Jurnal Sains dan Teknologi Farmasi, Vol. 7, No. 2, 2002, 80 – 87
Akreditasi Dikti Depdiknas RI No. 69/DIKTI/Kep/2000

ISSN : 1410-0177

Pembuatan Mikrokristalin Selulosa dari Jerami Padi (*Oryza sativa* Linn) dengan Variasi Waktu Hidrolisa

Auzal Halim*, Elfi Sahlan Ben dan Ermi Sulastri
Jurusan Farmasi, Fakultas MIPA Universitas Andalas Padang

Diterima : 1 Agustus 2002; Disetujui 2 September 2002

Abstract

A study about the influence of time on the hydrolisis of "rice straw " to produce microcrystalline cellulose has been done. The hydrolytic process was conducted in 2,5 N hydrochloric acid solution at 100^0 C for 1 hour, 1,5 hours, 2 hours, 2,5 hours respectively. The physical properties of microcrystalline cellulose yielded were compared to those of Vivacel®102. The results indicated that there was a decrease in the true density value with the increase in hydrolytic time of the microcrystalline cellulose yielded, where as its water adsorption capacity, tapped and untapped density values increased. Noticing the physical properties of microcrystalline cellulose, it seemed that the physical properties of microcrystalline obtained from hydrolisis of the "rice straw " in 2,5 N hydrochloric acid solution at 100^0 C for 1.5 hours the were more similar to those of Vivacel®102.

Keywords : microcrystalline cellulose, *Oryza sativa* and hydrolisis

Pendahuluan

Pemanfaatan limbah padi di Indonesia sudah banyak dilakukan, terutama untuk bidang pertanian, seperti dedak padi untuk makanan ternak, sekam padi untuk alas kandang ayam dan jerami padi untuk makanan ternak atau media penanaman jamur. Pemanfaatan untuk bidang industri masih terbatas, padahal beberapa sifat yang ada dalam limbah tersebut, baik sifat fisik maupun kimia dapat dimanfaatkan lebih lanjut untuk bidang industri (Soenaryo, Damardjati, Syam, 1991). Meskipun potensi jerami untuk pakan cukup besar, jerami yang ada ternyata tidak banyak dimanfaatkan. Hasil survei menunjukkan bahwa hanya 4% dari jerami padi yang dimanfaatkan untuk pakan dan 96 % dibuang (Soenaryo, Damardjati, Syam, 1991; Halim 1999).

Komposisi kimia jerami padi menunjukkan bahwa kandungan selulosanya cukup tinggi yaitu sekitar 40% (Halim 1999). Selulosa juga terdapat pada kapas sebanyak 95-99%, rami 80-90 %, kayu 40-50% dan kulit kayu 20-30% (Fengel, Wegener, 1995; Halim, 1995; Gascoigne, Gascoigne, 1994).

*Corresponding author . Telp. 62-751-71682, Fax: 62-751-72118
E-mail : farmasi-unand@telkom.net

Selulosa merupakan produk organik yang melimpah, terdapat pada dinding sel kayu atau produk tanaman lainnya (Fengel, Wegener, 1995; Sjostrom 1995; Winarno, 1997). Dengan melarutkan selulosa dalam larutan alkali kuat maka akan diperoleh selulosa yang hampir murni yang disebut α-selulosa dan dengan merendam α-selulosa dalam asam pada suhu tinggi, kemudian dihaluskan secara mekanik akan didapatkan mikrokristalin selulosa (Fengel, Wegener, 1995; Halim , 1995).

Proses hidrolisa dengan menggunakan HCL akan terjadi penurunan berat molekul selulosa dari 300.000 sampai 500.000, menjadi 30.000 sampai 50.000 BM, begitu juga derajat polimerisasi dari 2000 sampai 3000 menjadi 200 sampai 300 pada MCC, sedangkan panjang rantai selulosa dari 10.000 – 18.000 ^{0} A akan menjadi 1000 – 1500 ^{0} A (Halim , 1999).

Mikrokristalin selulosa (MCC) banyak digunakan dalam sediaan padat farmasi dan sangat cocok untuk pembuatan tablet terutama untuk tablet cetak langsung, berfungsi sebagai bahan pengikat, pengisi dan sekaligus sebagai bahan penghancur dan akan menghasilkan tablet dengan kekerasan tinggi, tidak mudah rapuh dan mempunyai waktu hancur yang

relatif singkat serta dapat memperbaiki sifat aliran granul (Halim, 1995; Voigt, 1994).

Kebutuhan akan mikrokristalin selulosa dalam negeri semuanya berasal dari impor, adalah sangat relevan bila negara kita mulai memikirkan produksi mikrokristalin selulosa dalam negeri.

Berdasarkan hal tersebut diatas pada penelitian ini dicoba untuk mengolah jerami padi menjadi mikrokristalin selulosa dengan menvariasikan waktu hidrolisa. MCC yang diperoleh dibandingkan sifat-sifat fisiko kimianya dengan vivacel ® 102.

Metode Penelitian

Isolasi α selulosa

Bahan yang dipergunakan adalah jerami padi yang diambil dari persawahan disekitar kota Padang, dengan varietas yang sama. Yang dimaksud dengan jerami disini adalah bahagian batang padi yang telah dibuang daun, tangkai buah dan buahnya. Selanjutnya dirajang, dikeringkan dan diserbuk. Ditimbang sebanyak 1 kg, diolah untuk diambil α selulosa, dengan cara menghilangkan terlebih dulu lignin yang dikandungnya (Halim, 1999). Mikrokristalin selulosa dibuat dengan menghidrolisa α selulosa menggunakan HCl 2,5 N pada temperatur 100°C dengan memvariasikan waktu hidrolisa selama 1 jam; 1,5 jam; 2 jam dan 2,5 jam.

Penentuan Kadar α Selulosa

Penetapan kadar α - selulosa dilakukan menurut metoda SII 0443-81 secara gravimetri setelah β dan χ selulosa dipisahkan dengan cara pelarutan menggunakan NaOH. Endapan yang diperoleh ditimbang dan dihitung sebagai α - selulosa. (Halim, 1999).

Penetuan derajat polimerisasi MCC.

Penentuan derajat polimerisasi (DP) dilakukan dengan metoda viskositas (Stam, 1964; Jayme, El-Kodsi, 1968), menggunakan Viskometer kapiler. Pelarut yang digunakan adalah cupri hydroxida dalam ethylen diamin (CUEN). Dari data viskositas yang diperoleh dihitung DP dengan menggunakan rumus Staudinger.

Identifikasi Mikrokristalin Selulosa

Tentukan ukuran partikel dengan cara ayakan menggunakan 20 g serbuk selama 5 menit, menggunakan pengayak dengan besar lobang ayakan 37 μm. Jika lebih 5% yang tinggal diatas ayakan, campur 30 g MCC dengan 270 ml air, dan 45 d MCC dengan 255 m air. Kedua campuran ini diaduk dengan blender pada kecepatan tinggi selama 5 menit. Pindahkan 100 ml dispersi kedalam gelas ukur 100 ml, biarkan 3 jam, harus diperoleh; suatu dispersi yang bebas gelembung, buram dan bewarna putih. Tidak ada terbentuk suatu cairan supernatan pada permukaan (USP XXI , 1985).

Uji sifat-sifat Fisiko Kimia MCC

Susut pengeringan, sisa pemijaran dan penentuan pH dilakukan menurut USP XXI; Bj benar ditentukan dengan metoda piknometer cairan; Bj nyata dan Bj mampat ditentukan dengan menggunakan tap volumeter; luas permukaan spesifik ditentukan dengan menggunakan alat Fisher Sub-Sieve Sizer; Daya penyerapan air ditentukan dengan menggunakan metoda Enslin; sedangkan adsorbsi isotherm ditentukan dengan menggunakan metoda desikator (Halim 1999).

Pemeriksaan Spektrum Infra merah .

Spektrum IR dari MCC dibandingkan dengan spektrum IR Vivacel 102, menggunakan Spktrofotometer Infra merah Perkin Elmer FTIR 1725 X.

Penetuan sifat Kristalografi MCC.

Sifat kristalografi MCC yang dihasilkan, ditentukan menggunakan X . – Ray difraktogram; Rontgengoniometer PW 1730 Fa – Philips, sinar Cu Kα 40 kv, 20 mA, Ni Filter, sebagai detektor digunakan Xenon PW 1730. Data-data yang diperoleh dibandingkan dengan data-data Vivacel 102.

Hasil dan Pembahasan

α-selulosa yang diperoleh dari jerami padi dihidrolisa dengan HCL 2,5 N pada temperatur 100^0 C. Waktu hidrolisa divariasikan selama 1; 1,5; 2 dan 2,5 jam. Mikrokristalin selulosa (MCC) yang

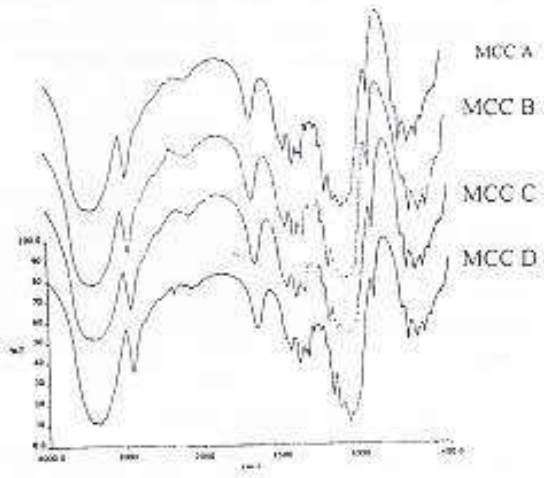
diperoleh dikeringkan pada suhu 50°C, dihaluskan secara mekanik menggunakan Ball Mill dan diayak dengan ayakan 250 µm. MCC yang dihasilkan diberi nama MCC A, MCC B, MCC C dan MCC D untuk waktu hidrolisa 1; 1,5; 2 dan 2,5 jam. Penentuan kadar α-selulosa yang dilakukan menurut metoda SII 0443-81/SNI 14-0444-89 seperti terlihat pada Tabel 1 menunjukkan angka yang cukup tinggi yaitu sekitar 40% dengan nilai derajat polimerisasi (DP) sebesar 299 untuk MCC A dan 257 untuk MCC D, sedangkan untuk vivacel diperoleh angka sebesar 275. Baehr (1991) mengukur DP dari Avicel 102 dengan metoda viskometer kapiler, menggunakan pelarut EWNN (Eisen-Weinsaeure – Natrium Komplek dalam NaOH), didapatkan nilai DP sebesar 299. Dari data tersebut terlihat bahwa makin lama waktu hidrolisa makin rendah derajat polimerisasi. Hal ini dapat dimengerti bahwa dengan bertambahnya waktu hidrolisa makin banyak polimer yang putus.

Tabel 1. Kadar MCC dari 1 Kg Jerami dan DP (Derajat Polimerisasi)

No.	Mikrokristalin	Jumlah yang diperoleh	%	DP
1.	MCC A	400,72 g	40,07	299
2.	MCC B	391,16 g	39,11	287
3.	MCC C	383,90 g	38,39	268
4.	MCC D	388,14 g	38,81	257
5.	Vivacel 102			275

Pemeriksaan semua MCC dan vivacel 102 dilakukan menurut Farmakope Indonesia edisi III, USP XXI dan Martindale the Extra Pharmacopeia 28th ed. Pemeriksaan meliputi pemerian, kelarutan, susut pengeringan, sisa pemijaran dan identifikasi, dimana hasilnya memenuhi persyaratan seperti terlihat pada Tabel 2. Dari spektrum Infra merah semua MCC dibandingkan dengan vivacel 102, menunjukkan bahwa spektrum yang dihasilkan mempunyai puncak-puncak tranmisi yang terletak pada bilangan gelombang yang sama. Gambar 1 memperlihatkan spektrum IR mikrokristalin selulosa. Halim (1999) melaporkan puncak-puncak transmisi α-selulosa terletak pada bilangan gelombang yang sama dengan spektrum vivacel dan MCC, namun demikian puncak-puncak tersebut terlihat tidak begitu tajam. Hal ini mungkin disebabkan karena α-selulosa masih banyak mengandung bagian amorf karena belum dilakukan proses hidrolisa. Spektrum IR MCC hasil hidrolisa selama 1,5 jam dan 2,5 jam tidak begitu berbeda, tetapi dengan MCC hasil hidrolisa selama 1 jam cukup berbeda, dimana puncak-puncak tranmisinya kurang tajam. Beberapa literatur mengatakan bahwa proses hidrolisa terjadi pada daerah amorf, sehingga ratio antara daerah kristal dan daerah amorf menjadi lebih tinggi, seperti yang dilaporkan oleh Hermans dan Weidinger (Jayme, Roffael 1969).

Hasil pemeriksaan sifat-sifat fisika dari MCC A, MCC B, MCC C, MCC D dan Vivacel 102, didapatkan hasil yang berbeda-beda seperti terlihat pada Tabel 3. Hasil pemeriksaan bobot jenis benar memperlihatkan penurunan harga dengan bertambah lamanya waktu hidrolisa, sedangkan bobot jenis mampat terlihat peningkatan. Hal ini mungkin disebabkan, semakin lama waktu hidrolisa semakin banyak rantai selulosa yang putus membentuk selulosa baru dengan ukuran partikel yang lebih kecil dan terbukanya pori-pori dalam partikel.



Gambar 1. Spektrum IR MCC , α selulosa dan Vibacel 102.

Tabel 2. Hasil Pemeriksaan Mikrokristalin Selulosa Variasi Waktu Hidrolisa

Pemeriksaan Persyaratan			Pengamatan			
			MCC A	MCC B	MCC C	MCC D
1	Pemeriksaan - Bentuk - Warna - Bau	Serbuk halus Putih Tidak berbau	Serbuk halus Putih Tidak berbau	Serbuk halus Putih Tidak berbau	Serbuk halus Putih Tidak berbau	Memenuhi persyaratan
2	Kelarutan : Dalam air Dalam asam Dalam etanol 95%.	 Praktis tidak larut Praktis tidak larut Praktis tidak larut	 Praktis tidak larut Praktis tidak larut Praktis tidak larut	 Praktis tidak larut Praktis tidak larut Praktis tidak larut	 Praktis tidak larut Praktis tidak larut Praktis tidak larut	Memenuhi persyaratan
3	Susut Pengeringan	Maksimum 5%	4,3 %	4,4%	4,7%	4,6 %
	Sisa Pemijaran	Tidak lebih dari 0,1%	0,07%	0,05%	0,08%	0,06%
5	pH	5,5 – 7	6,4	6,2	6,8	6,7
6	Zat yang tidak larut dalam air	Tidak lebih dari 0,1%	0,14%	0,11%	0,12%	0,15%
7	Amylum	Tidak bereaksi dengan iodium	Negatif	Negatif	Negatif	Negatif
8	Identifikasi	Putih , tidak tembus cahaya ,tidak membentuk cairan bening pada permukaan	Putih , tidak tembus cahaya, tidak membentuk cairan bening pada permukaan	Putih , tidak tembus cahaya, tidak membentuk cairan bening pada permukaan	Putih , tidak tembus cahaya, tidak membentuk cairan bening pada permukaan	Memenuhi persyaratan

Harga kompresibilitas meningkat dengan meningkatnya lama hidrolisa, hal ini sejalan dengan bertambahnya luas permukaan spsifik, yang memungkinkan bertambahnya interaksi antar partikel, baik jenis maupun jumlahnya, sehingga sebagai bahan pembantu pembuat tablet, baik sebagai pengisi, maupun pengikat akan bertambah baik.

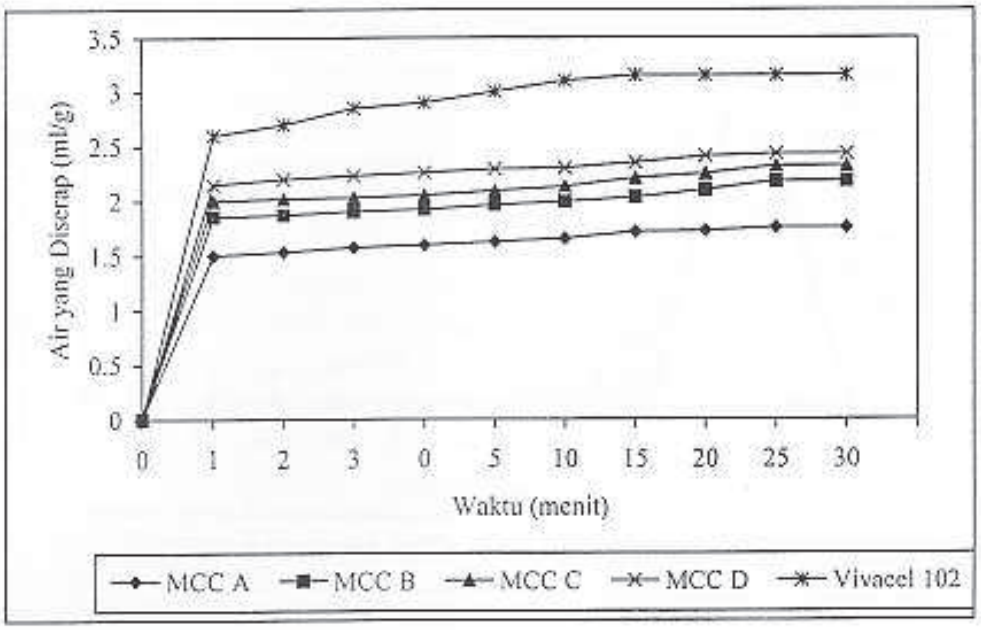
Suatu hal yang menarik adalah daya penyerapan Vivacel 102 lebih tinggi dari MCC yang dihasilkan, walaupun demikian disini terlihat (Gambar 2), bahwa makin lama waktu hidrolisa makin besar daya penyerapan air, MCC A dengan lama hidrolisa 1 jam memperlihatkan jumlah air yang diserap sekitar 1,5 ml/g, MCC D jumlah air yang diserap sekitar 2.2 ml/g, sedangkan vivasel 102 3ml/g setelah waktu 30 menit. Semua MCC memperlihatkan daya penyerapan yang cepat, dimana terlihat setelah waktu 1 menit kurva berjalan hampir sejajar dengan sumbu X, yang berarti hampir tidak ada lagi proses penyerapan, hal ini sesuai dengan apa yang dilaporkan oleh Halim (1995) bahwa mekanisme penyerapan air MCC berdasarkan daya kapiler. Gambar 3

memperlihatkan adsorbsi isotherm dari MCC dan vivacel 102. Disini terlihat bahwa semua kurva hampir berdempetan dan hampir berbentuk sigmoidal, hal ini sesuai dengan yang dilaporkan oleh Mbawasi 1988. Jumlah uap air yang diserap pada kelembaban relati 70% untuk semua MCC terlihat sama, hal ini mungkin disebabkan luas permukaan spesifik dari MCC tidak jauh berbeda.
Pada kurva distribusi ukuran partikel (gambar 4), terlihat bahwa ukuran partikel rata-rata vivacel lebih besar dari ukuran partikel MCC, hal ini sesuai dengan harga luas permukaan spesifiknya yang lebih rendah, sedangkan daya penyerapan air lebih besar, ini membuktikan bahwa mekanisme penyerapan air MCC berdasarkan daya kapiler seperti telah diuraikan diatas.

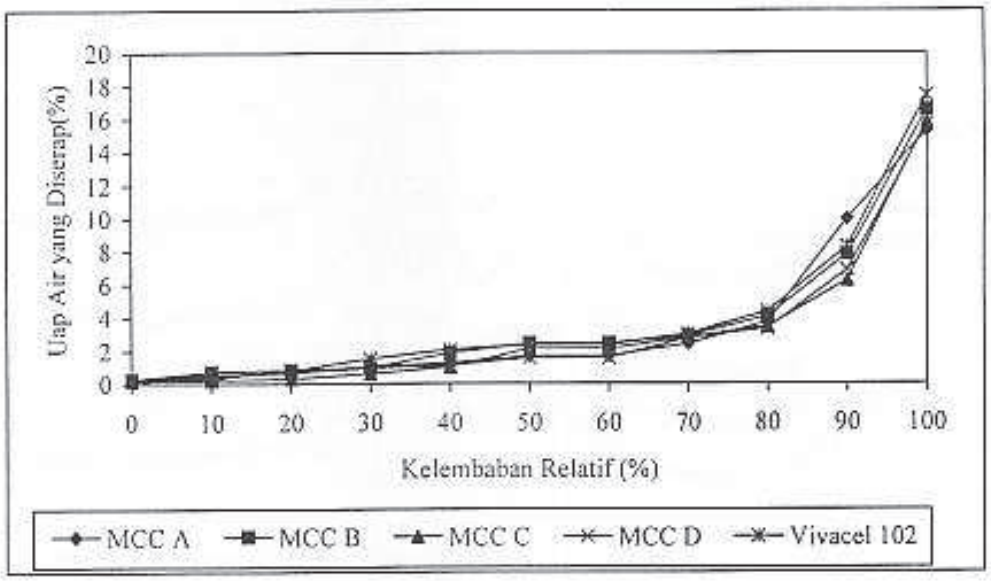
Gambar 5 memperlihatkan difraktogram sinar X dari MCC. Disini terlihat bahwa difraktogram semua MCC tidak jauh berbeda, ini menunjukkan bahwa sifat kristalografi semua MCC sama, perbedaan mungkin terletak pada indeks kristal dari masing-masing MCC, dimana terlihat makin lama waktu hidrolisa makin tinggi dan tajam puncak-puncak difraktogram. Hal ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh Jayme (Jayme, Roffale 1969). Peneliti ini menemukan bahwa makin lama waktu hidrolisa, makin tinggi indek kristal, yang dilakukan terhadap selulosa yang berasal dari berbagai material. Mereka menemukan bahwa pada awal pemanasan hidrolisa terjadi peningkatan indek kristal secara tajam dan pada 7 jam lama hidrolisa indek kristal tidak lagi berobah. Mbwasi (1988) menemukan indek kristal Avicel 102 sebesar 0,68. Setelah digerus menggunakan Ball Mill selama 600 menit indek kristal menjadi nol. Ini berarti sifat kristal Avicel telah hilang dan telah berobah menjadi bentuk Amorf.

Tabel 3. Hasil Pemeriksaan Sifat Fisika Partikel MCC dan Vivacel®102.

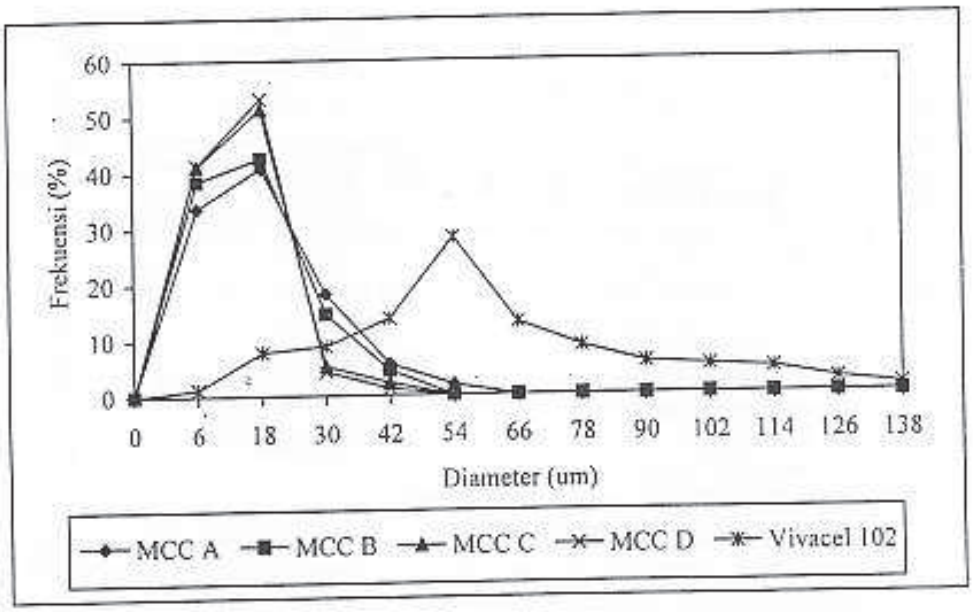
No.	Parameter Evaluasi	MCC A	MCC B	MCC C	MCC D	Vivacel® 102
1.	Bobot jenis nyata (g/ml)	0,4348	0,4444	0,4545	0,4762	0.4425
2.	Bobot jenis mampat (g/ml)	0,5714	0,6667	0,6896	0,7407	0,6452
3.	Bobot jenis benar (g/ml)	1,5834	1,5672	1,5621	1,5428	1,5748
4.	Faktor Hausner	1,3142	1,5002	1,5173	1,5554	1,4581
5.	Kompresibilitas (%)	23,91	33,34	34,0	35,71	31,42
6.	Sudut angkat (°)	34,71	34,09	33,54	32,92	27,52
7.	Luas permukaan spesifik (cm^2/g)	3759,62	3963,42	4238,74	4341,25	3382,93



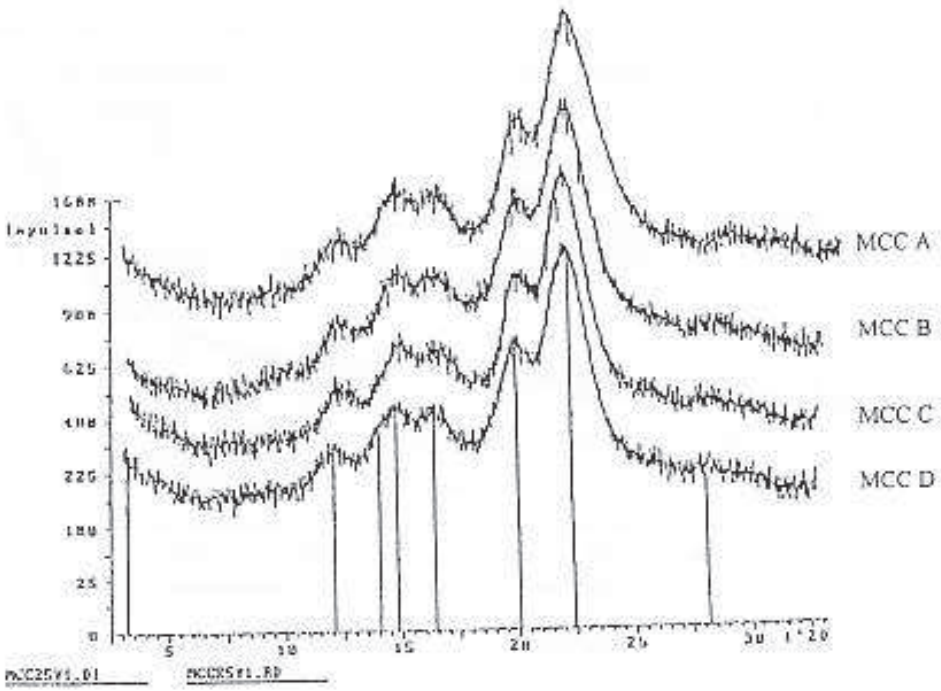
Gambar 2. Daya penyerapan air MCC dan pembanding Vivacel 102.



Gambar 3. Kurva Adsorpsi Isoterm Serbuk MCC dan Vivacel 102 .



Gambar 4. Kurva frekuensi distribusi ukuran partikel MCC dan Vivacel®102



Gambar 5 . Difraktogram sinar X MCC

Kesimpulan

Dari 1 kg jerami padi setelah dilakukan proses delignifikasidan hidrolisa sebagian diperoleh mikrokristalin selulose sekitar 40%. Parameter densiti murni MCC menurun dengan bertambahnya waktu hidrolisa, sedangkan daya penyerapan air, densiti benar dan densiti mampat meningkat. MCC yang dibuat dengan menggunakan HCl 2,5 N, temperatur 100°C dan lama proses hidrolisa 1½ jam memperlihatkan sifat-sifat fisiko kimia yang sama dengan Vivacel 102.

Daftar Pustaka

Anonim, 1985, United States Pharmacopeia XXI and National Formulary XVI. United States Pharmacopeial Convention' - Rockville

Anonim, SII. 0443-81/SNI 14-0444-89

Anonim, 1993, Martindale The Extra Pharmacopeia 30th Ed., Edited by James E.F Reynolds. The Pharmaceutical Press - London.

Baehr M.E., 1991 Untersuchung zur Struktur und zum Bindemechanismus von Cellulosepulvern. *Dissertation* (Dr. rer. nat) von der Naturwissenschaftlichen Fakultaet der Technischen Universitaet Carolo - Wilhelmina zu Braunschweig - Germany.

Fengel D., G. Wegener, 1995, Kayu, Kimia, Utrastruktur, Reaksi-reaksi, diterjemahkan oleh Harjono Sastroatmojo. Gajah Mada University Press. Yogyakarta.

Gascoigne, J.A., M.M Gascoigne, Biological Degradation of Cellulosa, Butterwoorths, London 1960. Noerono, Gajah Mada University Press Yogyakarta, 1994.

Halim A., 1995, Mikrokristalin selulosa sebagai bahan pembantu pembuatan Tablet, 2nd *Symposium of Vivacel*, Jakarta.

Halim A., 1999, Pembuatan dan uji sifat-sifat Teknologi Mikrokristalin Selulosa dari Jerami , *J. Sain Tek. Far.*,Vol. 4, No. 1, 1999.

Jayme G., G. El-Kodsi, 1968, Ueber ein neues Verfahren zur Herstellung praktisch sauerstoffunempfindlicher Cellulose-$EWNN_{mod}$ – Loesungen fuer Viskositaets-messungen und damit erhaltene Ergebnisse. *Das Papier* 22 (3).

Jayme G., Roffael E, 1969, Ueber die Aenderungen der Roentgenkristallinitaet bei der heteogene Hydrolyse der Cellulose. *Das Papier 23 (1).*

Mbawasi R.O., 1988, Enfluss der relativen Luftfeuchtigkeit auf die pulvertechnologischen Eigensachaften der Cellulose. *Dissertation* (Dr.rer. nat) von der Naturwissenschaftlichen Fakultaet der Technischen Universitaet Carolo - Wilhelmina zu Braunschweig - Germany.

Sjostrom E., Kimia Kayu, 1995, Dasar dan Penggunaan, Diterjemahkan oleh Hardjono Sastroatmojo, Penerbit Gajah Mada University Press, Yogyakarta.

Soenaryo E., Dj. S. Damardjati., M. Syam, 1991. Padi Buku 3, Badan Penelitian dan Pengembangan Penelitian, Pusat Penelitian dan Pengembangan Tanaman Pangan Bogor.

Stamp A.J. , 1964, Wood and Cellulose Science. The Ronald Press Company, New York.

Voigt R., M. Bornschein, 1982 Lehrbuch der pharmazeutischen Technologie, 4 auflage Verlag Chemie – Weinheim – New York.

Winarno F.G., 1997, Kimia Pangan dan Gizi, Gramedia Pustaka Utama, Jakarta.