

Peningkatan kemurnian selulosa dan karboksimetil selulosa (CMC) hasil konversi limbah TKKS melalui perlakuan NaOH 12%

The purity improvement of cellulose and carboxymethyl cellulose (CMC) from the conversion of OPEFB waste using NaOH 12% treatment

Firda DIMAWARNITA*), Yora FARAMITHA & TRI-PANJI

Pusat Penelitian Bioteknologi dan Bioindustri Indonesia, Jl. Taman Kencana 1, Bogor 16128, Indonesia.

Diterima tgl 9 Juli 2019 / disetujui tgl 6 Oktober 2019

Abstract

Carboxymethyl cellulose (CMC) is a versatile additive whose needs are fulfilled by imports. This becomes an opportunity to develop local CMC products. CMC can be synthesized from the cellulose of oil palm empty fruit bunches (OPEFB). The use of OPEFB as a mixed ingredient of oyster mushroom growing media (baglog) could help the delignification process of OPEFB. Cellulose purified from baglog OPEFB waste using NaOH 10% treatment only produced α -cellulose 80.2% which then being converted to CMC with the purity of 73.4%. Low purity of this CMC did not meet the standard for food-grade which requires purity above 99.5%. This study aimed to improve the purity of cellulose from baglog OPEFB waste by using NaOH 12% treatment. In this way, the purity of the resulting CMC would be expected higher. The resulting CMC product was observed using SEM, FTIR and XRD. The result showed that α -cellulose obtained increased to 84.54% by using 12% NaOH treatment. The resulting CMC had a higher purity level (95.24%). Efforts to increase the degree of substitution and viscosity are still needed to achieve specifications that meet the quality standards of SNI. FTIR and XRD results showed that the characteristics of CMC produced from baglog OPEFB waste were close to commercial CMC as indicated by their functional groups and degree of crystallinity.

[Keywords: FTIR, white oyster mushroom, baglog waste, OPEFB, XRD]

Abstrak

Karboksimetil selulosa (CMC) merupakan zat aditif serbaguna yang kebutuhannya masih dipenuhi melalui impor. Hal ini menjadi peluang untuk mengembangkan produk CMC lokal. CMC dapat disintesis dari selulosa tandan kosong kelapa sawit (TKKS). Penggunaan TKKS sebagai campuran media pertumbuhan (baglog) jamur tiram putih dapat membantu proses delignifikasi

TKKS. Selulosa yang dimurnikan dari limbah TKKS baglog menggunakan perlakuan NaOH 10% hanya menghasilkan α -selulosa sebanyak 80,2%, yang kemudian dikonversi menjadi CMC dengan kemurnian 73,4%. Tingkat kemurnian yang tergolong rendah tersebut tidak memenuhi mutu CMC untuk pangan yang mensyaratkan tingkat kemurnian diatas 99,5%. Penelitian ini bertujuan untuk meningkatkan kemurnian selulosa dari limbah TKKS baglog melalui perlakuan menggunakan NaOH 12%. Dengan cara ini, kemurnian CMC yang dihasilkan diharapkan lebih tinggi. Produk CMC yang dihasilkan diamati menggunakan SEM, FTIR dan XRD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa α -selulosa yang diperoleh meningkat menjadi 84,54% pada ekstraksi menggunakan NaOH 12%. CMC yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian yang lebih tinggi, yaitu: 95,24%. Upaya untuk meningkatkan nilai derajat substitusi dan viskositas masih diperlukan untuk mencapai spesifikasi yang memenuhi mutu standar SNI. Hasil FTIR dan XRD menunjukkan bahwa karakteristik CMC yang dihasilkan dari limbah TKKS baglog sudah mendekati CMC komersial ditinjau dari gugus fungsi dan derajat kristalinitasnya.

[Kata kunci: FTIR, jamur tiram putih, limbah baglog, TKKS, XRD]

Pendahuluan

Karboksimetil selulosa atau dikenal dengan istilah CMC merupakan produk turunan dari selulosa yang dapat larut dalam air pada suhu ruang dan digunakan sebagai bahan aditif (Saputra *et al.* 2014). CMC mempunyai aplikasi yang sangat luas dalam berbagai industri. Berdasarkan tingkat kemurniannya, aplikasi dari CMC terbagi dalam beberapa kelas, yaitu: [1] CMC dengan kualitas teknis (<75%) diaplikasikan pada industri pertambangan dan detergen; [2] CMC semi murni (75-85%) diaplikasikan pada pengeboran minyak dan gas; [3] CMC murni (>98%) diaplikasikan pada industri kertas, tekstil, kaca, dan perminyakan-

*) Penulis korespondensi: firda.dimawarnita@gmail.com

an; dan [4] CMC ekstra murni (>99,5%) diaplikasikan pada industri makanan dan farmasi (Heinze & Koschella, 2005). Dalam bidang pangan, CMC dimanfaatkan sebagai *stabilizer*, *thickener*, *emulsifier*, dan *gelling agent* (Bono et al. 2009). Aplikasi CMC yang luas ini mengimplikasikan bahwa kebutuhan akan produk CMC sangat besar. Di Indonesia, kebutuhan industri terhadap CMC masih harus dipenuhi secara impor. Total impor CMC ke Indonesia adalah sekitar 5900 ton atau senilai US\$ 19,5 juta (Badan Pusat Statistik, 2018). Oleh karena itu, terdapat peluang yang besar untuk mengembangkan produk CMC lokal.

Secara umum, terdapat dua proses utama dalam memproduksi CMC, yaitu: pemurnian selulosa dan sintesis CMC. Selulosa merupakan salah satu komponen utama penyusun dinding sel tanaman selain hemiselulosa dan lignin. Pemisahan selulosa dari 2 komponen lainnya dapat dilakukan melalui proses delignifikasi melalui perlakuan dengan NaOH. Setelah selulosa diperoleh, selulosa kemudian dikonversi menjadi CMC melalui proses alkalisasi dan karboksimetilasi. Menurut Pitaloka et al. (2015) kedua proses tersebut merupakan faktor yang akan menentukan karakteristik CMC yang dihasilkan.

Menurut SNI 06-3726-1995, terdapat 3 karakteristik yang menentukan kualitas CMC, diantaranya: derajat substitusi, kemurnian, dan viskositas. Berdasarkan karakteristik tersebut, Kualitas CMC terbagi menjadi 2, yaitu: [1] mutu I yang dapat diaplikasikan pada industri makanan dan farmasi; dan [2] mutu II yang diaplikasikan pada industri tekstil, kertas, deterjen, dan perminyakan. CMC dengan kualitas mutu I mensyaratkan tingkat kemurnian mencapai 99,5%, derajat substitusi 0,7-1,2 dan viskositas > 26 cP. Tingkat kemurnian yang sangat tinggi ini menjadi tantangan dalam mengembangkan CMC mutu I.

Pada penelitian sebelumnya (Dimawarnita & Tri-Panji, 2018) CMC telah berhasil disintesis dari limbah baglog jamur tiram berbahan baku TKKS. TKKS digunakan sebagai bahan baku karena TKKS merupakan salah satu sumber selulosa yang melimpah, belum dimanfaatkan secara optimal, dan mengandung selulosa yang tinggi. TKKS mengandung 32,57% selulosa, 27,70% hemiselulosa, dan 26,49% lignin (Dimawarnita & Perwitasari, 2017). Dalam memproduksi CMC dari TKKS, selulosa perlu dimurnikan dari komponen lainnya melalui proses delignifikasi. Dimawarnita & Tri-Panji (2018) melakukan proses delignifikasi secara biologi dan kimiawi. Proses delignifikasi secara biologi dilakukan dengan memanfaatkan golongan jamur pelapuk putih (JPP) yang termasuk ke dalam *Basidiomycetes*. JPP menghasilkan enzim ligninolitik secara ekstraseluler yang mampu mendegradasi lignin (Hattaka, 1994). Untuk membantu mendegradasi lignin pada TKKS, bahan ini dimanfaatkan sebagai campuran media tanam jamur tiram putih, yang juga merupakan JPP. Limbah baglog jamur tiram

mengandung TKKS dengan kondisi lignin yang terdegradasi sebagian.

Proses delignifikasi secara kimiawi dilakukan melalui ekstraksi menggunakan NaOH. Dimawarnita dan Tri-Panji (2018) memperoleh α -selulosa dengan tingkat kemurnian 80,2% dari proses ekstraksi menggunakan NaOH 10%. CMC yang kemudian dihasilkan dari selulosa tersebut memiliki tingkat kemurnian yang rendah yaitu 73,4%, sehingga belum memenuhi spesifikasi mutu I CMC seperti yang diinginkan. Perbaikan proses dari penelitian sebelumnya diperlukan agar mendapatkan CMC dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Beberapa upaya yang dapat dilakukan untuk mencapai mutu tersebut antara lain: perlakuan alkali, hidrolisis sulfat, dan peningkatan kemurnian α -selulosa.

Hasil penelitian Nur (2016) menunjukkan bahwa penggunaan NaOH 12% pada proses pemurnian selulosa mampu meningkatkan kadar α -selulosa pada jerami padi sehingga diperoleh CMC dengan tingkat kemurnian 98,86%. Tujuan dari penelitian ini adalah meningkatkan kemurnian CMC hasil konversi dari limbah baglog TKKS melalui peningkatan pemurnian kandungan α -selulosa menggunakan perlakuan NaOH 12%.

Bahan dan Metode

Pembuatan baglog

TKKS yang digunakan dalam penelitian ini diperoleh dari perkebunan kelapa sawit PTPN VIII Kertajaya, Banten. TKKS direndam dalam air selama 3 hari untuk menghilangkan sisa minyak pada serabut. Setelah itu, TKKS dicacah hingga berukuran 2-3 cm kemudian dikeringkan dengan cara dijemur. Komposisi media tanam jamur tiram dalam penelitian ini disajikan pada Tabel 1.

Seluruh bahan baku dicampur hingga merata dan didiamkan selama 24 jam dengan kondisi pH 6-7 dan kelembaban 50-60%. Kemudian campuran media tersebut dibentuk menjadi baglog ukuran 1 kg. Baglog disterilisasi dengan autoklaf pada suhu 120°C selama \pm 2 jam, kemudian dikeluarkan dan didinginkan. Bibit jamur tiram putih (*P. ostreatus*) diinokulasi ke dalam baglog. Baglog diinkubasi hingga miselium jamur tiram memenuhi permukaan baglog. Siklus produksi jamur tiram berlangsung selama lima bulan. Setelah melewati masa produksinya, limbah baglog diproses lebih lanjut menjadi selulosa dan CMC.

Tabel 1. Komposisi setiap baglog
Table 1. Composition of each baglog

Bahan <i>Composition</i>	Bobot (g) <i>Weight (g)</i>
TKKS	468,75
Serbuk gergaji	468,75
Dedak	44,64
CaCO ₃	13,39
TSP	4,41
Total	1000,00

Pemurnian selulosa

Selulosa diisolasi dari limbah media pertumbuhan jamur tiram putih menggunakan perlakuan NaOH 12% dengan perbandingan 1:2 (b/v). Proses ekstraksi berlangsung selama 1 jam pada suhu 100°C. Selanjutnya residu hasil ekstraksi disaring dan dicuci menggunakan aquades hingga pH netral, kemudian dikeringkan. Residu hasil delignifikasi ditambahkan NaOCl 5% dengan perbandingan 1:10 (b/v), kemudian diinkubasi selama 3 jam pada suhu 30°C sambil sesekali diaduk. Residu kemudian disaring dan dicuci hingga pH netral. Residu dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam dan dihasilkan serbuk selulosa.

Pembuatan CMC

Selulosa yang diisolasi dari limbah baglog digunakan untuk pembuatan CMC. Sebanyak 5 g selulosa kering ditambah 100 mL isopropanol, dihomogenkan kemudian dipindahkan ke dalam gelas piala 500 mL sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer*. Sebanyak 20 mL NaOH 12% ditambahkan tetes demi tetes ke dalam campuran tersebut dan didiamkan selama 1 jam pada suhu 25°C. Sebanyak 7 g natrium kloroasetat ditambahkan ke dalam campuran, kemudian campuran dipanaskan pada suhu 55°C selama 3,5 jam. Campuran selanjutnya dinetralkan dengan asam asetat 90% sampai pH 7. Residu dicuci dengan 100 mL ethanol 70% sebanyak 4 kali, kemudian disaring dan dikeringkan pada suhu 60°C selama 24 jam.

Analisis kadar α -selulosa

Analisis kadar α -selulosa dilakukan menggunakan metode SNI 0444:2009. Prinsip uji kadar α -selulosa adalah sebagai berikut. Pulp diekstraksi dengan larutan NaOH 17,5% pada suhu 25°C. Bagian terlarut yang terdiri dari selulosa beta dan gamma dioksidasi oleh kalium dikromat kemudian ditentukan secara volumetrik. Sedangkan α -selulosa merupakan bagian yang tidak larut. Kandungan α -selulosa dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

$$X = 100 - \frac{6,85 (V_1 - V_2) x N x 20}{A x W} \quad (1)$$

Dimana:

- X = kadar α -selulosa (%)
- V₁ = volume titrasi blanko (mL)
- V₂ = volume titrasi filtrat (mL)
- N = normalitas larutan ferro ammonium sulfat
- A = volum filtrat selulosa yang dianalisa (mL)
- W = berat sampel selulosa kering (g)

Analisis kadar hemiselulosa

Analisis kadar hemiselulosa (pentosan) dilakukan dengan metode SNI 14-1304-1989 menggunakan filtrat hasil uji kadar selulosa yang

diencerkan dengan air suling. Sebanyak 50 mL larutan ditambah 10 mL K₂Cr₂O₇ 0,8 N dan 80 mL H₂SO₄. Larutan diaduk 10 menit dan didinginkan dalam suhu ruang kemudian ditambahkan 500 mL air suling dan dititrasi dengan Na₂S₂O₃. Kadar hemiselulosa dihitung menggunakan rumus sebagai berikut:

$$X = \frac{7,5 (V_1 - V_2) x N}{W} - 1 \quad (2)$$

Dimana:

- X = kadar hemiselulosa (%)
- V₁ = volume titrasi blanko (mL)
- V₂ = volume titrasi filtrat (mL)
- N = normalitas larutan natrium tiosulfat
- W = berat sampel uji kering oven (g)

Analisis kadar lignin

Analisis lignin dilakukan sesuai dengan Metode Klason dan SNI 0492: 2008. Sebanyak 2 g sampel diekstraksi menggunakan campuran alcohol dan benzene dengan perbandingan 1:2 (v/v). Sebanyak 40 mL H₂SO₄ 72% ditambahkan ke dalam campuran, penambahan dilakukan perlahan-lahan dalam bak perendam pada suhu 20°C sambil dilakukan pengadukan dan maserasi dengan batang pengaduk selama 2-3 menit. Setelah terdispersi sempurna, campuran ditutup dan didiamkan pada bak perendam selama dua jam. Kemudian aquades ditambahkan kedalam campuran sebanyak 1540 mL sehingga konsentrasi H₂SO₄ menjadi 3%. Setelah itu, dipanaskan selama 4 jam dengan api kecil. Kemudian campuran didiamkan selama 24 jam sampai lignin benar-benar mengendap. Setelah itu, lignin disaring, dicuci dengan air, dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C. Kadar lignin dihitung menggunakan rumus sebagai berikut.

$$X = \frac{A}{B} x 100\% \quad (3)$$

Dimana:

- X = nilai kadar lignin (%)
- A = berat endapan lignin (g)
- B = berat sampel uji kering oven (g)

Analisis bentuk morfologi dengan Scanning Electron Microscopy (SEM)

Analisis dilakukan dengan menggunakan alat SEM untuk mendapatkan bentuk morfologi dari limbah baglog jamur tiram, selulosa, CMC, dan CMC komersial. Sampel diletakkan dan ditempel di atas SEM *specimen holder* dengan menggunakan dobeltip karbon dengan bagian penampang lintang mengarah vertikal ke atas atau menghadap lensa obyektif. SEM dioperasikan dengan standar parameter operasi sebagai berikut: tegangan = 20 kV; ukuran titik = 50 dan jarak kerja setinggi 10 mm. Jarak 10 mm dipilih sebagai kompromi terhadap setingan untuk akuisisi sinyal sehingga pendeteksian X-Ray dan pencacahannya optimal.

Identifikasi gugus fungsi dengan fourier transform infrared (FTIR)

Spektra inframerah dari struktur penyusun CMC direkam menggunakan spektrofotometer infra merah (FTIR) yang beroperasi pada kisaran 4000-400 cm⁻¹. Sekitar 2 mg sampel CMC serbuk dicampurkan dengan 200 mg KBr standar spektroskopi dan kemudian ditekan hingga membentuk pellet padat untuk kemudian dianalisis menggunakan FTIR.

Analisis kisi kristal dengan X-ray diffraction (XRD)

Sampel padatan yang akan dianalisis dihancurkan terlebih dahulu menggunakan mortar atau *mill grinding*. Setelah halus, serbuk tersebut dimasukkan dalam tempat sampel XRD. Difraksi diperoleh dari alat XRD yang dioperasikan pada pada 40 kV dan 40 mA menggunakan Cu sebagai sumber radiasi. Sudut *scanning* dari 0 sampai 90°.

Hasil dan Pembahasan

Ekstraksi α-selulosa dari limbah baglog jamur tiram

Proses ekstraksi selulosa dari 1 kg limbah baglog jamur tiram menghasilkan selulosa sebanyak 750 g. Kadar α-selulosa, hemiselulosa, dan lignin dari selulosa yang dihasilkan disajikan pada Tabel 2. Selulosa yang didapatkan dari hasil delignifikasi menggunakan NaOH 12% menunjukkan bahwa kandungan lignin sudah tidak ada. Kemurnian α-selulosa sebesar 84,54% telah memenuhi syarat minimum >60% (Saputra et al., 2014) untuk diproses menjadi CMC. Selain itu, kadar α-selulosa yang diperoleh ini lebih besar jika dibanding dengan riset sebelumnya yang menggunakan limbah baglog dengan kandungan TKKS 75% dimana diperoleh α-selulosa sebesar 80,20% (Dimawarnita & Tri-Panji, 2018). Hasil ini menunjukkan bahwa terdapat pengaruh kadar NaOH terhadap tingkat kemurnian α-selulosa yang dihasilkan. NaOH 12% menghasilkan α-selulosa dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi dibanding menggunakan NaOH 10%. Tingkat kemurnian α-selulosa akan berpengaruh pada kualitas CMC yang dihasilkan. Semakin tinggi kemurnian α-selulosa yang dapat diekstraksi, maka semakin baik pula kualitas CMC yang didapat (Dimawarnita & Tri-Panji, 2018).

Penurunan kandungan lignin yang terjadi disebabkan karena sifat lignin yang dapat

terdegradasi oleh larutan alkali seperti larutan NaOH. Selain itu, proses ekstraksi yang berlangsung pada suhu tinggi menghasilkan uap panas yang membantu proses pengrusakan struktur lignin (Nasrudin, 2012). Saat proses delignifikasi, makromolekul lignin terurai menjadi molekul-molekul kecil yang membuatnya jadi mudah terlarut (Chen & Wang, 2017). Reaksi yang terjadi bersifat *irreversible* sehingga molekul-molekul lignin yang telah rusak tersebut tidak dapat terkondensasi menjadi makromolekul lagi. Proses delignifikasi juga mempengaruhi kandungan hemiselulosa. Dalam larutan alkali dan temperatur yang tinggi, aktivitas hemiselulosa menjadi sangat meningkat sehingga sebagian hemiselulosa menjadi mudah terdekomposisi dan terlarut (Chen & Wang, 2017).

Konsentrasi NaOH yang digunakan dalam proses delignifikasi mempengaruhi jumlah lignin yang terdegradasi. Banyaknya lignin yang terdegradasi meningkat seiring dengan meningkatnya konsentrasi NaOH yang digunakan. Nasruddin (2012) memvariasikan konsentrasi NaOH yang digunakan (2, 4, 6, dan 8%) dalam mendelignifikasi TKKS. Dari hasil penelitiannya didapatkan penurunan kadar lignin terbesar diperoleh dari perlakuan menggunakan NaOH 8%. Dalam penelitian ini, proses delignifikasi menggunakan NaOH 12% pada suhu 100°C selama 1 jam mampu mendegradasi dan melarutkan seluruh lignin yang terkandung pada limbah media tanam jamur tiram.

Carboxymethyl cellulose (CMC)

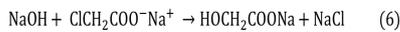
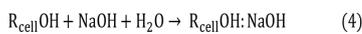
Proses alkalisasi dan karboksimetilasi dari 750g selulosa menghasilkan 500 g CMC. Hasil konversi CMC yang hanya sekitar 65% dari massa selulosa ini mungkin disebabkan oleh banyaknya CMC yang ikut terbuang saat proses pencucian dan penyaringan. Adapun hasil karakteristik CMC yang diperoleh dalam penelitian ini dimuat pada Tabel 3. Jika dibandingkan dengan CMC komersial dan CMC penelitian Dimawarnita dan Tri-Panji (2018), CMC yang dihasilkan memiliki tingkat kemurnian tertinggi, yaitu 95,24%. Akan tetapi, derajat substitusi dan nilai viskositas yang diperoleh cukup rendah, yaitu 0,17 dan 3 cP. Sebaliknya, penelitian Dimawarnita & Tri-Panji (2018) menghasilkan CMC dengan tingkat kemurnian lebih rendah (73,4%) tetapi derajat substitusi dan viskositasnya memenuhi yang disyaratkan SNI mutu I. Perbedaan karakteristik

Tabel 2. Komposisi selulosa hasil ekstraksi dari limbah baglog jamur tiram putih
 Table 2. Extracted cellulose composition from baglog waste of white oyster mushroom

No	Parameter	Metode	Hasil Uji (%)
No	Parameter	Method	Test result
1	α-selulosa	SNI 0444 2009	84,54
2	Hemiselulosa	SNI 14-1304-1989	14,85
3	Lignin	SNI 0492: 2008	-

yang diperoleh mungkin salah satunya disebabkan perbedaan karakteristik yang diperoleh mungkin salah satunya disebabkan karena perbedaan konsentrasi NaOH yang digunakan saat proses alkalisasi antara penelitian Dimawarnita dan Tri-Panji (2018) dan penelitian ini, yaitu: 10% dan 12%.

Proses pembuatan CMC berlangsung melalui 2 tahapan reaksi kimia seperti yang ditunjukkan pada persamaan 4 dan 5 (Saputra *et al.*, 2014). Pada tahapan pertama, perendaman selulosa dalam larutan NaOH berfungsi untuk mengembangkan rantai-rantai selulosa dan memutus gugus-gugus kristal sehingga diperoleh kompleks alkali selulosa. Tahapan berikutnya, alkali selulosa direaksikan dengan sodium monokloroasetat sehingga membentuk sodium karboksimetil selulosa (CMC). Dalam proses pembuatan CMC, terdapat pula potensi terjadi reaksi lain yang menghasilkan produk samping berupa sodium glikolat (Persamaan 6). Hal ini terjadi akibat reaksi antara NaOH berlebih dengan sodium monokloroasetat.



Hasil penelitian yang dilakukan oleh Jia *et al.* (2016) menunjukkan bahwa peningkatan dosis NaOH sampai batas tertentu dapat meningkatkan nilai derajat substitusi. Akan tetapi, pemberian NaOH yang melebihi dosis optimumnya menyebabkan nilai derajat substitusi menjadi menurun. Hal ini disebabkan NaOH berkonsentrasi tinggi akan bereaksi dengan natrium kloroasetat membentuk natrium glikolat yang mengakibatkan proses inaktivasi monokloroasetat (Sunardi, 2017). Oleh karenanya, lebih sedikit gugus hidroksil pada selulosa yang

dapat tersubstitusi menjadi gugus karboksil sehingga derajat substitusi yang diperoleh lebih kecil.

Konsentrasi NaOH yang digunakan juga mempengaruhi nilai viskositasnya. Penelitian yang dilakukan oleh Asi *et al.* (2017) menunjukkan bahwa konsentrasi NaOH yang melebihi dosis optimumnya dapat menurunkan nilai viskositas dari CMC yang dihasilkan. Hal ini ada kaitannya juga dengan nilai derajat substitusi yang menurun. Derajat substitusi yang rendah menunjukkan bahwa lebih sedikit gugus hidrofilik yang tersedia sehingga kemampuan polimer untuk mengikat antar molekul air menjadi berkurang (Asi *et al.*, 2017).

Berdasarkan hasil karakteristik pada Tabel 3, CMC yang diperoleh dalam penelitian ini memenuhi standar SNI mutu II untuk tingkat kemurniannya. Oleh sebab itu diperlukan perbaikan proses agar kedepannya CMC yang dihasilkan mempunyai derajat substitusi dan viskositas yang memenuhi persyaratan SNI 06-3726-1995.

Analisis morfologi selulosa dan CMC menggunakan SEM

Bentuk morfologi serat TKKS dari limbah baglog budidaya jamur tiram ditunjukkan pada Gambar 1(a). Pada perbesaran 350x terlihat adanya banyak lubang pada permukaan pada serat TKKS. Lubang-lubang ini merupakan bekas tempat kristal-kristal silika yang menempel pada permukaan serat kayu (Isroi *et al.*, 2012). Hal ini menunjukkan bahwa pemanfaatan TKKS sebagai media tanam jamur tiram selama 5 bulan membuat kristal-kristal silika banyak terlepas dari serat TKKS. Gambar 1(b) menunjukkan morfologi selulosa hasil ekstraksi dari serat TKKS. Terlihat bahwa permukaan selulosa tampak halus yang menunjukkan lignin telah terdegradasi akibat proses alkalisasi menggunakan NaOH 12%.

Tabel 3. Karakteristik CMC dari limbah baglog 50% TKKS, 75% TKKS, dan komersial
Table 3. Characteristic of CMC from baglog waste with 50% OPEFB, 75% OPEFB, and commercial

No	Parameter Uji <i>Test parameter</i>	Standar CMC <i>CMC standard</i> (SNI 06-3726-1995)		Produk CMC <i>CMC products</i>		
		Mutu I <i>Grade I</i>	Mutu II <i>Grade II</i>	CMC limbah baglog (50% TKKS) <i>CMC from baglog waste (50% OPEFB)</i>	CMC limbah baglog (75% TKKS) <i>CMC from baglog waste (75% OPEFB)</i> (Dimawarnita & Tri-Panji, 2018)	CMC komersial <i>Commercial CMC</i>
1	Derajat Substitusi <i>Substitution degree</i>	0,7 - 1,2	0,4 - 1,0	0,17	0,64	0,50
2	Kemurnian (%) <i>Purity (%)</i>	99,50	65,00	95,24	73,40	92,45
3	Viskositas (cP) <i>Viscosity (cP)</i>	> 26	< 26	3	43	22

Gambar 2a dan 2b menunjukkan hasil SEM CMC yang disintesis dari TKKS limbah baglog dan CMC komersial. Berdasarkan gambar tersebut dapat dilihat bahwa morfologi CMC yang berasal dari limbah baglog memiliki bentuk serabut, sedangkan CMC komersial memiliki bentuk berupa kepingan-kepingan silinder. Perbedaan morfologi tersebut disebabkan oleh perbedaan ukuran partikel masing-masing CMC.

Sampel CMC komersial berbentuk serbuk halus yang homogen sedangkan CMC limbah baglog masih berbentuk gumpalan dan serabut. Untuk mendapatkan kualitas CMC komersial, salah satu faktornya adalah menghomogenkan ukuran bahan baku yang digunakan (TKKS). Misalnya, ukuran TKKS dibuat berbentuk serbuk dengan ukuran 400-600 mesh. Dengan bahan baku yang homogen maka proses reaksi alkalisasi dan karboksimetilasi pada pembuatan CMC dapat berjalan optimal.

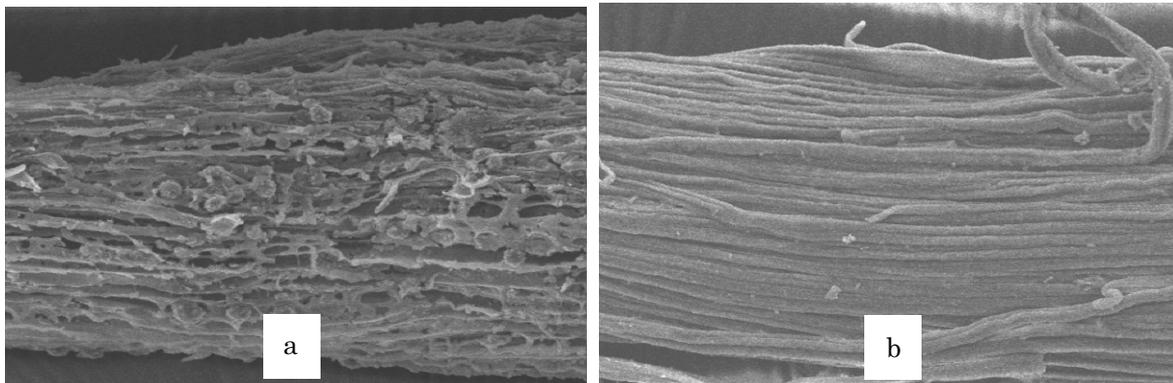
Analisis gugus fungsi selulosa dan CMC dengan FTIR

Identifikasi gugus fungsi menggunakan FTIR meliputi limbah baglog, selulosa, CMC limbah baglog, dan CMC komersial. Sebelum proses

delignifikasi, limbah baglog yang dianalisis menggunakan FTIR menghasilkan gambar dengan puncak-puncak tajam pada bilangan gelombang 600-1000 cm^{-1} (Gambar 3a). Hal tersebut mengindikasikan bahwa sampel masih mengandung pengotor, kemungkinan dari senyawa dari kelompok alkohol, alkin, alkana, aril, dan alkena.

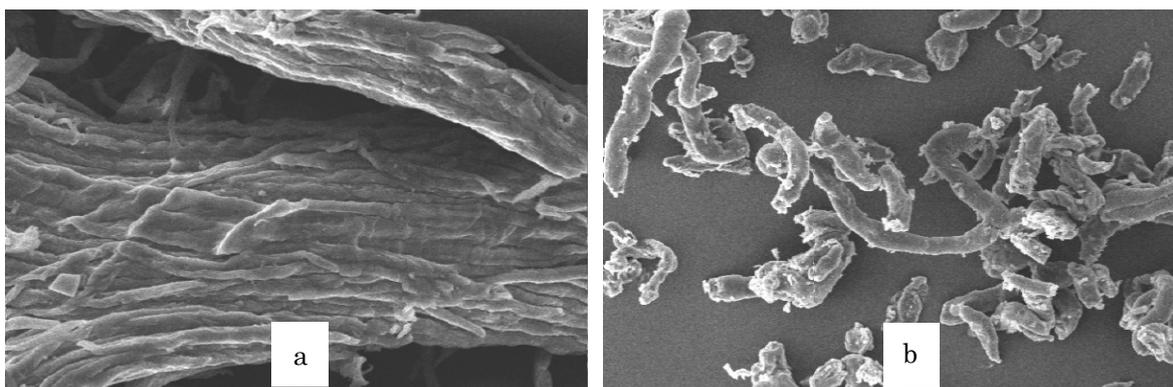
Diantara puncak tersebut terdapat gugus fungsional -OH untuk selulosa, yaitu pada panjang gelombang antara 4000-2995 cm^{-1} (Morán et al., 2008). Sedangkan pada Gambar 3b, puncak yang dihasilkan lebih sedikit dan lebih landai. Puncak selulosa -OH muncul pada panjang gelombang 3275,60 cm^{-1} . Terlihat bahwa proses ekstraksi selulosa dari limbah baglog berhasil membersihkan pengotor yang terdapat pada limbah baglog.

CMC hasil konversi dari selulosa dibandingkan dengan CMC komersial menunjukkan adanya kemiripan (Gambar 4). Hal tersebut sesuai dengan tingkat kemurnian CMC limbah baglog yang diperoleh yaitu sebesar 95,24%. Puncak yang muncul pada FTIR CMC pada puncak 4000-1640 cm^{-1} meliputi: gugus asam karboksilat, aldehyd, alkana, dan gugus aromatik.



Gambar 1. Hasil analisis SEM: limbah baglog (perbesaran 350x) (a); Selulosa hasil delignifikasi NaOH 12% (perbesaran 350x) (b)

Figure 1. The Result of SEM analysis: baglog waste (350x magnification) (a); Cellulose from delignification using NaOH 12% (350x magnification) (b)



Gambar 2. Hasil analisis SEM: CMC limbah baglog (perbesaran 500x) (a); CMC komersial (perbesaran 200x) (b)

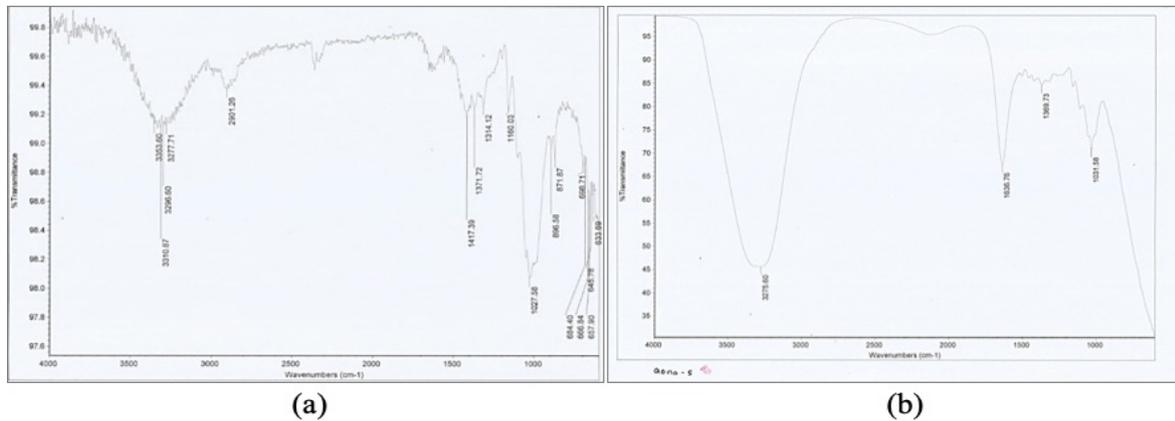
Figure 2. The Result of SEM analysis: CMC baglog waste (500x magnification) (a); commercial CMC (200x magnification)

Hasil ini menunjukkan bahwa CMC yang diperoleh pada penelitian ini telah menyerupai CMC komersial.

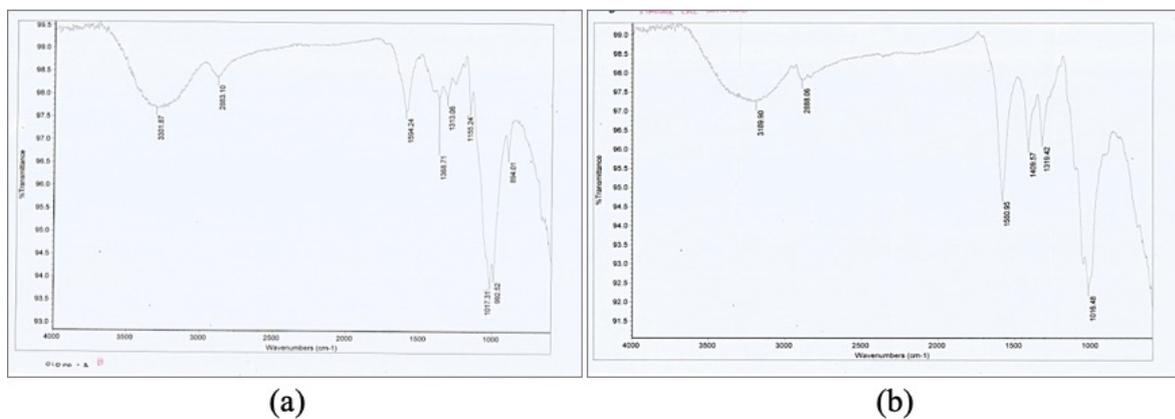
Analisis kisi kristal selulosa dan CMC dengan XRD

Analisis dengan XRD dilakukan untuk mengetahui kristalinitas suatu material. Teknik difraksi sinar X merupakan teknik umum yang dipakai untuk mengetahui karakteristik kristalografi suatu material melalui puncak-

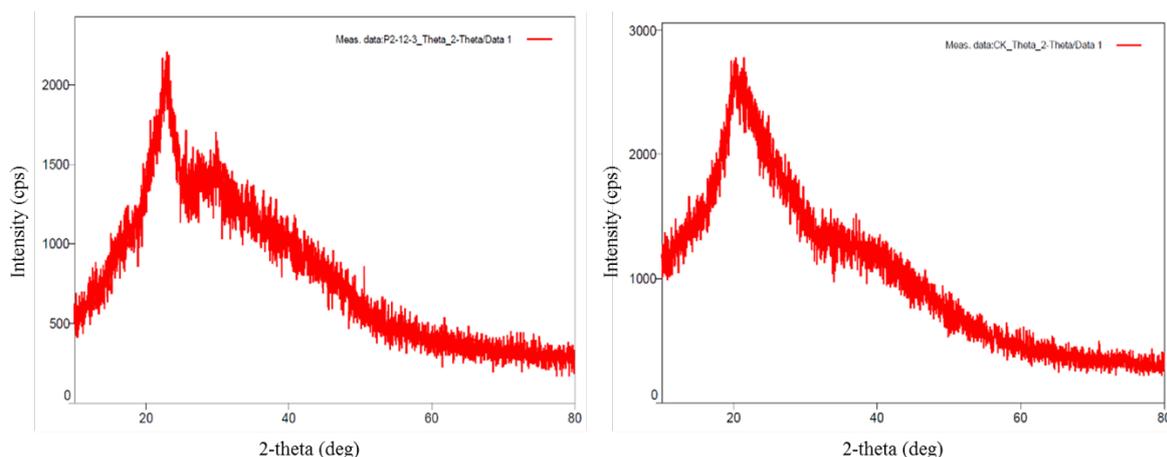
puncak intensitas yang muncul (Wahyuni & Hastuti, 2012). Hasil analisis XRD pada CMC limbah baglog dan CMC komersial menunjukkan kemiripan puncak pada sudut $2\theta = 25^\circ$ (Gambar 5). Hal tersebut mengindikasikan bahwa CMC limbah baglog yang dihasilkan mempunyai kristalinitas yang setara dengan CMC komersial. Hasil ini lebih baik jika dibandingkan dengan hasil penelitian sebelumnya (Dimawarnita & Tri-Panji, 2018).



Gambar 3. Hasil FTIR limbah baglog (a); selulosa limbah baglog (b)
 Figure 3. FTIR results of baglog waste (a); cellulose from baglog waste (b)



Gambar 4. Hasil FTIR CMC limbah baglog (a); CMC komersial (b)
 Figure 4. FTIR results of CMC from baglog waste (a); commercial CMC (b)



Gambar 5. Perbandingan Hasil XRD CMC limbah baglog (a); dan CMC komersial (b)
 Figure 5. Comparison of XRD results between CMC from baglog waste (a); and commercial CMC (b)

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa terdapat pengaruh perlakuan menggunakan NaOH 12% dalam meningkatkan kemurnian α -selulosa dan CMC yang disintesis dari limbah baglog TKKS. Dibanding perlakuan menggunakan NaOH 10%, kandungan α -selulosa yang diperoleh meningkat menjadi 84,54%. α -Selulosa yang kemudian dikonversi menjadi CMC menggunakan NaOH 12% pada saat alkalisasi menghasilkan CMC dengan tingkat kemurnian sebesar 95,24%; derajat substitusi 0,17; dan viskositas 3 cP. Diperlukan perbaikan dan optimasi proses agar produk CMC yang dihasilkan mempunyai derajat substitusi dan viskositas yang memenuhi standar mutu SNI. Hasil FTIR dan XRD menunjukkan bahwa karakteristik CMC yang dihasilkan dari limbah baglog sudah mendekati CMC komersial ditinjau dari gugus fungsi dan derajat kristalinitasnya.

Ucapan Terima kasih

Kami ucapkan terima kasih kepada Sdri Rina Nisrina atas sumbangsuhnya dalam penelitian ini. Bpk Ir. Suharyanto, M.Si atas dukungan dan arahannya pada penelitian ini sehingga penelitian ini dapat berjalan dengan lancar. Juga kepada Badan Pengelola Dana Perkebunan Kelapa Sawit (BPDPKS) tahun 2016 yang telah mendanai penelitian ini sehingga dapat berjalan dengan lancar sesuai output yang dijanjikan.

Daftar Pustaka

- Asi SA, M Mousavi, & M Labbafi (2017). Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose from sugarcane bagasse. *J Food Process Technol* 8(8), 1-6.
- Badan Pusat Statistik (2018). *Buletin statistik perdagangan luar negeri impor*. Februari 2019. Diunduh dari <https://www.bps.go.id/publication/download>. [10 Juli, 2019]
- Bono A, PH Ying, FY Yan, CL Muei, R Sarbatly & D Krishnaiah (2009). Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose from palm kernel cake. *Advanced in Natural and Applied Sciences* 3(1), 5-11.
- Chen H & L Wang (2016). Technologies for Biochemical Conversion of Biomass. In: *Chapter 3- Pretreatment Strategies for Biochemical Conversion of Biomass*. Cambridge, Academic Press.
- Dimawarnita F & U Perwitasari (2017). Pemanfaatan tandan kosong kelapa sawit untuk produksi jamur tiram (*Pleurotus sp.*) dan enzim ligninase. *Jurnal Mikologi Indonesia* 1(2), 100-108.
- Dimawarnita F & Tri-Panji (2018). Sintesis karboksimetil selulosa dari sisa baglog jamur tiram (*Pleurotus ostreatus*). *Menara Perkebunan*, 86(2), 96-106.
- Hattaka A (1994). Lignin-modifying enzymes from selected white-rot fungi: production and role from in lignin degradation. *FEMS microbiology reviews* 13(2-3), 125-135.
- Heinze T & A Koschella (2005). Carboxymethyl ethers of cellulose and starch – a review. *Macromol. Symp* 223, 13-39.
- Isroi, MM Ishola, R Millati, S Syamsiah, MN Cahyanto, C Niklasson, & MJ Taherzadeh (2012). Structural changes of oil palm empty fruit bunch (opefb) after fungal and phosphoric acid pretreatment. *Molecules* 17, 14995-15012.
- Jia F, H Liu, & G Zhang (2016). Preparation of carboxymethyl cellulose from corncob. *Procedia Environ Sci* 31, 98-102.
- Morán JI, VA Alvarez, VP Cyras & A Vázquez (2008). Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. *Cellulose*, 15(1), 149-159.
- Nasruddin N (2012). Delignifikasi tandan kosong kelapa sawit dilanjutkan dengan hidrolisis bertahap untuk menghasilkan glukosa. *Jurnal Dinamika Penelitian Industri* 23(1), 1-11.
- Nur, R. (2016). Sintesis dan Karakterisasi CMC (Carboxymethyl Cellulose) yang Dihasilkan dari Selulosa Jerami Padi. *Jurnal Sains dan Teknologi Pangan*, 1(3), 222-231.
- Pitaloka AB, NA Hidayah, AH Saputra & M Nasikin (2015). Pembuatan CMC dari selulosa eceng gondok dengan media reaksi campuran larutan isopropanol-isobutanol untuk mendapatkan viskositas dan kemurnian tinggi. *Jurnal integrasi proses* 5(2), 28-32.
- Saputra AH, L Qadhayna & AB Pitaloka (2014). Synthesis and characterization of carboxymethyl cellulose (CMC) from water hyacinth using ethanol-isobutyl alcohol mixture as the solvents. *Int J Chem Eng Appl* 5(1), 36-40.
- SNI 0492:2008. *Pulp dan Kayu-Cara Uji Kadar Lignin-Metode Klason*. BSN
- SNI 0444:2009. *Pulp-Cara Uji Kadar Selulosa Alfa, Beta, dan Gamma*. BSN
- SNI 06-3726-1995. *Standar Mutu CMC*. BSN.
- SNI 14-1304-1989. *Cara Uji Kadar Pentosan Dalam Pulp Kayu*. BSN.
- SNI 14-1304-1989. *Cara Uji Kadar Pentosan Dalam Pulp Kayu*. BSN.

Sunardi, NM Febriani, & AB Junaidi (2017). Preparation of carboxymethyl cellulose produced from purun tikus (*Eleocharis dulcis*). *AIP Conference Proceedings* 1868 020008, 1-8.

Wahyuni MS & Hastuti E (2012). Karakterisasi cangkang kerang menggunakan XRD dan X Ray PHYSICS Basic Unit. *Jurnal Neutrino* 3(1), 32-43.