskositas CMC bertambah karena terbentuknya *gel* yang sedikit larut, sedang pada pH di atas 10 viskositas CMC sedikit berkurang. Kadar air dalam CMC mempengaruhi daya tahan CMC karena adanya reaksi pembusukan secara kimia maupun mikrobiologi. Kadar NaCl berkaitan dengan kemurnian atau kadar CMC, dengan mengetahui kadar NaCl maka kemurnian dapat diketahui dan ini artinya semakin kecil kadar NaCl kemurnian makin besar. Terbentuknya NaCl ini karena adanya reaksi antara natrium monokloroasetat dengan alkali selulosa. Kadar CMC > 99,5% diklasifikasikan sebagai mutu 1 dan digunakan dalam industri makanan, obat-obatan dan kosmetik, sedangkan bila kurang dari harga tersebut digunakan dalam industri pertambangan atau petroleum.

METODE PENELITIAN

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi serbuk batang eceng gondok, propanol pa., metanol pa., akuades, larutan natrium hidroksida 30%, natrium monokloroasetat pa., larutan asam sulfat 0,1N, larutan buffer pH 7 dan asam etanoat pa.

Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : mesin penggiling, ayakan ukuran 100 *mesh*, neraca analitik Merk Sartorius, *oven* Merk Memmert, eksikator, seperangkat pengaduk Merk Heidolph, type RZR 1, labu leher tiga volume 1 L, corong kaca, gelas kimia, gelas ukur, corong Buchner dan pompa vakum serta tanur merek Heraeus.

Prosedur Kerja

Pembuatan CMC [8]

1. *Persiapan bahan, yakni pembuatan serbuk batang eceng gondok.*

Batang eceng gondok dikeringkan di udara terbuka kemudian digiling dan diayak dengan

ukuran 100 *mesh*. Selanjutnya ditentukan kadar airnya [6] dengan cara menimbang 2 gram (W_1) serbuk eceng gondok tersebut dalam botol timbang, dimasukkan kedalam *oven* selama 4 jam pada suhu 105 °C kemudian dimasukkan dalam eksikator dan ditimbang sampai berat tetap (W_2).

$$\text{Kadar air} = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100\%$$

2. *Proses alkalisasi dan karboksimetilasi.*

Dua puluh (20) gram berat kering serbuk eceng gondok dimasukkan kedalam labu leher 3 yang ditempatkan pada water *bath* kemudian ditambah 400 mL $\text{CH}_3\text{CHOHCH}_3$, 50 mL CH_3OH , 50 mL aquades dan diaduk selama 10 menit. Selanjutnya ditambahkan larutan NaOH 30 % (22 g NaOH) tetes demi tetes dan proses alkalisasi ini berlangsung selama 1 jam pada suhu 24 °C. Setelah selesai dilanjutkan proses karboksimetilasi dengan menambahkan $\text{ClCH}_2\text{COONa}$ sebanyak 20 g sedikit demi sedikit. Proses ini berlangsung selama 3,5 jam pada suhu 55 °C. Selama kedua proses ini berlangsung pengaduk tetap berputar.

3. *Proses netralisasi dan pengeringan.*

Setelah proses karboksimetilasi selesai, pengaduk dimatikan kemudian campuran ini dipindahkan kedalam gelas kimia dan diukur pHnya. Selanjutnya ditambah CH_3COOH sampai pH netral dan didekantasi. Residu yang didapatkan ditambah 200 mL CH_3OH dan diaduk kemudian disaring menggunakan pompa vakum. Akhirnya dibungkus dalam aluminium *foil* dikeringkan dalam *oven* selama 4 jam pada suhu 60 °C. CMC yang telah kering ini kemudian dihaluskan dan disimpan dalam tempat tertutup.

Penentuan Derajat Substitusi (DS) [5]

Sebelum derajat substitusi ditentukan perlu diketahui dahulu kadar air dari CMC tersebut, sehingga dalam penentuan derajat substitusi, didasarkan pada berat kering. Ditimbang 0,7 g (berat kering) CMC pada kertas saring dalam cawan, kemudian kertas berisi CMC dibungkus. Cawan berisi sampel CMC ini dimasukkan kedalam tanur selama 5 jam pada suhu 750 °C.

Setelah itu dipindahkan kedalam *oven* selama 12 jam pada suhu 100 °C dan kemudian dimasukkan kedalam eksikator selama 2 jam. Selanjutnya sampel diletakkan dalam gelas kimia, ditambah 35 mL H_2SO_4 0,1 N, 250 mL akuades dan kemudian dididihkan selama 30 menit. Sampel didinginkan ditambah indikator PP lalu dititrasi dengan NaOH 0,1 N sambil diaduk perlahan-lahan sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi berwarna merah muda.

Derajat Substitusi (DS) dihitung dengan cara:

$$DS = \frac{162xA}{10.000 - 80A}$$

$$A = \frac{af - bf_1}{\text{berat sampel kering (gram)}} - \text{kebasaaan}$$

atau

$$A = \frac{af - bf_1}{\text{berat sampel kering (gram)}} + \text{keasamaan}$$

Keterangan :

- a = volume H₂SO₄ 0,1 N yang digunakan
- f = faktor H₂SO₄ 0,1 N
- b = volume NaOH 0,1N yang diperlukan
- f₁ = faktor NaOH 0,1 N
- 162 = berat molekul selulosa
- 80 = peningkatan bersih berat molekul satuan anhidroglukosa untuk setiap satuan gugus CMC yang ditambahkan.
- 10.000 = rata-rata derajat polimerisasi selulosa.

Secara terpisah, kebasaaan atau keasamaan dari sampel diukur dengan cara berikut :

Ditimbang 1 g berat kering CMC dalam gelas kimia kemudian ditambahkan 5 mL H₂SO₄ 0,1 N dan 200 mL akuades dipanaskan selama 10 menit. Setelah dingin ditambah indikator PP dan dititrasi dengan NaOH 0,1 N (NaOH yang diperlukan = S mL).

Uji blanko (tanpa CMC) dilakukan pada saat yang sama (NaOH yang diperlukan = B mL). Selanjutnya dihitung kebasaaan atau keasamaan dengan rumus berikut :

$$\text{Kebasaaan (keasamaan)} = \frac{(B - S) \times f_1}{\text{berat sampel kering}}$$

Pengukuran pH larutan CMC 1%

Ditimbang 1 g berat kering CMC, ditambah 100 mL akuades kemudian dipanaskan sampai suhu 70 °C sambil diaduk sampai larut dan setelah dingin diukur pH-nya [6].

Pengukuran viskositas larutan CMC 2%

Ditimbang 4,4 g berat kering CMC dimasukkan dalam gelas kimia kemudian ditambah aquades yang banyaknya dihitung dengan rumus :

$$\text{mL aquades} = \frac{\text{berat sampel (gram)} \times (98 - \text{kadar air})}{2}$$

Setelah akuades dimasukkan, campuran dikocok selama 30 menit dan dituangkan kedalam gelas kimia. Viskometer dimasukkan kemudian diputar dengan kecepatan 30 rpm selama 3 menit selanjutnya dilakukan pembacaan skala [5].

Penentuan kadar NaCl

Ditimbang 1 g berat kering CMC dimasukkan ke dalam Erlenmeyer dan diencerkan dengan 200 mL aquades. Larutan ini kemudian dititrasi dengan AgNO₃ 0,1 N dan indikator K₂CrO₄ 5% [5].

$$\text{Kadar NaCl (\%)} = \frac{0,5845 \times f \times \text{vol AgNO}_3}{\text{berat sampel kering (gram)}}$$

Penentuan kemurnian CMC

Kemurnian CMC dihitung dengan cara berikut: Kemurnian = 100% - % NaCl [5].

HASIL DAN PEMBAHASAN

Berdasarkan hasil penelitian seperti pada Tabel 1 dan Tabel 2, ternyata pada penambahan NaOH 30% sebesar 22 g dan 32,5 g terjadi kenaikan derajat substitusi namun dengan penambahan berikutnya sebesar 39,2 g dan 45,9 g derajat substitusi mengalami penurunan. Menurut Ott & Spurlin [9] seharusnya penambahan NaOH akan menaikkan derajat substitusi, ini berarti penambahan NaOH sebesar 32,5 g telah mengembangkan selulosa secara maksimal. Jika NaOH yang ditambahkan lebih dari 32,5 g yaitu 39,2 g atau 45,9 g maka sisa NaOH bereaksi dengan ClCH₂COONa membentuk HOCH₂COONa (natrium glikolat) dan NaCl (natrium klorida) yang mengakibatkan turunnya derajat substitusi.

Tabel 1 Derajat substitusi (DS), pH dan viskositas (Vi) CMC (Pengaruh NaOH dan ClCH₂COONa)

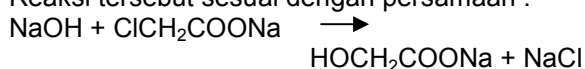
ClCH ₂ COONa (g)	NaOH (g)											
	22			32,5			39,8			45,9		
	DS	pH	Vi	DS	pH	Vi	DS	pH	Vi	DS	pH	Vi
20	0,40	8,02	3	0,54	7,72	6	0,50	7,94	7	0,48	8,00	8
26	0,44	8,49	3	0,82	8,03	7	0,64	6,83	8	0,62	7,00	9
32	0,48	7,45	4	0,83	7,50	8	0,73	6,45	8	0,71	6,98	10
38	0,53	6,10	5	0,85	6,38	9	0,75	6,13	9	0,74	6,40	10

Keterangan : DS = Derajat Substitusi; pH = pH larutan CMC 1%; Vi = Viskositas larutan CMC 2% (cP)

Tabel 2 Kadar air (x), kadar NaCl (y) dan kemurnian (z) CMC dalam % (Pengaruh NaOH dan CICH₂COONa)

CICH ₂ COONa (g)	NaOH (g)											
	22			32,5			39,2			45,9		
	X	Y	Z	X	Y	Z	X	Y	Z	X	Y	Z
20	3,57	12,90	87,09	4,49	16,68	83,32	12,23	13,73	86,27	4,89	13,02	86,98
26	4,86	15,72	84,28	5,96	19,53	80,47	19,14	16,12	83,88	15,92	15,79	84,21
32	10,88	15,84	84,16	13,14	20,25	79,75	6,85	19,78	80,22	6,51	19,46	80,54
38	10,50	15,90	84,09	14,52	22,04	77,96	9,46	21,85	78,15	10,66	21,61	78,39

Reaksi tersebut sesuai dengan persamaan :



Pada proses karboksimetilasi dengan penambahan CICH₂COONa, diperoleh derajat substitusi yang semakin bertambah seiring dengan bertambahnya CICH₂COONa dan mencapai maksimum pada kombinasi penambahan NaOH dan CICH₂COONa sebesar 32,5 gram dan 38 gram yakni 0,85. Ditinjau dari segi kualitas, semakin besar harga derajat substitusi maka kualitas CMC semakin baik karena berarti kelarutannya dalam air semakin besar. Berdasarkan standar yang berlaku, derajat substitusi berada pada kisaran harga antara 0,7 – 1,2 dan pH larutan 1% antara 6,0 – 8,0 dengan demikian hasil yang diperoleh ini bisa diterima [6]. Dilihat harga viskositasnya, pada kondisi yang sama dengan diatas diperoleh harga sebesar 9 cP, ini termasuk pada golongan CMC dengan viskositas rendah [10] yang dalam kaitannya dengan pH, CMC hasil penelitian sifatnya tidak terlalu asam. Sifat ini sangat disarankan agar viskositas tidak besar sehingga menjadi sulit bercampur akibat terbentuknya endapan [7].

Untuk kadar NaCl, ditinjau dari perubahan NaOH yang ditambahkan, terjadi perubahan sejalan dengan perubahan derajat substitusi. Jika ditinjau dari perubahan CICH₂COONa kadar NaCl semakin naik seiring dengan kenaikan CICH₂COONa, karena NaCl merupakan hasil samping reaksi pembentukan CMC akibat kelebihan reagen yang ditambahkan.

Kemurnian CMC hasil penelitian menunjukkan kenaikan pada penambahan NaOH tetapi mengalami penurunan bila CICH₂COONa semakin naik, ini akibat dari semakin banyaknya NaCl yang dihasilkan.

KESIMPULAN

Memperhatikan hasil keseluruhan, dapat disimpulkan bahwa CMC hasil penelitian ini masih perlu dikaji lagi sehingga kualitasnya menjadi lebih baik, meskipun syarat utama untuk CMC teknis telah dipenuhi. Penelitian selanjutnya disarankan terutama menganalisis natrium glikolat yang ada dalam CMC tersebut.

DAFTAR PUSTAKA

1. Joedibroto, R., 1983, *Berita Selulosa*, XIX, 3-7
2. Setiawan, Pramono dan Musyanti, 1990, *Berita Selulosa*, XXVI, 33-37
3. Pribadi, T., 1985, *Berita Selulosa*, XXI, 4, 135-140
4. Kentjana, Y.P., 1998, *Berita Selulosa*, XXXIV, 7-11
5. *Cellogen*, Sodium Carboxymethyl Cellulose, Dai-Ichi Kogyo Seiyaku Co. Ltd.
6. Natrium Karboksi Metil Selulosa (SCMC) Teknis, SII. 0674-82, Departemen Perindustrian Republik Indonesia, Jakarta
7. Imerson, A. (Ed)., 1992, *Thickening and Gelling Agent form Food*, Blackie Akademik & Professional, Glasgow
8. Kentjana, Y.P., 1996, *Berita Selulosa*, XXXII, 17-23
9. Ott and Spurlin, 1995, *Cellulose and Cellulose Derevative*, Vol 5, Part 2. Inter Science Publisher Inc. New York
10. Website : <http://www.china.com>