

**CHARACTERISTICS OF CARBOXIMETYL CELLULOSE FROM CASSAVA'S
ONGGOK ON VARIATIONS OF SODIUM HYDROXIDE AND
TRICHLOROACETIC ACID CONCENTRATIONS**

**KARAKTERISTIK KARBOKSIMETIL SELULOSA DARI ONGGOK SINGKONG
PADA VARIASI KONSENTRASI NATRIUM HIDROKSIDA DAN ASAM
TRIKLOROASETAT**

N.P. Mega Triasswari, I W. Arnata*, I.W.G. Sedana Yoga

Program Studi Teknologi Industri Pertanian, Fakultas Teknologi Pertanian, Universitas Udayana, Kampus
Bukit Jimbaran, Badung, Kode pos : 80361; Telp/Fax : (0361) 701801.

Diterima 12 Juli 2022 / Disetujui 3 Agustus 2022

ABSTRACT

Onggok is tapioca solid waste that contains high cellulose reach 15% to 30% but has not been used appropriately. This study aimed to determine the concentration of NaOH and TCA in producing the best CMC characteristics of onggok. The study used a factorial randomized block design. The first factor was the concentration of NaOH (15%; 30%; and 45%), and the second factor was the concentration of TCA (10%; 20%; and 30%). The observed variable included degree of substitution, yield, water content, NaCl content, and purity of CMC. The results showed that the concentration of NaOH and TCA significantly affected the degree of substitution, yield, water content, viscosity, and purity of CMC. The concentrations of 45% NaOH and 30% TCA produced the best CMC characteristics with yield, moisture content, degree of substitution, viscosity, and CMC purity of 1.13 ± 0.12 , $22.86 \pm 0.15\%$, $9.57 \pm 0.53\%$, 170.00 ± 10.00 cPs, and $99.14 \pm 0.40\%$, respectively.

Keywords : Carboxymethyl cellulose, onggok, alcalitation, carboxymethylation, NaOH, TCA.

ABSTRAK

Onggok merupakan limbah padat tapioka yang mengandung selulosa tinggi mencapai 15% sampai 30% namun belum dimanfaatkan secara tepat. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui konsentrasi NaOH dan TCA dalam menghasilkan karakteristik CMC onggok terbaik. Penelitian ini menggunakan rancangan acak kelompok faktorial. Faktor pertama adalah konsentrasi NaOH (15%; 30%; dan 45%), dan faktor kedua adalah konsentrasi TCA (10%; 20%; dan 30%). Variabel yang diamati meliputi derajat substitusi, rendemen, kadar air, kadar NaCl, dan kemurnian CMC. Hasil penelitian menunjukkan bahwa konsentrasi NaOH dan TCA berpengaruh nyata terhadap derajat substitusi, rendemen, kadar air, viskositas, dan kemurnian CMC. Konsentrasi NaOH 45% dan TCA 30% menghasilkan karakteristik CMC terbaik dengan rendemen, kadar air, derajat substitusi, viskositas, dan kemurnian CMC masing-masing sebesar $1,13 \pm 0,12$, $22,86 \pm 0,15\%$, $9,57 \pm 0,53\%$, $170,00 \pm 10,00$ cPs, dan $99,14 \pm 0,40\%$.

Kata kunci : Karboksimetil selulosa, onggok, alkalasi, karboksimetilasi, NaOH, TCA.

* Korespondensi Penulis:
Email: arnata@unud.ac.id

PENDAHULUAN

Onggok merupakan limbah dari industri tapioka yang berbentuk padat dan diperoleh dari proses ekstraksi pati yang mencapai 20-30% dari total bahan baku (Arnata *et al.*, 2021). Kandungan utama pada onggok adalah pati dan serat kasar yang mengandung selulosa. Selama ini, fraksi pati lebih banyak dimanfaatkan menjadi berbagai produk seperti bioethanol (Arnata *et al.*, 2021), bioplastik (Fibriyani, 2017) dan pakan ternak (K. Adhianto*, Muhtarudin, A. Husni, 2019). Namun fraksi selulosanya masih jarang dimanfaatkan. Salah satu potensi pemanfaatan selulosa adalah sebagai bahan baku *Carboxymethyl Cellulose* (CMC) (Nisa & Putri, 2014).

Carboxymethyl Cellulose (CMC) adalah derivat selulosa yang berantai lurus, panjang, larut dalam air, dan anionik polisakarida (Kamal, 2010). Karboksimetil selulosa merupakan hasil modifikasi selulosa dan banyak dimanfaatkan pada industri pangan, farmasi, tekstil dan kosmetik sebagai pengental, penstabil emulsi atau suspensi dan bahan pegikat (Wijaya *et al.*, 2014). Penggunaan CMC sebagai zat aditif makanan dan minuman mengalami peningkatan sekitar 553 kg/bulan, sehingga mempunyai potensi untuk dikembangkan.

Menurut Fadillah (Fadillah, 2018), proses pembentukan Na-CMC terdiri dari dua proses utama yaitu proses alkalisasi dan karboksimetilasi (esterifikasi). Kedua proses ini sangat berpengaruh terhadap karakteristik akhir dari CMC. Penelitian proses pembuatan CMC telah banyak dilakukan menggunakan berbagai macam bahan baku dari limbah atau hasil samping pertanian seperti tongkol jagung (Eriningsih *et al.*, 2011), kulit pisang (Ayuningtiyas & Dwi Desiyana, 2017), kulit durian (Safitri *et al.*, 2017), jerami padi (NURLAILA, 2021), serat nenas (Maulina *et al.*, 2019) dan kulit buah kakao (Nisa & Putri, 2014). Akan tetapi belum ada yang melakukan penelitian menggunakan limbah onggok sebagai bahan baku pembuatan CMC.

Konsentrasi NaOH pada proses alkalisasi sangat mempengaruhi karakteristik dari CMC yang dihasilkan. Kualitas karakteristik CMC harus sesuai dengan standar mutu berdasarkan SNI 06-3736-1995. Beberapa penelitian menyebutkan konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses alkalisasi yaitu sekitar 10% – 40% (Maulina *et al.*, 2019; Santoso *et al.*, 2018; Wijaya *et al.*, 2014). Disamping itu, konsentrasi TCA pada proses karboksimetilasi turut mempengaruhi karakteristik CMC yang dihasilkan. Pada penelitian Nisa dan Widya (Nisa & Putri, 2014) menunjukkan bahwa penambahan TCA 20% menghasilkan karakteristik CMC terbaik. Namun, pada penelitian Maulina (Maulina *et al.*, 2019) penambahan TCA dengan konsentrasi 50% terjadi penurunan nilai derajat substitusi pada CMC yang dihasilkan.

Hasil-hasil penelitian ini menunjukkan bahwa produksi CMC banyak dilakukan secara parsial hanya pada perlakuan alkalisasi atau hanya pada karboksimetilasinya, sehingga proses alkalisasi dan karboksimetilasi secara simultan perlu dilakukan. Selain itu, hasil penelitian tersebut juga menunjukkan bahwa produksi CMC dengan kondisi proses alkalisasi menggunakan konsentrasi NaOH dan proses karboksimetilasi menggunakan TCA pada berbagai jenis bahan sangat bervariasi dan menghasilkan karakteristik CMC yang bervariasi pula. Namun saat ini, kondisi optimal dari proses pembuatan CMC dengan bahan baku onggok pada konsentrasi NaOH dan TCA belum pernah dilaporkan, sehingga penelitian ini perlu dilakukan. Oleh sebab itu, penelitian ini bertujuan untuk menentukan konsentrasi NaOH dan TCA optimal yang menghasilkan karakteristik CMC terbaik.

METODE PENELITIAN

Bahan dan Alat

Onggok singkong kering yang diperoleh dari pabrik tapioca yang ada di Kabupaten Bogor, Jawa Barat. Bahan kimia yang digunakan yaitu NaOH padat (Asahi), Asam Trikloroasetat (Merck), H₂O₂

(Evonik), Aquades, Etanol 96% (Merck), Isopropanol (Merck), Asam Asetat 90%, NaCl (Asahi), Asam Nitrat 2M (Asahi), indikator PP, AgNO₃ (Merck), Metanol (Merck) dan lainnya.

Peralatan yang digunakan antara lain *waterbath* (CAPP), blender (Mito), ayakan 60 mesh (AMB), pemanas (Maspion), timbangan analitik (Ohaus), gelas beaker (IWAKI), oven (Memmert), *aluminium foil*, *crusher*, termometer, pH meter, kertas saring, buret, desikator, cawan, viscometer (Brookfield), erlenmeyer (IWAKI), dan lainnya.

Rancangan percobaan

Penelitian ini merupakan jenis penelitian percobaan yang menggunakan Rancangan Acak Kelompok (RAK) factorial dengan faktor I konsentrasi NaOH (N) dan faktor II konsentrasi TCA (T). Faktor konsentrasi NaOH terdiri dari 3 taraf yaitu 15% (N1), 30% (N2) dan 45% (N3) mengacu pada penelitian Maulina *et al.*, (2019). Faktor konsentrasi TCA terdiri dari 3 taraf yaitu 10% (T1), 20% (T2) dan 30% (T3) mengacu pada penelitian Nisa *et al.* (2014) dengan demikian diperoleh 9 kombinasi perlakuan. Masing-masing kombinasi perlakuan dikelompokkan menjadi 3 berdasarkan waktu proses sehingga diperoleh 27 unit perlakuan.

Pelaksanaan Penelitian

Isolasi Selulosa

Onggok singkong yang diperoleh dibersihkan dari kotoran dan benda asing lalu dicuci. Selanjutnya onggok dijemur dibawah sinar matahari dan dikeringkan menggunakan oven 50°C selama 2 jam hingga kering dengan kadar air 9% berwarna keabuan. Tepung onggok kering pertama dilakukan penghilangan lignin dengan cara delignifikasi menggunakan larutan NaOH 10% dengan perbandingan antara bahan dan pelarut (1:10) lalu dipanaskan dan diaduk pada suhu 95-100°C selama 1 jam (Ferdiansyah, 2016). Selanjutnya, serat onggok terdelignifikasi di *bleaching* menggunakan larutan H₂O₂ 30% (v/v) dengan perbandingan antara bahan dan pelarut adalah (1:10) dan dipanaskan pada suhu 90-95°C selama 1 jam. Selanjutnya dilakukan netralisasi dengan dicuci menggunakan aquades hingga pH netral lalu dikeringkan dan diperoleh serat selulosa. Serat selulosa kemudian dikeringkan kembali menggunakan oven pada suhu 50°C selama 12 jam hingga diperoleh kadar air <8% dan benar-benar kering (Nisa & Putri, 2014).

Pembuatan Karboksimetil Selulosa

Serat selulosa ditimbang sebanyak 5 gr dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer 250 mL, ditambahkan larutan isopropanol sebanyak 100 mL secara perlahan dengan perbandingan antara bahan dan pelarut adalah 1:20. Kemudian dilakukan proses alkalisasi dengan menambahkan larutan NaOH sesuai perlakuan (15%:30%:45%) sebanyak 20 mL sedikit demi sedikit sambil dihomogenkan (Maulina *et al.*, 2019). Proses Alkalisasi dilakukan selama 1 jam pada suhu 25°C. Selanjutnya dilakukan proses karboksimetilasi dengan menambahkan reagen asam trikloroasetat (20% dan 30%) sebanyak 20 mL sedikit demi sedikit (Nisa & Putri, 2014) dan dipanaskan menggunakan *waterbath* pada suhu 55°C selama 120 menit (Dimawarnita *et al.*, 2019). Setelah karboksimetilasi selesai, sampel direndam dengan etanol 96% sebanyak 100 mL selama 24 jam. Selanjutnya campuran dinetralkan dengan menambahkan asam asetat 90% sampai pH 7 sebanyak 100 mL. Campuran disaring kembali, lalu fraksi padat yang diperoleh dikeringkan pada suhu 70 °C selama 24 jam. Fraksi padat kemudian diblender dan diayak dengan ayakan 60 mesh. CMC yang diperoleh lalu dianalisa (Ferdiansyah, 2016).

Variabel yang Diamati

Penentuan variabel pengamatan mengikuti standar mutu SNI 06-3736-1995. Berdasarkan standar

tersebut terdapat 5 variabel yang dianalisis meliputi derajat substitusi, rendemen, kadar air, viskositas, dan kemurnian CMC

HASIL DAN PEMBAHASAN

Derajat Substitusi

Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa interaksi antara konsentrasi NaOH pada proses alkalisasi dengan konsentrasi TCA pada proses karboksimetilasi CMC menunjukkan berpengaruh sangat nyata ($p < 0.01$) terhadap nilai Derajat Substitusi (DS) CMC ongkok singkong. Nilai rata-rata nilai DS CMC ongkok singkong dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Nilai rata-rata Derajat Substitusi CMC ongkok singkong

| Konsentrasi TCA (%) | Konsentrasi NaOH (%) | | |
|---------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| | 15 | 30 | 45 |
| 10 | 0.61±0.1 ^e | 0.76±0.06 ^{cd} | 0.92±0.09 ^b |
| 20 | 0.59±0.06 ^e | 0.68±0.05 ^{de} | 1.00±0.14 ^{ab} |
| 30 | 0.67±0.04 ^{de} | 0.88±0.05 ^{bc} | 1.13±0.12 ^a |

Keterangan: huruf yang berbeda dibelakang nilai rata-rata menunjukkan perbedaan yang nyata pada taraf kesalahan 5% ($p < 0.05$) dengan uji Duncan

Hasil data pada Tabel 1 menunjukkan bahwa nilai rata-rata DS CMC ongkok singkong tertinggi diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 45% dengan konsentrasi TCA 30% yaitu 1.13±0.12 yang tidak berbeda nyata dengan perlakuan pada konsentrasi NaOH 45% dengan TCA 20%. Hasil nilai DS CMC ongkok singkong terendah diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 15% dengan konsentrasi TCA 20% yaitu 0.59±0.06 yang tidak berbeda nyata dengan perlakuan kombinasi konsentrasi NaOH 15% dengan TCA 10%. Hasil ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH dan TCA yang ditambahkan dapat menyebabkan peningkatan nilai DS pada CMC ongkok singkong. Hal ini disebabkan oleh peningkatan konsentrasi NaOH dan konsentrasi TCA yang digunakan dapat memudahkan masuknya reagen TCA akibat dari pengembangan selulosa yang maksimal oleh NaOH sehingga dapat meningkatkan nilai derajat substitusi yang berpengaruh terhadap variabel lain yaitu kadar air, viskositas, kadar NaCl, kemurnian serta rendemen CMC (Ayuningtiyas & Dwi Desiyana, 2017; Fadillah, 2018; Singh & Singh, 2013). Menurut Nisa dan Putri (Nisa & Putri, 2014) melaporkan bahwa nilai DS berbanding lurus dengan nilai kadar air dan viskositas CMC Akan tetapi, menurut Zhang (Zhang *et al.*, 1993) pada proses alkalisasi terdapat titik kritis konsentrasi NaOH jika selulosa telah mengembang maksimal, sehingga peningkatan konsentrasi NaOH akan mengakibatkan penurunan DS akibat dari NaOH dan TCA akan bereaksi menghasilkan produk samping berupa natrium glikolat dan garam.

Berdasarkan syarat Standar Mutu SNI, nilai DS yang ditetapkan untuk produk CMC adalah 0.7-1.2. Dari keseluruhan variasi CMC ongkok singkong telah memenuhi syarat standar nilai DS sesuai dengan SNI, namun terdapat 3 variasi yang belum memenuhi standar yaitu pada perlakuan kombinasi konsentrasi NaOH 15% dengan konsentrasi TCA (10, 20, dan 30)% dengan nilai DS < 0.7. DS merupakan salah satu variabel penting dalam menentukan kualitas karakteristik CMC yang terkonfirmasi pada Tabel 2 sampai Tabel 6. Apabila dibandingkan dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Safitri (Safitri *et al.*, 2017) yaitu pembuatan CMC dari kulit durian menghasilkan nilai derajat substitusi terbaik 1.17 sehingga hasil CMC ongkok singkong terbaik tidak berbeda jauh dengan hasil penelitian tersebut.

Rendemen CMC

Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa interaksi antara konsentrasi NaOH pada proses alkalisasi dengan konsentrasi TCA pada proses karboksimetilasi berpengaruh sangat nyata ($p < 0.01$) terhadap rendemen karboksimetil selulosa (CMC) dari ongkok singkong. Nilai rata-rata rendemen CMC ongkok singkong dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Nilai rata-rata rendemen(%) CMC ongkok singkong

| Konsentrasi TCA (%) | Konsentrasi NaOH (%) | | |
|---------------------|-------------------------|--------------------------|-------------------------|
| | 15 | 30 | 45 |
| 10 | 19.04±0.51 ^g | 19.91±0.63 ^{ef} | 19.41±0.63 ^f |
| 20 | 20.03±0.21 ^e | 20.08±0.48 ^e | 20.37±0.53 ^d |
| 30 | 20.96±0.13 ^c | 21.23±0.22 ^b | 22.86±0.15 ^a |

Keterangan: huruf yang berbeda dibelakang nilai rata-rata menunjukkan perbedaan yang nyata pada taraf kesalahan 5% ($p < 0.05$) dengan uji Duncan

Hasil pada Tabel 2 menunjukkan adanya peningkatan nilai rendemen pada setiap kenaikan konsentrasi NaOH dan TCA pada proses alkalisasi dan karboksimetilasi. Nilai rata-rata rendemen CMC tertinggi diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 45% dengan TCA 30% yaitu sebesar 22.86±0.15% yang berbeda nyata dengan perlakuan lainnya. Nilai rendemen yang terendah diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 15% dengan TCA 10% yaitu sebesar 19.04±0.51% yang berbeda nyata dengan perlakuan lainnya. Hasil ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH dan TCA menyebabkan peningkatan nilai rendemen CMC ongkok singkong. Hal ini disebabkan, semakin tinggi konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses alkalisasi akan memudahkan terjadinya substitusi TCA ke dalam gugus OH, sehingga semakin banyak TCA yang tersubstitusi akan meningkatkan rendemen CMC.

Hasil penelitian ini serupa dengan pembuatan CMC kulit pisang raja yang dilakukan oleh Purba (Purba, 2018) dengan hasil rendemen tertinggi yaitu 192% dan pembuatan CMC serabut siwalan (Azami, 2021) dengan hasil rendemen tertinggi yaitu 174.11%. Hasil rendemen CMC ongkok singkong masih lebih rendah dari hasil penelitian tersebut. Hasil penelitian tersebut menggunakan senyawa monokloroasetat (MCA) pada proses pembuatan CMC sehingga apabila dibandingkan dengan senyawa trikloroasetat (TCA), senyawa MCA memiliki kereaktifan lebih tinggi daripada senyawa TCA (Rahim *et al.*, 2021; Safitri *et al.*, 2017) akibatnya rendemen CMC yang dihasilkan menggunakan TCA menjadi lebih rendah. Meningkatnya jumlah konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses alkalisasi akan mengakibatkan semakin banyak TCA yang terlarut, sehingga mempermudah terjadinya difusi ke dalam gugus-gugus hidroksil yang menyebabkan peningkatan massa rendemen CMC (Candido & Gonçalves, 2016).

Kadar Air

Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa interaksi antara konsentrasi NaOH pada proses alkalisasi dengan konsentrasi TCA pada proses karboksimetilasi CMC menunjukkan berpengaruh sangat nyata ($p < 0.01$) terhadap nilai kadar air CMC ongkok singkong. Nilai rata-rata kadar air CMC ongkok singkong dapat dilihat pada Tabel 3

Tabel 3. Nilai rata-rata kadar air(%) CMC ongkok singkong

| Konsentrasi TCA (%) | Konsentrasi NaOH (%) | | |
|---------------------|-------------------------|--------------------------|-------------------------|
| | 15 | 30 | 45 |
| 10 | 6.72±0.33 ^e | 7.50±0.15 ^{cde} | 7.68±0.66 ^{cd} |
| 20 | 6.95±0.70 ^{de} | 8.15±0.72 ^{bc} | 9.05±0.26 ^a |
| 30 | 7.70±0.26 ^{cd} | 8.83±0.06 ^{ab} | 9.57±0.53 ^a |

Keterangan: huruf yang berbeda dibelakang nilai rata-rata menunjukkan perbedaan yang nyata pada taraf kesalahan 5% ($p < 0.05$) dengan uji Duncan

Hasil pada Tabel 3 menunjukkan nilai rata-rata kadar air CMC ongkok singkong tertinggi diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 45% dengan konsentrasi TCA 30% yaitu 9.57±0.53% yang tidak berbeda nyata dengan perlakuan konsentrasi NaOH 45% dengan TCA 20% serta perlakuan konsentrasi NaOH 30% dengan TCA 30%. Hasil kadar air CMC ongkok singkong terendah diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 15% dengan konsentrasi TCA 10% yaitu 6.72±0.33% yang berbeda nyata dengan perlakuan lainnya. Hasil ini menunjukkan semakin tinggi konsentrasi NaOH dan TCA yang ditambahkan dapat meningkatkan kadar air pada CMC ongkok singkong. Hal ini dikarenakan adanya peningkatan reaksi derajat substitusi pada konsentrasi NaOH dan TCA yang semakin meningkat, sehingga CMC semakin mudah mengikat air [6], [20] hal tersebut terkonfirmasi pada Tabel 1. Menurut Ferdiansyah (Ferdiansyah, 2016), pada proses alkalisasi selulosa terjadi pembentukan produk samping berupa air yang dapat mempengaruhi tingkat kadar air CMC.

Berdasarkan syarat Standar Mutu SNI, kadar air yang ditetapkan untuk produk CMC adalah <10%. Seluruh variasi CMC ongkok singkong telah memenuhi syarat standar kadar air sesuai dengan SNI yaitu <10%. Kadar air berpengaruh terhadap sifat alir dan daya simpan CMC, sehingga semakin tinggi kadar air suatu produk maka umur simpannya menjadi tidak terlalu panjang (Ferdiansyah, 2016). Hasil penelitian ini serupa dengan Nisa dan Widya [6] pada pembuatan CMC dari kulit pisang kepok yang menghasilkan nilai kadar air terbaik yaitu 13,51%. Nilai kadar air CMC ongkok singkong lebih rendah daripada CMC kulit pisang kepok.

Viskositas

Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa interaksi antara konsentrasi NaOH pada proses alkalisasi dengan konsentrasi TCA pada proses karboksimetilasi CMC menunjukkan berpengaruh sangat nyata ($p < 0.01$) terhadap nilai viskositas larutan 1% CMC ongkok singkong. Nilai rata-rata viskositas CMC ongkok singkong dapat dilihat pada Tabel 4

Tabel 4. Nilai rata-rata viskositas(cP) CMC ongkok singkong

| Konsentrasi TCA (%) | Konsentrasi NaOH (%) | | |
|---------------------|-------------------------|---------------------------|---------------------------|
| | 15 | 30 | 45 |
| 10 | 53.33±5.77 ^f | 80.00±0.00 ^{de} | 100.00±0.00 ^c |
| 20 | 36.67±5.77 ^e | 90.00±10.00 ^{cd} | 143.33±5.77 ^b |
| 30 | 70.00±0.00 ^e | 93.33±5.77 ^c | 170.00±10.00 ^a |

Keterangan: huruf yang berbeda dibelakang nilai rata-rata menunjukkan perbedaan yang nyata pada taraf kesalahan 5% ($p < 0.05$) dengan uji Duncan

Hasil pada Tabel 4 menunjukkan bahwa nilai rata-rata viskositas larutan CMC ongkok singkong terbaik diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 45% dengan konsentrasi TCA 30% yaitu 170.00±10.00cPs yang berbeda nyata dengan perlakuan lainnya. Hasil nilai viskositas CMC ongkok singkong terendah diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 15% dengan konsentrasi TCA 20% yaitu 36.67±5.77cPs yang berbeda nyata dengan perlakuan lainnya. Hasil ini menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi NaOH dan TCA yang ditambahkan akan meningkatkan nilai viskositas CMC ongkok singkong. Hal ini disebabkan oleh reaksi substitusi gugus metil reagen TCA pada proses karboksimetilasi sehingga senyawa menjadi lebih reaktif terhadap air, semakin panjang rantai

selulosa yang terikat akan meningkatkan kemampuan CMC dalam mengikat air yang dapat meningkatkan nilai viskositasnya (Nurviqah, 2019).

Nilai viskositas seluruh varian CMC onggok singkong memiliki nilai lebih tinggi dibandingkan dengan hasil penelitian CMC dari pelepah kelapa sawit yang dilakukan oleh Silsia (Silsia *et al.*, 2018) yaitu 7.8 cps, namun lebih rendah dari nilai viskositas CMC eceng gondok yang dilakukan oleh Pitaloka (Wijaya *et al.*, 2014) yaitu 302 cps. Berdasarkan syarat Standar Mutu SNI, nilai viskositas yang ditetapkan untuk produk CMC adalah >26 cPs. Seluruh variasi CMC onggok singkong telah memenuhi syarat standar nilai viskositas sesuai dengan SNI yaitu >26 cps. Viskositas merupakan salah satu syarat mutu yang harus dipenuhi oleh CMC yang dihasilkan. Nilai DS erat kaitannya dengan nilai viskositas, semakin tinggi nilai DS maka akan semakin tinggi pula nilai viskositasnya yang terkonfirmasi pada Tabel 1. Viskositas larutan CMC berhubungan dengan kemampuan CMC dalam megikat air yang dapat dilihat melalui nilai DS nya (Wekridhany, 2012).

Kemurnian

Hasil analisis sidik ragam menunjukkan bahwa interaksi antara konsentrasi NaOH pada proses alkalisasi dan konsentrasi TCA pada proses karboksimetilasi CMC menunjukkan berpengaruh sangat nyata ($p < 0.01$) terhadap nilai kemurnian CMC onggok singkong. Nilai rata-rata kemurnian CMC onggok singkong dapat dilihat pada Tabel 5

Tabel 5. Nilai rata-rata kemurnian(%) CMC onggok singkong

| Konsentrasi TCA (%) | Konsentrasi NaOH (%) | | |
|---------------------|-------------------------|-------------------------|-------------------------|
| | 15 | 30 | 45 |
| 10 | 88.96±0.76 ^f | 95.33±0.69 ^c | 96.92±1.10 ^b |
| 20 | 92.46±0.93 ^e | 96.63±0.55 ^b | 98.93±0.25 ^a |
| 30 | 93.97±0.73 ^d | 96.87±0.59 ^b | 99.14±0.40 ^a |

Keterangan: huruf yang berbeda dibelakang nilai rata-rata menunjukkan perbedaan yang nyata pada taraf kesalahan 5% ($p < 0.05$) dengan uji Duncan

Hasil pada Tabel 6 menunjukkan nilai rata-rata kemurnian dari CMC onggok singkong tertinggi diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 45% dengan konsentrasi TCA 30% yaitu 99.14±0.40% yang tidak berbeda nyata dengan perlakuan kombinasi konsentrasi NaOH 45% dengan TCA 20%. Hasil kemurnian CMC onggok singkong terendah diperoleh pada kombinasi konsentrasi NaOH 15% dengan konsentrasi TCA 10% yaitu 88.96±0.76% yang berbeda nyata dengan perlakuan lainnya. Kemurnian CMC onggok singkong hasil penelitian menunjukkan adanya kenaikan seiring dengan bertambahnya konsentrasi NaOH dan TCA. Wijayani (Wijayani *et al.*, 2010) menyebutkan bahwa penambahan NaOH pada saat proses alkalisasi akan memaksimalkan pengaktifan gugus -OH pada selulosa, sehingga proses substitusi reagen TCA menjadi lebih maksimal. Nilai kemurnian CMC onggok singkong pada penelitian ini masih lebih tinggi bila dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Dimawarmita (Dimawarnita *et al.*, 2019) yang membuat CMC dari tandan kosong kelapa sawit dengan nilai presentase kemurnian terbaik yaitu 95.24%.

Berdasarkan syarat Standar Mutu SNI, nilai kemurnian yang ditetapkan untuk produk CMC adalah >99.6% untuk standar mutu I dan >65% untuk standar mutu II. Hasil nilai kemurnian dari keseluruhan sampel penelitian CMC onggok singkong telah memenuhi syarat standar mutu II SNI yaitu >65%. Kemurnian berkaitan dengan jumlah kadar NaCl yang terkandung di dalam CMC. Semakin tinggi kemurnian artinya semakin sedikit kadar NaCl yang terkandung di dalamnya. Kemurnian dari CMC dipengaruhi oleh banyaknya produk samping yang dihasilkan pada proses sintesis CMC (Silsia *et al.*, 2018). Hal ini dikarenakan kadar NaCl sangat berpengaruh pada kemurnian CMC karena semakin tinggi kadar NaCl maka semakin rendah kemurnian CMC yang dihasilkan (Jia *et al.*, 2016; Maulina

et al., 2019). Hal tersebut disebabkan oleh efektivitas substitusi gugus -OH dari reaksi karboksimetilasi yang terjadi pada Na-selulosa oleh reagen TCA (Eriningsih *et al.*, 2011). Akan tetapi menurut Purba (Purba, 2018) kemurnian akan menurun apabila konsentrasi TCA semakin tinggi. Hal ini diakibatkan oleh TCA telah tersubstitusi secara maksimal pada Na-selulosa sehingga sisa reagen TCA akan membentuk produk samping yaitu NaCl dan asam glikolat yang menyebabkan presentase kemurniannya menurun.

KESIMPULAN

Kesimpulan

Proses alkalisasi dan karboksimetilasi merupakan tahapan yang sangat penting pada proses produksi CMC dari onggok singkong. Konsentrasi NaOH dan TCA optimal dalam proses produksi CMC dari onggok yang terbaik adalah berturut-turut 45% dan 30%. Dengan kondisi tersebut rendemen CMC yang dihasilkan adalah $(22.86 \pm 0.15)\%$ dengan karakteristik kadar air, derajat substitusi, viskositas, kadar NaCl dan kemurnian CMC berturut-turut sebesar $9.57 \pm 0.53\%$, 1.13 ± 0.12 , 170.00 ± 10.00 cPs, dan $99.14 \pm 0.40\%$.

Saran

Penelitian selanjutnya dapat dikembangkan penggunaan MCA pada proses karboksimetilasi untuk meningkatkan rendemen dan kualitas CMC dari onggok singkong.

DAFTAR PUSTAKA

- Arnata, I. W., Gunam, I. B. W., Anggreni, A. A. M. D., Wijaya, I. M. M., & Sartika, D. (2021). Utilization of solid tapioca waste for bioethanol production by co-fermentation of baker's and tapai yeast. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, 724(1).
- Ayuningtiyas, S., & Dwi Desiyana, F. (2017). Pembuatan Karboksimetil Selulosa Dari Kulit Pisang Kepok Dengan Variasi Konsentrasi Natrium Hidroksida, Natrium Monokloroasetat, Temperatur Dan Waktu Reaksi Synthesis of Carboxymethyl Cellulose From Banana Peel With Variations of Sodium Hydroxide and Sodi. *Jurnal Teknik Kimia USU*, 6(3), 47–51.
- Azami, Y. I. N. (2021). OPTIMALISASI SERABUT SIWALAN (BORASSUS FABELLIFER L) SEBAGAI BAHAN BAKU SODIUM CARBOXYMETHYL CELLULOSE (CMC-Na) MENGGUNAKAN VARIASI KONSENTRASI NATRIUM HIDROKSIDA (NaOH) SKRIPSI. *Skripsi*, 6.
- Candido, R. G., & Gonçalves, A. R. (2016). Synthesis of cellulose acetate and carboxymethylcellulose from sugarcane straw. *Carbohydrate Polymers*, 152, 679–686.
- Dimawarnita, F., Panji, T., & Faramitha, Y. (2019). Peningkatan kemurnian selulosa dan karboksimetil selulosa (CMC) hasil konversi limbah TKKS melalui perlakuan NaOH 12%. *E-Journal Menara Perkebunan*, 87(2), 95–103.
- Eriningsih, R., Yulina, R., & Mutia, T. (2011). Pembuatan Karboksimetil Selulosa Dari Limbah Tongkol Jagung Untuk Pengental Pada Proses Pencapan Tekstil. *Arena Tekstil*, 26(2), 105–113.
- Fadillah, N. (2018). Pembuatan Natrium Karboksimetil Selulosa (Na-Cmc) Dari Kulit Kapuk Randu (Ceiba Pentandra L. Gaertn) Dengan Variasi Konsentrasi Asam Trikloroasetat Dan Suhu. *Skripsi*.
- Ferdiansyah, M. (2016). Kajian Karakteristik Karboksimetil Selulosa (Cmc) Dari Pelepah Kelapa Sawit Sebagai Upaya Diversifikasi Bahan Tambahan Pangan Yang Halal. *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan*, 5(4), 136–139.

- Fibriyani, D. (2017). Pengolahan Onggok Singkong Sebagai Plastik Biodegradable Menggunakan Plasticizer Gliserin Dari Minyak Jelantah. *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan*, 6(2), 74–77.
- Jia, F., Liu, H., & Zhang, G. (2016). Preparation of Carboxymethyl Cellulose from Corn cob. *Procedia Environmental Sciences*, 31, 98–102.
- K. Adhianto*, Muhtarudin, A. Husni, M. F. Z. (2019). Pengaruh Pemberian Limbah Singkong Terfermentasi Dan Mineral Mikro Organik Dalam Ransum Terhadap Penampilan Kambing Effect of Fermented Cassava Waste And Organic Micro Minerals In Rations Against Performance of Goats. *Sains Perternakan*, 17(2), 12–16.
- Kamal, N. (2010). Pengaruh Bahan Aditif Cmc (Carboxyl Methyl Cellulose) Terhadap Beberapa Parameter Pada Larutan Sukrosa. *Jurnal Teknologi*, 1(17), 78–85.
- Maulina, Z., Adriana, A., & Rihayat, T. (2019). PENGARUH VARIASI KONSENTRASI NaOH DAN BERAT NATRIUM MONOKLOROASETAT PADA PEMBUATAN (Carboxymethyl Cellulose) CMC DARI SERAT DAUN NENAS (Pineapple-leaf fibres). *Jurnal Sains Dan Teknologi Reaksi*, 17(2).
- Nisa, D., & Putri, W. D. R. (2014). Pemanfaatan Selulosa Dari Kulit Buah Kakao (Teobroma cacao L .) Sebagai Bahan Baku Pembuatan CMC (Carboxymethyl Cellulose) Cellulose Utilization in Cacao Pod Husk (Theobroma cacao L .) as Raw Material for CMC (carboxymethyl cellulose) Synthesis. *Jurnal Pangan Dan Agroindustri*, 2(3), 34–42.
- NURLAILA, R. (2021). Pemanfaatan Jerami Padi (Oryza Sativa L.) Sebagai Bahan Baku Dalam Pembuatan CMC (Carboximetil Cellulose). *Jurnal Rekayasa Proses*, 15(2), 194.
- Nurviqah, C. (2019). Pembuatan Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Selulosa Kulit Nangka Muda (Artocarpus heterophyllus) dan Aplikasinya Pada Pembuatan Selai Nanas (Ananas comosus). *Skripsi, Cmc*.
- Purba, M. P. (2018). SINTESIS DAN KARAKTERISASI CMC (CARBOXYMETHYL CELLULOSE) DARI SELULOSA BATANG PISANG RAJA (Musa paradisiaca) DENGAN VARIASI NATRIUM MONOKLOROASETAT. *Skripsi*.
- Rahim, E. A., Turumi, G. S., & Bahri, S. (2021). Pemanfaatan Selulosa dari Rumput Gajah (Pennisetum purpureum) pada Sintesis Karboksimetil Selulosa (CMC) [Utilization of Cellulose from Pennisetum purpureum at The Synthesis of Carboxy Methyl Cellulose (CMC)]. *KOVALEN: Jurnal Riset Kimia*, 7(2), 146–153.
- Safitri, D., Abdul Rahim, E., & Sikanna, R. (2017). SINTESIS KARBOKSIMETIL SELULOSA (CMC) DARI SELULOSA KULIT DURIAN (Durio zibethinus) [Synthesis of Carboxymethyl Cellulose (CMS) of Durian Peel (Durio Zibethinus) Cellulose]. *Kovalen*, 3(1), 58–68.
- Santoso, S. P., Sanjaya, N., & Ayucitra, A. (2018). Pemanfaatan kulit singkong sebagai bahan baku pembuatan Natrium Karbosimetil Selulosa. *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, 11(3), 124.
- Silsia, D., Efendi, Z., & Timotius, F. (2018). Characterization of Carboxymethyl Cellulose (Cmc) From Palm Midrib. *Jurnal Agroindustri*, 8(1), 53–61.
- Singh, R. K., & Singh, A. K. (2013). Optimization of reaction conditions for preparing carboxymethyl cellulose from corn cobic agricultural waste. *Waste and Biomass Valorization*, 4(1), 129–137.
- Wekridhany. (2012). Pengaruh Rasio Selulosa / NaOH pada Tahap Alkalinisasi Terhadap Produksi Natrium. *Jurusan Teknik, Fakultas Teknik, Universitas Bandar Lampung*, 978.
- Wijaya, S. M., Pitaloka, A. B., & Saputra, A. H. (2014). Sintesis dan Karakterisasi Carboxymethyl Cellulose (CMC) dari Selulosa Eceng Gondok (Eichhornia crassipes) dengan Media Reaksi Isopropanol Etanol. *International Conference on Advance Material and Practical Nanotechnology (ICAMPN)*, 3(1), 1–11.

- Wijayani, A., Ummah, K., & Tjahjani, S. (2010). CHARACTERIZATION OF CARBOXY METHYL CELLULOSE (CMC) FROM *Eichornia crassipes* (Mart) Solms. *Indonesian Journal of Chemistry*, 5(3), 228–231. <https://doi.org/10.22146/ijc.21795>
- Zhang, J., Li, D., Zhang, X., & Shi, Y. (1993). Solvent effect on carboxymethylation of cellulose. *Journal of Applied Polymer Science*, 49(4), 741–746.