

## STUDI KARAKTERISTIK FARMASETIS MIKROKRISTALIN SELULOSA DARI JERAMI PADI VARIETAS LOKAL BALI

**Prasetia, I G. N. Jemmy A., I G. N. A. Dewantara Putra,  
D. A. M. I. Permata Sari Arsana dan N. P. Merlina Prabayanti**

*Jurusan Farmasi, FMIPA - Universitas Udayana*

*Jimbaran, Bali 80361*

*E-mail: ngurah\_jemmy@yahoo.com*

*Diterima: 6 Januari 2016*

*Diperbaiki: 26 Februari 2016*

*Disetujui: 30 Maret 2016*

### ABSTRAK

**STUDI KARAKTERISTIK FARMASETIS MIKROKRISTALIN SELULOSA DARI JERAMI PADI VARIETAS LOKAL BALI.** Bali terkenal dengan sistem irigasi pertaniannya di Indonesia. Padi menjadi komoditas pertanian utama di Bali dengan pengembangan varietas lokal yaitu varietas Mansur. Namun, pemanfaatan limbah jerami padi sisa hasil pertanian kurang optimal. Kandungan selulosa yang sangat tinggi pada jerami padi menjadikannya berpotensi sebagai bahan baku Pembuatan Mikrokristalin Selulosa (MCC). Oleh karena itu, pada penelitian ini dilakukan pengujian karakteristik farmasetis MCC dari jerami padi varietas Mansur dengan tujuan meningkatkan pemanfaatan limbah padi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan tambahan dalam formulasi sediaan farmasi. Pembuatan MCC dilakukan melalui dua tahapan yaitu proses delignifikasi dan hidrolisis asam. Dalam proses delignifikasi, digunakan larutan NaOH pada berbagai konsentrasi (5%; 7,5%; 10%; 12,5% dan 15%) selama 24 jam. Tahap hidrolisis asam dilakukan dengan menggunakan larutan HCl 2,5 N. Hasil MCC pada berbagai konsentrasi NaOH selanjutnya dilakukan evaluasi karakteristik farmasetis yang meliputi penentuan kadar  $\alpha$ -selulosa, pengamatan organoleptis, kelembaban, kelarutan dalam air, pH, bobot jenis nyata, bobot jenis mampat, Indeks Carr dan uji *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Pada penelitian ini, telah dihasilkan produk MCC dari jerami padi varietas Mansur (MCCMS). Adanya variasi konsentrasi NaOH pada proses delignifikasi menyebabkan adanya perbedaan kandungan  $\alpha$ -selulosa. Dari karakteristik farmasetis, MCCMS-7,5% memiliki kandungan selulosa paling tinggi dan Indeks Carr yang cukup baik.

**Kata kunci:** Jerami padi, Varietas Mansur, Mikrokristalin selulosa

### ABSTRACT

**THE PHARMACEUTICAL CHARACTERISTICS STUDY OF MICROCRYSTALLINE CELLULOSE FROM RICE STRAW OF BALI'S LOCAL VARIETIES.** Bali is famous for its agricultural system in Indonesia. Rice became the major agricultural commodities in Bali with its local varieties, Mansur. However, utilization of waste product not optimal. Cellulose that contained in rice straw is very high. It is potential to use rice straw for raw material of microcrystalline cellulose (MCC). Therefore, in this study, it needs to investigated the pharmaceutical characteristics of MCC from Mansur's rice straw to improve the utilization of rice waste product as an excipient in pharmaceutical formulation. There are two stage for produce MCC., namely delignification process and acid hydrolysis process. In first stage, it use NaOH solution at various concentrations (5%, 7,5%, 10%, 12,5% and 15%) for 24 hours. Acid hydrolysis process carried out by using HCl 2.5 N. MCC in various concentrations of NaOH then determined their pharmaceutical characteristics which are cellulose content, organoleptic, humidity, water solubility, pH, bulk density, tapped density, Carr's Index and Scanning Electron Microscope (SEM). In this study, MCC have been produced from Mansur's rice straw (MCCMS). In delignification process, the variation of NaOH concentration causes a differences cellulose content. The pharmaceutical characteristics, MCCMS-7.5% has the highest content of cellulose with a quite good of Carr's Index.

**Keywords:** Rice straw, Mansur's varieties, Microcrystalline cellulose

## PENDAHULUAN

Pada tahun 2013, Provinsi Bali memproduksi padi sebanyak 882.902 ton gabah kering giling dan menjadikannya sebagai salah satu kabupaten yang memproduksi padi tertinggi [1]. Salah satu padi lokal yang unggul dan tetap lestari hingga saat ini di Bali adalah padi Mansur. Padi ini sebagian besar dibudidayakan oleh petani di Kecamatan Penebel, Kabupaten Tabanan. Saat ini jerami yang merupakan limbah pertanian padi, masih belum dimanfaatkan secara optimal. Jerami hanya dimanfaatkan untuk pakan ternak. Jerami padi mengandung sekitar 40% selulosa [2]. Selulosa merupakan unsur struktural dan komponen terpenting dari dinding sel tumbuhan. Dengan melarutkan selulosa dalam larutan alkali kuat maka akan diperoleh selulosa yang hampir murni yang disebut  $\alpha$ -selulosa. Kadar  $\alpha$ -selulosa yang tinggi menunjukkan kemurnian dari mikrokristalin selulosa yang dihasilkan [2-4]. Pelarutan dengan senyawa alkali ini juga menyebabkan perusakan struktur lignin. Proses ini disebut dengan delignifikasi. Adanya struktur lignin yang masih terdapat dalam jerami padi dapat menghambat penetrasi asam ketika reaksi hidrolisis berlangsung [2].

Proses delignifikasi dalam pembuatan produk mikrokristalin selulosa dapat dilakukan dengan menggunakan larutan basa, salah satunya adalah NaOH. Widodo,dkk (2013) menyatakan bahwa proses delignifikasi terbaik pada ubi kayu menggunakan larutan NaOH pada konsentrasi 25% [5]. Hasil penelitian Fitriani (2013) menyatakan bahwa proses delignifikasi pada tongkol jagung terbaik diperoleh pada konsentrasi NaOH 10% [2]. Hasil serupa juga dinyatakan oleh Ikbal (2010) dalam penelitian tentang bioetanol dari jerami padi [6].

Dalam penelitian ini ingin diketahui karakteristik farmasetis yang dihasilkan dari mikrokristalin selulosa jerami padi varietas Mansur (MCCMS) terhadap penggunaan larutan NaOH pada berbagai konsentrasi (5%,7,5%,10%,12,5% and 15%) dalam proses delignifikasi. Hasil MCCMS dilakukan evaluasi karakteristik farmasetis yang meliputi penentuan kadar  $\alpha$ -selulosa, pengamatan organoleptis, kelembaban, kelarutan dalam air, pH, bobot jenis nyata, bobot jenis mampat, Indeks Carr dan Scanning Electron Microscope (SEM)

## METODE PERCOBAAN

### Bahan dan Alat

Jerami padi (*Oryza sativa*) varietas Mansur diperoleh dari Jatiluwih, Kabupaten Tabanan, Bali; NaOH *pro analis* (Bratacem), larutan HCl *pro analis* (Bratacem); dan akuades *pro analis* (Bratachem).

Alat yang digunakan dalam penelitian adalah Electromagnetic Shieve Shaker EMS-8 dengan ayakan mesh 40 untuk mengayak sediaan, Tap density meter Electrolab ETD 1020 untuk pengujian bobot jenis nyata dan bobot jenis mampat.

## Cara Kerja

### Pembuatan Serbuk Jerami Padi (*Oryza sativa*)

Jerami padi varietas Mansur dikeringkan kemudian diserbuk dan diayak dengan pengayak mesh 40 sampai diperoleh serbuk halus. Serbuk jerami disimpan dalam wadah kering dan tertutup rapat.

### Proses Delignifikasi

Satu bagian serbuk jerami padi varietas Mansur direndam dengan sepuluh bagian NaOH selama 24 jam. Digunakan 5 variasi konsentrasi NaOH yaitu 5%,7,5%, 10%, 12,5% and 15%). Setelah 24 jam, rendaman disaring kemudian endapan dicuci dengan air hingga pH air hasil cucian berkisar antara 6-7.

Tabel 1. Variasi konsentrasi larutan NaOH dalam proses delignifikasi

Formula	Konsentrasi NaOH (%)
MCCMS-5%	5
MCCMS-7,5%	7,5
MCCMS-10%	10
MCCMS-12,5%	12,5
MCCMS-15%	15

### Pembuatan Mikrokristalin Selulosa Jerami Padi varietas Mansur (MCCMS)

Endapan hasil delignifikasi direndam dalam 600 mL HCl 2,5 N dan diaduk selama 10 menit hingga terbentuk suspensi. Suspensi MCCMS dicuci dengan air hingga air cucian memiliki pH 6-7. MCCMS dikeringkan pada suhu 50 °C dan diayak dengan mesh 60.

### Evaluasi Karakteristik Farmasetis

#### 1. Penentuan Kadar $\alpha$ -Selulosa

Kadar  $\alpha$ -selulosa dari MCCMS ditentukan berdasarkan metode Uji Kadar Selulosa Alfa, Beta dan Gamma yang tercantum dalam Standar Nasional Indonesia [7]. Persamaan (1) digunakan untuk menghitung kadar  $\alpha$ -selulosa MCCMS :

$$x = 100 - \frac{6,25 (V1-V2) \times N \times 20}{A \times W} \dots\dots (1)$$

Dimana:

- X = Kadar  $\alpha$ -selulosa(%)
- V1 = Volume titrasi blanko (mL)
- V2 = Volume titrasi filtrat *pulp* (mL)
- N = Normalitas larutan ferro ammonium sulfat
- A = Volume filtrat *pulp* yang dianalisa (mL)
- W = Berat kering *pulp* (g)

Tabel 2. Hasil penentuan kadar  $\alpha$ -selulosa pada berbagai MCCMS.

Evaluasi	MCCMS-5%	MCCMS-7,5%	MCCMS-10%	MCCMS-12,5%	MCCMS-15%
Organoleptik	Berbentuk serbuk, berwarna putih dan tidak berbau				
Kelembaban (%)	3,25±0,07	3,35±0,07	3,48±0,05	3,67±0,11	3,81±0,04
Kelarutan (%)	0,2287±0,1881	0,1787±0,1216	0,1874±0,1056	0,2655±0,2221	0,3215±0,1176
pH	5,37±0,15	5,61±0,19	6,34±0,24	6,43±0,30	6,24±0,13
Bobot Jenis Nyata (g/mL)	0,13±0,01	0,12±0,01	0,11±0,01	0,11±0,02	0,13±0,01
Bobot Jenis Mampat (g/mL)	0,18±0,01	0,17±0,01	0,16±0,01	0,15±0,02	0,18±0,01
Indeks Carr (%)	25,64±0,01	30,07±0,01	33,80±0,01	27,63±0,01	31,69±0,01

2. Pengamatan Organoleptis

MCCMS dilakukan pengamatan orgnoleptis yang meliputi pengamatan terhadap bentuk, warna, dan bau.

3. Kelembaban

Sebanyak 1 gram MCCMS diuji dengan alat pengukur kelembaban pada suhu pengamatan 60 °C selama 15 menit hingga diperoleh persen kelembabannya.

4. Kelarutan Dalam Air

Diambil sejumlah 5 g MCCMS kemudian larutkan dalam 80 mL air selama 10 menit. Saring larutan tersebut dengan kertas saring. Uapkan kertas saring hingga kering lalu panaskan pada 105 °C selama 1 jam. Timbang bobot kertas saring yang telah dikeringkan.

5. pH

Ditimbang 2 g serbuk MCCMS lalu campur dengan 100 mL air suling. Kocok selama 5 menit, dan sentrifugasi. Ukur pH dengan pH meter.

6. Bobot Jenis Nyata dan Bobot Jenis Mampat

Sebanyak 20 gram serbuk selulosa mikrokrystal dan dimasukkan ke dalam gelas ukur 100 mL. Dicatat volumenya ( $V_0$ ). Setelah itu, dilakukan pengetukan sebanyak 500 kali dan dicatat volume yang dihasilkan ( $V_{500}$ ). Bobot jenis nyata ( $\bar{n}_B$ ) dan bobot jenis mampat ( $\bar{n}_T$ ) dihitung berdasarkan perbandingan antara bobot dengan volume yang terbentuk.

7. Indeks Carr

Indeks Carr menunjukkan kemampuan kompresibilitas suatu serbuk. Hal ini dihitung berdasarkan persamaan berikut :

$$Index Carr = \frac{\rho_T - \rho_B}{\rho_T} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

Dimana:

- $\rho_B$  = Bobot jenis nyata
- $\rho_T$  = Bobot jenis mampa

8. Scanning Electron Microscope (SEM)

Struktur morfologi permukaan MCCMS diamati dengan alat Scanning Electron Microscope dan

dibandingkan dengan produk komersial yang umumnya digunakan dalam formulasi sediaan farmasi.

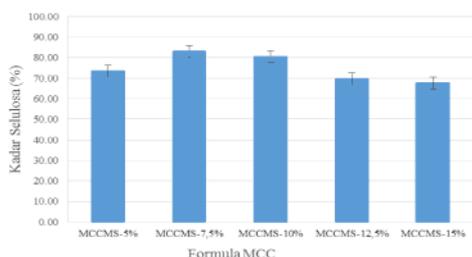
**HASIL DAN PEMBAHASAN**

Pembuatan MCCMS diawali dengan pembentukan serbuk jerami padi. Kemudian, serbuk diproses menjadi bentuk pulp melalui 2 tahapan yaitu proses delignifikasi menggunakan NaOH pada berbagai konsentrasi dan proses hidrolisis dengan larutan HCl 2,5 N.

Pada reaksi delignifikasi, digunakan larutan NaOH yang merupakan larutan pengembang terbaik untuk proses pulping. Kation  $Na^+$  dalam larutan NaOH akan menyusup ke dalam pori-pori di antara bidang kisi selulosa. Hal ini diikuti dengan masuknya molekul air sehingga proses pengembangan kisi selulosa menjadi optimal [8]. Dalam proses hidrolisis, dipakai larutan HCl 2,5N. Ion  $H^+$  dari HCl akan memecah ikatan glikosidik pada selulosa dan hemiselulosa sehingga terbentuk monomer gula sederhana. Selain itu, proses hidrolisis juga membantu pelepasan lignin dari selulosa kompleks dan hemiselulosa serta memecah lignin menjadi partikel selulosa sederhana [8,9]. Setelah reaksi delignifikasi dan hidrolisis, pulp yang terbentuk kemudian dikeringkan hingga dihasilkan serbuk MCCMS. Hasil dari masing-masing MCCMS kemudian dilakukan evaluasi karakteristik farmasetis.

Pengujian kadar  $\alpha$ -selulosa dilakukan untuk menentukan tingkat kemurnian dari MCCMS yang dihasilkan [8]. Semakin tinggi kadar  $\alpha$ -selulosa yang diperoleh maka semakin tinggi pula tingkat kemurnian MCCMS. Hal ini juga berkaitan dengan semakin optimalnya reaksi delignifikasi yang terjadi. Hasil penentuan kadar  $\alpha$ -selulosa berbagai MCCMS dapat dilihat pada Tabel 2.

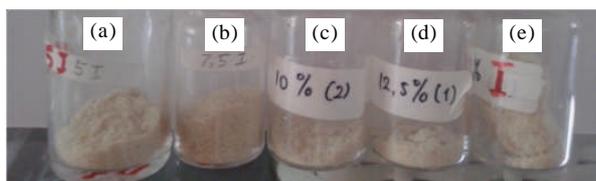
Pembentukan  $\alpha$ -selulosa yang optimal terjadi pada pemakaian NaOH sebesar 7,5% (Gambar 1). Hal ini ditandai dengan terbentuknya kadar  $\alpha$ -selulosa terbesar dibandingkan dengan MCCMS lainnya. Peningkatan kadar NaOH ternyata tidak sebanding dengan peningkatan kadar  $\alpha$ -selulosa yang dihasilkan. Hal ini dapat dilihat dari pemakaian NaOH pada konsentrasi 10%, 12,5% dan 15%. Pada pemakaian tersebut, terjadi penurunan kadar  $\alpha$ -selulosa seiring dengan peningkatan



**Gambar 1.** Hasil penentuan kadar  $\alpha$ -selulosa pada berbagai MCCMS.

konsentrasi NaOH yang digunakan dalam proses delignifikasi. Pemakaian konsentrasi NaOH yang tinggi dapat mengakibatkan hancurnya kisi selulosa akibat pengembangan yang terlalu kuat [10]. Berdasarkan penelitian ini, penggunaan larutan NaOH 7,5% telah mampu membuka pori-pori selulosa secara optimal dalam proses delignifikasi.

Pengujian organoleptis memberikan hasil bahwa semua MCCMS memiliki bentuk, warna dan bau yang sama (Tabel 2). Hal ini menunjukkan penambahan senyawa kimia yaitu larutan basa tidak mengubah penampilan fisik dari produk MCCMS yang dihasilkan (Gambar 2).



**Gambar 2.** Organoleptis pada berbagai MCCMS (a: MCCMS-5%; b: MCCMS-7,5%; c: MCCMS-10%; d: MCCMS-12,5%; dan e: MCCMS-15%).

Hasil yang sama juga ditunjukkan pada pengujian kelembaban. MCCMS pada berbagai konsentrasi NaOH memiliki nilai kelembaban yang tidak berbeda bermakna dan masih berada dalam rentang persyaratan 1-5% [11]. Hal ini menunjukkan bahwa produk MCCMS yang dihasilkan memiliki kualitas yang baik.

Kelarutan MCCMS dalam air digunakan untuk menentukan kemurnian MCC. Hal ini didasarkan atas kelarutan gula sederhana seperti xilosa, selulosa dan manosa dalam air. Kelarutan gula sederhana lazimnya kurang dari 0,24% [12]. Berdasarkan data pada Tabel 2, persen kelarutan terkecil diperoleh pada MCCMS-7,5%. Semakin kecil persen kelarutan MCCMS maka semakin sedikit kadar lignin yang terkandung di dalamnya. Hal ini menunjukkan bahwa proses delignifikasi oleh NaOH telah optimal. Hasil delignifikasi yang optimal juga ditunjukkan melalui perolehan kadar  $\alpha$ -selulosa yang tinggi dimana hasil tersebut diperoleh pada MCCMS-7,5%.

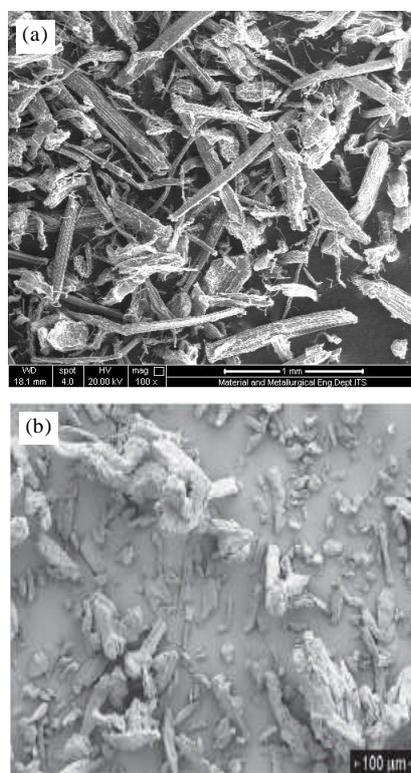
Pengukuran pH menunjukkan hasil bahwa MCCMS pada berbagai konsentrasi NaOH memiliki pH yang memenuhi persyaratan yaitu berkisar antara 5-7,5 [11]. Nilai pH kurang dari 5 atau lebih dari 7,5 dapat

menyebabkan terjadinya reaksi *overreaction* apabila MCC tersebut diformulasikan dengan zat aktif dalam suatu formula sediaan farmasi [12]. Hal ini akan mengurangi kualitas MCC yang dihasilkan.

Kemampuan serbuk untuk menjadi bentuk yang lebih mampat dan stabil ketika diberikan energi tekanan disebut sebagai daya kompresibilitas. Kemampuan ini ditunjukkan melalui Indeks Carr dimana hasil diperoleh melalui pengujian bobot jenis nyata dan bobot jenis mampat (Tabel 2). Indeks Carr dari MCCMS berbagai konsentrasi NaOH menunjukkan hasil yang berada pada rentang 18-32%. Hal ini menunjukkan bahwa semua MCCMS memiliki sifat kompresibilitas yang cukup baik sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan tambahan dalam formulasi sediaan farmasi.

Studi terhadap karakteristik farmasetis MCCMS dilanjutkan dengan pengamatan morfologi melalui pengujian *Scanning Electron Microscope (SEM)*. Uji ini bertujuan untuk memperkuat tampilan fisik dari MCCMS yang akan dibandingkan terhadap produk komersial yang beredar di pasaran. MCCMS yang diamati adalah MCCMS-7,5% karena pada konsentrasi NaOH 7,5% ini telah diperoleh kadar  $\alpha$ -selulosa yang paling tinggi dan menunjukkan bahwa proses delignifikasi telah berlangsung secara optimal. Produk pembandingan yang digunakan adalah Avicel® PH 101.

Gambar 3 menunjukkan bahwa hasil uji SEM MCCMS-7,5% dan Avicel® PH 101 memiliki bentuk morfologi yang sama yaitu berbentuk jarum batang.



**Gambar 3.** Hasil uji SEM dengan pembesaran 100 kali dari MCCMS-7,5% (a) dibandingkan dengan Avicel® PH 101 dan (b) pustaka [12].

MCCMS-7,5% memiliki struktur batang dengan ukuran yang hampir seragam jika dibandingkan dengan Avicel® PH 101. Oleh sebab itu, produk MCCMS-7,5% dapat dinyatakan sebagai produk yang baik dan memiliki morfologi yang menyerupai dengan produk komersial di pasaran.

## KESIMPULAN

Pada penelitian ini, telah dihasilkan produk MCC dari jerami padi varietas Mansur (MCCMS). Adanya variasi konsentrasi NaOH pada proses delignifikasi menyebabkan adanya perbedaan kandungan  $\alpha$ -selulosa. Dari karakteristik farmasetis, MCCMS-7,5% memiliki kandungan selulosa paling tinggi dan Indeks Carr yang cukup baik.

## DAFTAR ACUAN

- [1]. Badan Pusat Statistik. “Produksi padi, jagung dan kedelai dari angka ramalan 1 (Aram 1) 2014 ke angka tetap (Atap) 2013”. BPS Provinsi Bali No. 43/07/51 Tahun VIII. 2014.
- [2]. Fitriani, Saiful B., dan Nurhaeni. “Produksi Bioetanol Tongkol Jagung (*Zea mays*) Dari Hasil Proses Delignifikasi”. *Journal of Natural Science*, vol. 2, no. 3, pp. 66-74, 2013.
- [3]. Herawan, T., Rivani, M., Sinaga, K., dan Sofwan, A.G. “Pembuatan Mikrokrystal Selulosa Tandan Kosong Sawit Sebagai Bahan Pengisi Tablet Karoten Sawit”. *Skripsi*, Universitas Sumatera Utara, 2013.
- [4]. Rohana, N. A., E. Mardiah., dan Afrizal. “Produksi Selulase dari *Aspergillus Niger* dan Kemampuannya Menghidrolisis Ampas Tebu”. *Jurnal Kimia Unand*, vol. 2, no. 2, pp. 22-28, 2013.
- [5]. Widodo, L. U., Ketut, S., Caecilia, P., dan Novel, K. “Pemisahan Alpha-Selulosa dari Limbah Batang Ubi Kayu Menggunakan Larutan Natrium Hidroksida”. *Jurnal Teknik Kimia*, vol. 7, no. 2, hal. 43-47, 2013.
- [6]. Ariyani, E., Ersanghono, K., dan Supartono. “Produksi Bioetanol dari Jerami Padi (*Oryza Sativa*)”. *Indonesia Journal of Chemical Science*, vol. 2, no. 2, pp. 169-173, 2013.
- [7]. Badan Standardisasi Indonesia. “Pulp-Cara Uji Kadar Selulosa Alfa, Beta, dan Gamma : 0444. SNI (Standar Nasional Indonesia)”. 2009.
- [8]. Ohwoavworhua, F.O. and T.A. Adelakun. “Some Physical Characteristics of Microcrystalline Cellulose Obtained from Raw Cotton of *Cochlospermum Planchonii*”. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, vol. 4, no.2, pp. 501-507, 2005.
- [9]. Adel AM, Abdul El-Wahab ZH, Ibrahim AA, and Al-Shemy MT. “Characterization of Microcrystalline Cellulose Prepared from Lignocellulosic Materials. Part II: Physicochemical Properties”. *Journal of Carbohydrat Polymer*, vol. 83, pp. 676- 687, 2011.
- [10]. Sumada, K., Tamara, P. E., and Alqani, F. “Isolation Study of Efficient  $\alpha$ -Cellulose from Waste Plant Stem *Manihot Esculenta Crantz*”. *Jurnal Teknik Kimia*, vol. 5, no.2, pp. 434-438, 2011.
- [11]. Rowe, R. C., P. J. Sheskey, and M. E. Quinn. *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, 7<sup>th</sup> Ed. USA, Pharmaceutical Press., 2013, pp. 129.
- [12]. Ejikeme P. M. “Investigation of the Physicochemical Properties of Microcrystalline Cellulose from Agricultural Wastes I : Orange Mesocarp”. *Journal of Cellulose*, vol. 15, pp. 141-147, 2008.