

BAB III

METODOLOGI PENELITIAN

Penelitian yang dilakukan meliputi pengembangan selulosa, sintesa karboksimetil selulosa dan karakterisasi karboksimetil selulosa.

3.1. Peralatan

Penyiapan larutan menggunakan alat-alat gelas seperti labu ukur, erlenmeyer, pengaduk, gelas ukur, pipet tetes, corong dan buret. Magnetic stirrer digunakan untuk mengaduk. Stopwatch digunakan untuk mengukur waktu alir larutan CMC. Oven untuk pemanasan. Viskosimeter oswald untuk mengukur viskositas larutan CMC. Spektrofotometer infra merah untuk mengetahui struktur molekul CMC. Sedangkan untuk mengetahui derajat substitusi menggunakan buret untuk titrasi.

3.2. Bahan-bahan

Selulosa diambil dari kapas. Kapas kemudian dibuat serbuk dengan cara dihancurkan kecil-kecil kemudian disaring dengan penyaring teh untuk mendapatkan kapas dengan serat pendek.

Untuk pengembangan selulosa digunakan natrium hidroksida 10%, 2% air dan asam asetat 1%. Untuk sintesa karboksimetil selulosa digunakan campuran antara air, etanol dan 2-propanol sebagai media reaksi. Natrium hidroksida 30% untuk membentuk alkali selulosa. Asam kloroasetat untuk

membentuk eter selulosa. Asam asetat 90% untuk penetralan dan etanol 80% untuk pencucian.

Pada proses analisa digunakan natrium klorida 0,2 M sebagai pelarut dalam penentuan viskositas CMC. Kalium bromida untuk membuat pelet pada spektroskopi infra merah. Untuk penentuan derajat substitusi digunakan etanol 95% dan 80% yang berfungsi untuk pencucian CMC. Asam nitrat untuk membentuk CMC dalam bentuk asamnya. Diphenylamine untuk menguji kelebihan asam nitrat. Untuk keperluan titrasi digunakan natrium hidroksida 0,3-0,5 N dan asam klorida 0,3-0,5 N.

3.3. Prosedur Kerja

3.3.1. Penggembungan selulosa ⁽¹¹⁾

Serbuk selulosa dari kapas kering dicelupkan dalam natrium hidroksida 10% pada suhu 5^o C selama 3 jam. Kemudian dilarutkan dalam natrium hidroksida 2%, dicuci dengan air, asam asetat 1%, dan air secara bergantian dan akhirnya dikeringkan dengan menggunakan pelarut organik yang mudah menguap (etanol).

3.3.2. Sintesa karboksimetil selulosa

selulosa kering yang telah digembungkan diambil sebanyak 1 gram. Dimasukkan dalam 50 ml campuran air, etanol dan 2-propanol dengan komposisi sebagai berikut :

Tabel 3.1. Komposisi media reaksi

CMC _i	Komposisi pereaksi (%)		
	Air	Etanol	2-propanol
CMC ₁	0,0	0,0	100,0
CMC ₂	0,0	50,0	50,0
CMC ₃	10,0	10,0	80,0
CMC ₄	15,0	10,0	75,0
CMC ₅	15,0	15,0	70,0
CMC ₆	20,0	15,0	65,0
CMC ₇	10,0	20,0	70,0
CMC ₈	20,0	20,0	60,0

Sebanyak 3 ml natrium hidroksida 30% ditambahkan tetes demi tetes selama 30 menit sambil diaduk selama 1 jam dan pemanasan pada suhu 55° C. Sebanyak 4 gram kristal kloro asetat ditambahkan sedikit demi sedikit selama 30 menit, kemudian ditutup dengan aluminium foil dan dimasukkan ke dalam oven pada suhu 55° C selama 3-5 jam. CMC yang terbentuk kemudian didiamkan pada suhu kamar selama 20 jam. Residu dan filtrat dipisahkan dengan penyaringan. Residu yang merupakan CMC dalam bentuk garamnya dinetralkan dengan asam asetat 90% dan dicuci dengan etanol 80%. Residu dan filtrat dipisahkan lagi dengan penyaringan. Akhirnya residu dikeringkan dalam oven pada 55° C selama 18 jam.

3.3.3. Karakterisasi CMC

Karakterisasi CMC bertujuan untuk mengetahui sifat-sifat CMC yang dihasilkan. Karakterisasi CMC meliputi penentuan berat molekul CMC, penentuan struktur molekul CMC dengan spektroskopi Inframerah dan penentuan derajat substitusi dengan metoda "acid wash".

3.3.3.1. Penentuan berat molekul dengan viskosimetri

Sebanyak 0.5 gram CMC dilarutkan dalam 100 ml natrium klorida 0,2 M sebagai larutan induk (1C). mencatat waktu alir sebanyak 25 ml larutan CMC pada konsentrasi 1C, $\frac{3}{4}$ C, $\frac{1}{2}$ C dan $\frac{1}{4}$ C, masing-masing dilakukan tiga kali pencatatan. Akhirnya mencatat waktu alir 25 ml larutan NaCl 0,2 M sebanyak tiga kali pencatatan.

3.3.3.2. Penentuan struktur molekul dengan spektroskopi IR

Sebanyak 1 mg CMC dan 100 mg KBr kering dicampur dan digerus di dalam lumpang porselen. Serbuk campuran antara CMC dan KBr ditekan dengan alat khusus untuk membentuk pelet. Pelet yang terbentuk ditempatkan dalam ruang sampel spektrofotometer IR dan alat dioperasikan pada bilangan gelombang 600 cm^{-1} sampai 4000 cm^{-1} . Dibuat spektrum IR untuk udara sebagai spektra IR blangko. Akhirnya dibuat spektrum IR eter selulosa yang dibandingkan dengan spektrum IR blangko hingga diperoleh spektrum IR eter selulosa yang sebenarnya.

3.3.3.3. Penentuan derajat substitusi dengan metode acid wash⁽¹²⁾

Sebanyak 1 gram sampel dimasukkan dalam 18,5 mL etanol 95 %, diaduk hingga didapatkan bubur yang baik. Ditambahkan asam nitrat pekat ke dalam bubur untuk merubah CMC ke dalam bentuk asamnya. Didiamkan beberapa menit, endapan disaring dan residunya dicuci dengan etanol 95% dan 80% sambil dipanaskan pada 60°C sampai semua asam telah diubah.

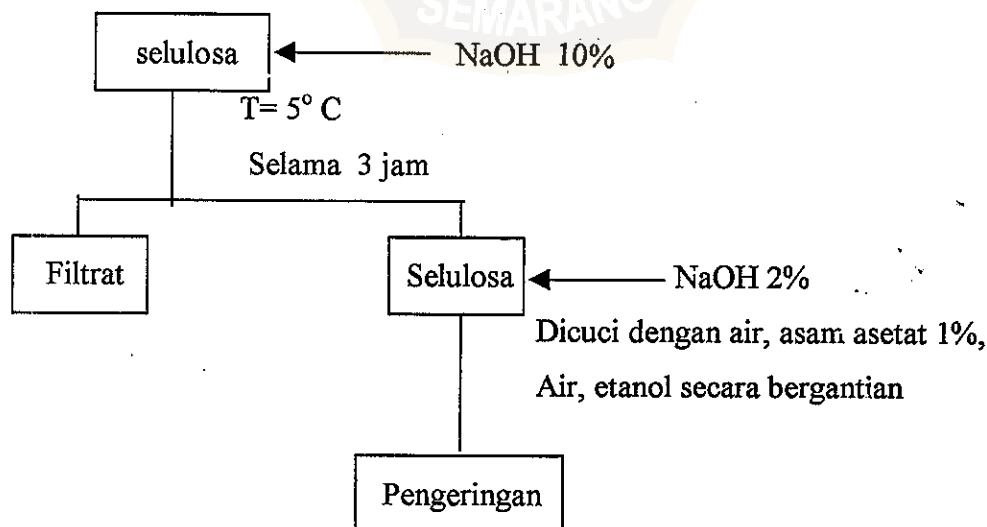
Pengetesan terhadap perubahan asam melalui pencampuran satu tetes asam CMC dengan satu tetes diphenylamine di atas white spote plate. Warna biru mengindikasikan masih adanya nitrat dan perlu dilakukan pencucian kembali.

Akhirnya endapan dicuci dengan metanol anhidrous dan mengalirkan udara sampai bau alkohol hilang. Endapan dipindahkan ke dalam gelas dan dipanaskan pada 105°C selama 3 jam. Gelas ditutup dan didinginkan pada temperatur kamar dalam desikator.

Sebanyak 1 gram asam CMC kering dimasukkan dalam 100 mL air dan ditambahkan 25 mL natrium hidroksida 0,3 N sampai 0,5 N. Sambil diaduk dipanaskan sampai mendidih selama 15 sampai 20 menit. Kelebihan natrium hidroksida dititrasi dengan 0,3 N sampai 0,5 N asam klorida dengan indikator PP dalam kondisi masih panas.

3.3.4 Skema Kerja

3.3.4.1. Penggembungan selulosa



3.3.4.2. Sintesa dan karakterisasi CMC

Selulosa tergebuangkan
air, etanol, 2-propanol

NaOH 30%
tetes demi tetes sambil diaduk 1 jam

