

PEMBUATAN NATRIUM KARBOKSIMETIL SELULOSA (Na CMC) DARI BATANG RUMPUT GAJAH (*Pennisetum purpureum* Schumach)

Zulharmitta¹, Silvia Maryani² dan Roslinda Rasyid¹

¹Fakultas Farmasi, Universitas Andalas (UNAND), Padang

²Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi (STIFARM), Padang

ABSTRACT

A study on the preparation of sodium carboxymethyl cellulose (Na-CMC) from cellulose powder that was isolated from the stems elephant grass (*Pennisetum purpureum* Schumach) has been performed. Cellulose was purified using 17.5% of sodium hydroxide solution, then bleach, dried and crushed to obtain alpha cellulose. Alfa cellulose was etherified with sodium chloroacetate resulting sodium carboxymethyl cellulose, furthermore characterized: organoleptic, losses on drying, chemical identification, pH test and test with fourier transform infrared (FT-IR). The results showed that of 300 g stems elephant grass yield alpha cellulose as much as 92,54 g and 25 g of alpha cellulose produced Na-CMC as 16.92 g. Based on the characterization made Na-CMC and Na-CMC Merck® meet Indonesian Pharmacopoeia 3th edition requirement.

Keywords : sodium carbocoxymetyl cellulose, cellulose, stems elephant grass .

PENDAHULUAN

Rumput gajah (*Pennisetum purpureum* Schumach) merupakan tanaman yang dapat tumbuh di daerah dengan minimal nutrisi, sehingga tanaman ini dapat memperbaiki kondisi tanah yang rusak akibat erosi. Tanaman ini juga dapat hidup pada tanah kritis dimana tanaman lain relatif tidak dapat tumbuh dengan baik (Sanderson and Paul, 2008).

Indonesia mempunyai iklim yang mempermudah tumbuhnya rumput gajah, sehingga ketersediaan rumput gajah dapat secara kontinu melimpah. Rumput gajah merupakan salah satu tanaman yang kurang dimanfaatkan. Rumput gajah hanya digunakan sebagai makanan ternak, terkadang dianggap sebagai tanaman pengganggu, tetapi rumput gajah mempunyai kadar selulosa yang cukup tinggi dapat dimanfaatkan untuk berbagai keperluan dibidang industri farmasi (Sari, 2009).

Natrium karboksimetil selulosa (Na-CMC) merupakan salah satu turunan selulosa yang diproduksi secara komersial dalam jumlah yang lebih banyak daripada turunan selulosa yang lain (Sjostrom, 1998). Na-CMC adalah bahan tambahan penting di

bidang farmasi, makanan, kosmetik dan digunakan secara luas di bidang formulasi oral atau topikal dalam farmasi, seperti pengikat tablet, disintegran, dan penstabil emulsi. Na-CMC juga dikenal dengan nama Akucell®, Aquasorb®, Blanose®, Cellulose gum®, Na-CMCSodium®, E466®, Finnfix®, Nymcel®, SCMC®, Sodium carboxymethyl cellulose®, Sodium cellulose glycolate®, Sodium CMC®, Tylose CB® (Rowe, et al., 2006).

METODE PENELITIAN

Alat

Timbangan analitik (Mettler PM200®), Oven (Memmer®), blender, pipet gondok, spatel, gelas ukur, labu ukur, erlenmeyer, labu semprot, kertas saring (Whatman), bola hisap, pipet tetes, ayakan, alumunium foil, dan alat refluks dan spektrofotometer FT-IR.

Bahan

Batang rumput gajah, etanol, heksan, asam nitrat (HNO₃), natrium hidroksida (NaOH) (Bratako®), natrium hipoklorit (NaOCl) (Bayclin®), natrium nitrit (NaNO₂) (Bratako®), natrium sulfit (Na₂SO₃) (Bratako®), HCl (Merck®), aqua destilata,

natrium karbonat, natrium kloro asetat, 2-propanol, metanol, α - naftol, asam sulfat dan Na-CMC(Merck[®])

Pembuatan Reagen

a. Larutan α -naftol

Sebanyak 1 g α -naftol dilarutkan dalam larutan 6 g natrium hidroksida dan 16 g natrium karbonat dalam 100 ml air suling (Departemen Kesehatan RI, 1979).

b. Campuran natrium kloro asetat dan isopropanol

Natrium kloroasetat sebanyak 250 gram dilarutkan dalam 250 ml air suling pada suatu wadah, dicukupkan dengan isopropanol hingga 750 ml.

Prosedur Penelitian

Pengambilan sampel

Sampel batang rumput gajah (*Pennisetum purpureum*, S.) diambil di sekitar Desa Buluh Kasab, Kelurahan Maroseboulu, Kabupaten Batang Hari, Jambi.

Identifikasi sampel

Identifikasi Batang Rumput Gajah (*Pennisetum purpureum* Schumach) dilakukan di Herbarium Biologi Fakultas FMIPA Universitas Andalas Padang.

Pembuatan mikrokristalin selulosa

a) Pengolahan batang rumput gajah (*Pennisetum purpureum*, S.)

Batang rumput gajah dicuci, dirajang, dan diblender, kemudian dikeringkan pada suhu suhu kamar selama 3 hari. Sebanyak 300 g serbuk rumput gajah diekstrak dengan heksan-ethanol (2:1 v/v) dalam alat refluks selama 6 jam. Ampasnya kemudian dikeringkan pada suhu kamar (Ohwoavworhoa, et al., 2009).

b) Pemurnian selulosa

Sebanyak 300 g ampas kering dicampur dengan 4 liter asam nitrat 3,5% yang mengandung 40 mg natrium nitrit masukan dalam wadah beker glass kemudian panaskan dalam waterbath pada suhu 90°C selama 2 jam. Sisanya dicuci dengan air dan disaring dengan kertas saring. Ampasnya ditambahkan dengan 3 liter campuran larutan natrium hidroksida 2% dan natrium sulfit 2%, kemudian dipanaskan pada suhu 50°C selama 1 jam. Kemudian cuci, disaring dan diputihkan dengan 2 liter dengan campuran larutan natrium hipoklorit 3,5% dan air (1:1) didihkan selama 10 menit, campuran dicuci dan disaring untuk mendapatkan selulosa (Ohwoavworhua, et al., 2009).

c) Pemisahan alfa selulosa

Selulosa yang didapat dari batang rumput gajah ditambah dengan 2 liter natrium hidroksida 17,5% dipanaskan pada suhu 80°C selama 30 menit di saring. Hasilnya kemudian dicuci bersih dengan air, ampasnya ditambah dengan campuran natrium hipoklorit 3,5% dan air (1:1) dipanaskan pada suhu 100°C selama 5 menit, kemudian dicuci dengan air sampai filtratnya jernih, disaring dan diperas, lalu dikeringkan pada suhu 60°C dalam oven selama 1 jam. Maka diperoleh alfa selulosa (Ohwoavworhua, et al., 2009).

d) Pembuatan Na-CMC

Sebanyak 25 g alfa-selulosa yang diperoleh, direndam dalam 750 mL natrium hidroksida 30% w/v selama 1 jam. Kemudian disaring. Natrium selulosa yang diperoleh direaksikan dengan 750 mL campuran 250 g natrium kloroasetat dan isopropanol pada suhu 60°C selama 4 jam di dalam waterbath. Na-CMC yang didapat dengan proses ini disaring, dinetralkan dengan HCl 0,1 N, dan dicuci dengan etanol 96%. Setelah disaring, dikeringkan pada suhu 60°C dan kemudian digerus. Na-CMC yang didapatkan disimpan pada

suhu kamar di dalam desikator (He *et al.*, 2008; Rowe *et al.*, 2006; Ye *et al.*, 2005)

Pemeriksaan natrium karboksimetil selulosa

Pemeriksaan natrium karboksimetil selulosa meliputi, pemeriksaan organoleptis, identifikasi, susut pengeringan, uji pH, pengamatan dengan spektrofotometer FT-IR.

Susut Pengeringan

Serbuk sebanyak 1 gram di dalam krus porselein dan selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 3 jam atau hingga bobot konstan (Departemen Kesehatan RI, 1979).

Kemudian dihitung susut pengeringan dengan rumus :

$$X = \frac{(B - A) - (C - A)}{(B - A)} \times 100\%$$

A = Berat krus kosong (g)

B = Berat krus + sampel sebelum dikeringkan (g)

C = Berat krus + sampel setelah dikeringkan (g)

Pemeriksaan organoleptis

Pemeriksaan bentuk, warna, rasa, dan bau dari natrium karboksimetil selulosa dengan pembandingnya.

Identifikasi

Ditambahkan sedikit demi sedikit lebih kurang masing-masing 1 g serbuk Na-CMC dan NaCMC Merck® pada 50 ml air hangat sambil diaduk hingga mendispersi dengan rata, dilanjutkan pengadukan hingga diperoleh suspensi koloidal, dibiarkan hingga dingin. Diencerkan 1 ml dengan air volume sama, tambahkan 5 tetes larutan segar 1 g α-naftol dalam 25 ml metanol. Diteteskan 2 ml asam sulfat lewat dinding hingga terbentuk lapisan bawah; pada bidang batas terbentuk warna ungu merah (Departemen Kesehatan RI, 1979).

Uji pH

Sebanyak 1 gram serbuk diaduk dengan 100 mL air suling selama 5 menit dan diukur pHnya dengan pH meter (Ohwoavworhua *et al.*, 2009; Departemen Kesehatan RI, 1979).

Pengamatan dengan spektrofotometer Inframerah

Spektrum IR NaCMC dari rumput gajah di bandingkan dengan Na-CMC Merck® menggunakan spektrofotometer IR Perkin Elmer 735.

Analisa Data

Data-data yang di dapat kan NaCMC dari pada rumput gajah di bandingkan dengan Na-CMC Merck® sebagai standar baku. Data yang akan dianalisa dapat berupa grafik, diagram, tabel, dan angka. Rata-rata pengukuran kedua sampel uji t dua sampel independen.

HASIL

Hasil yang diperoleh dari penelitian yang dilakukan adalah sebagai berikut:

1. Jumlah perolehan alfa selulosa dari 300 gram batang rumput gajah yang telah dibersihkan dan dikeringkan adalah 92,5436 gram atau perolehan Na-CMC dari 25 gram dari alfa selulosa adalah 16,9200 gram atau 67,68%. Sehingga dari 300 gram didapatkan Na-CMC sebanyak 20,87 % .
2. Hasil pemeriksaan organoleptis yang berupa bentuk, warna, bau, dan rasa untuk Na-CMC dan Na-CMCMerck® berturut-turut adalah: serbuk halus, putih gading kuning, tidak berbau (Tabel I).
3. Identifikas Na-CMC dan Na-CMC Merck® dilakukan dengan penambahan 5 tetes larutan α-naftol dalam metanol dengan asam sulfat sama-sama menghasilkan warna ungu merah pada bidang batas (Tabel I).
4. Hasil uji susut pengeringan Na-CMC = 9,76% dengan standar deviasi = 0,1385;

sedangkan susut pengeringan Na-CMC Merck® = 8,99 % dengan standar deviasi = 0,0173 (Tabel I).

5. Hasil uji pH Na-CMC = 6,96 dengan standar deviasi = 0,2401 sedangkan uji pH Na-CMC Merck® = 6,74 dengan standar deviasi 0,1834 (Tabel 1).

PEMBAHASAN

pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah batang rumput gajah yang di ambil daerah sekitar buluh kasab kelurahan maroseboulu kabupaten batang hari jambi. Batang Rumput Gajah (*Pennisetum purpureum* Scumach) dari famili Poaceae merupakan penghasil selulosa yang baik. Tanaman ini dipilih karena banyak mengandung selulosa pada bagian batangnya. Selain itu tanaman ini juga mudah ditemukan dan banyak tumbuh disekitar kita sehingga mudah diolah menjadi natrium karboksimetil selulosa. Batang rumput gajah harus dipisahkan dari daun-daun yang menempel, dirajang, dikeringkan dan dijadikan serbuk agar penetrasi pelarut lebih sempurna dan untuk mendapatkan hasil yang homogen. Mereflik dengan heksan-etanol selama 6 jam bertujuan untuk menghilangkan senyawa polar dan non polar seperti lemak, lilin, klorofil, dan protein.

Pemanasan dengan larutan asam nitrat 3,5% dan 40 mg natrium nitrit pada suhu 90 °C selama 2 jam, bertujuan untuk menghilangkan lignin dalam bentuk nitro lignin yang dapat larut. Pemanasan dengan larutan NaOH 2% dan Na₂SO₃ 2 % selama 1 jam pada suhu 50 °C bertujuan untuk menyempurnakan pembebasan lignin dari ampas sehingga yang tersisa homoselulosa. Penambahan campuran larutan natrium hipoklorit 3,5% dan air (1:1) kemudian didihkan berguna untuk proses pemutihan. Penambahan 2 liter larutan NaOH 17,5 % dan panaskan pada suhu 80 °C selama 30 menit berguna untuk pemisahan antara alfa selulosa, β-selulosa dan γ- selulosa. Pemanasan dengan campuran larutan

NaOCl 3,5 % dan air (1:1) pada suhu 100 °C selama 5 menit bertujuan untuk menyempurnaan proses pemutihan, dimana akan diperoleh alfa selulosa (Ohwoavworhua, *et al.*, 2009).

Selanjutnya alfa selulosa yang telah diperoleh direndam di dalam larutan NaOH 30% selama 1 jam. Setelah disaring, dilanjutkan dengan proses karboksimetilasi menggunakan natrium kloroasetat dan isopropanol sehingga diperoleh natrium karboksimetil selulosa (Na-CMC), Na-CMC yang diperoleh tersebut selanjutnya akan dinetralkan dengan HCl 0,1 N dan dicuci dengan etanol 96%, lalu dikeringkan dan digerus (Fengel dan Wegener, 1995; He *et al.*, 2008; Rowe *et al.*, 2006; Ye *et al.*, 2005).

Pada penelitian ini didapat kan alfa selulosa dari sampel batang rumput gajah sebanyak 92,5436 gram dan Na-CMC yang di peroleh dari alfa selulosa sebanyak 16,9200 gram. Hasil alfa selulosa dan NaCMC yang diperoleh dari batang rumput gajah ini di pengaruhi oleh beberapa faktor antara lain sangat dipengaruhi oleh umur potong batang rumput gajah, jika rumput gajah dipotong pada saat muda maka kandungan selulosanya akan lebih sedikit bila dibandingkan dengan batang rumput gajah yang dipotong pada saat tua. Tempat pengambilan sampel juga mempengaruhi perolehan NaCMC karena berbeda tempat maka akan berbeda pula kandungan unsur hara tanahnya.

Setelah di dapat kan sampel NaCMC yang diperoleh dibandingkan dengan pembandingnya Na- CMC Merck® yang ada dipasaran. Maka dilakukan pengolahan data dengan uji t dua sampel independen, untuk melihat apakah kedua sampel hasil pengujinya berbeda nyata atau tidak berbeda nyata. Na-CMC yang diperoleh dari batang rumput gajah memiliki karakter yang hampir sama dengan NaCMC Merck® dan memenuhi persyaratan farmakope.

Pada hasil identifikasi dengan larutan segar α -naftol dalam metanol dengan asam sulfat NaCMC memperlihatkan hasil yang positif, yaitu terjadinya warna ungu merah pada bidang batas dan adanya filtrat yang menunjukkan terjadinya reaksi natrium sesuai dengan persyaratan farmakope Indonesia Edisi III. Sebagai pembanding Na-CMC Merck® juga memberikan hasil yang sama (Tabel I) (Departemen Kesehatan RI, 1979).

Hasil pemeriksaan pH Na-CMC dan Na-CMC Merck® memiliki nilai yang memenuhi syarat USP yaitu dengan rentang pH 6,5-8,5. Dengan proses penetralan yang cukup baik, pH NaCMC tidak jauh berbeda dengan pH NaCMC Merck®, yakni 6,96 sedangkan pH NaCMC Merck® adalah 6,74 (Tabel 1). Pada uji hipotesis antara pH NaCMC dan NaCMC Merck®, didapatkan t hitung = 0,2058 < t kritis = 4,3040. Maka H_0 diterima dan H_a ditolak. Dengan demikian tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara pH NaCMC dengan NaCMC Merck®.

Susut pengeringan NaCMC adalah 9,76 %, di mana nilai ini sangat tipis sekali dibawah nilai batas yang diperbolehkan pada Farmakope Indonesia edisi III yaitu 10% (Tabel 1). Sedangkan susut pengeringan NaCMC Merck® adalah 8,99%. Pada uji hipotesis antara susut pengeringan NaCMC dan NaCMC Merck®, didapatkan t hitung = 0,1177 < t kritis = 4,3127, maka H_0 diterima dan H_a ditolak. Dengan demikian tidak terdapat perbedaan yang signifikan antara susut pengeringan NaCMC dengan NaCMC Merck®.

Pada pembuatan NaCMC dari batang rumput gajah jika di dapatkan ukuran partikel yang besar pada NaCMC ini sehingga berpengaruh pada susut pengeringan yang nilainya lebih dari 10% dan apabila NaCMC ini masih mempunyai kadar air dalam NaCMC ini maka juga

akan berpengaruh pada nilai susut pengeringan lebih dari 10%.

Spektrum inframerah pada natrium karboksimetil selulosa yang dibuat dari batang rumput gajah pada ikatan gugus fungsi O-H tidak ada, pada ikatan gugus fungsi C=O terdapat bilangan gelombang 1677,71 cm^{-1} , pada ikatan gugus fungsi C-O-C terdapat bilangan gelombang 1285,60 cm^{-1} dan dari NaCMC Merck® sebagai pembanding didapatkan pada ikatan gugus fungsi O-H tidak ada, pada ikatan gugus fungsi C=O terdapat bilangan gelombang 1679,09 cm^{-1} dan pada ikatan gugus fungsi C-O-C terdapat bilangan gelombang 1283,78 cm^{-1} . Hasil spektrum inframerah dari NaCMC ini kurang bersih bila dibandingkan dengan spektrum inframerah NaCMC Merck®.



Gambar 1. Tumbuhan Batang Rumput Gajah



Gambar 2. Alat Refluks (Rumput Gajah Menggunakan Alat Refluks)

**Gambar 3.** Alfa Selulosa**Tabel 1.** Hasil Pemeriksaan Natrium Karboksimetil Selulosa dari Batang Rumph Gajah

No	Pemeriksaan	Persyaratan	Na-CMC Merck®	Na-CMC
1	Pemerian : Bentuk Warna Bau	Serbuk halus Putih kuning gading Tidak berbau (Farmakope Indonesia Edisi III) 1979)	Serbuk halus Putih kuning gading Tidak berbau	Serbuk halus Putih kuning gading Tidak berbau
2	Identifikasi: Serbuk sebanyak 1 gram didispersikan ke dalam 50 ml air hangat. Encerkan 1 ml dengan air volume sama, tambahkan 5 tetes larutan segar 1g 1-naftol dalam 25 ml metanol. Teteskan lewat dinding 2 ml asam sulfat hingga terbentuk lapisan bawah berwarna ungu merah	Pada bidang batas terjadi warna ungu merah	Pada bidang batas terjadi warna ungu merah	Pada bidang batas terjadi warna ungu merah
3	pH	pH 6,5 - 8,5 (USP 30)	pH 6,74 ± 0,1834	pH 6,96 ± 0,2401
4	Susut pengeringan	Kehilangan tidak boleh lebih dari 10% (Farmakope Indonesia Edisi III)	Kehilangan 8,99% ± 0,0173	Kehilangan 9,76% ± 0,0138



Gambar 4. Natrium Karboksimetil Selulosa



Gambar 5. NaCMC Merck®



Gambar 6. NaCMC dari Batang Rumput Gajah.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Jumlah perolehan alfa selulosa dari 300 gram Batang Rumput Gajah yang telah dibersihkan dan dikeringkan adalah 92,5436 gram atau Perolehan Na-CMC dari 25 gram alfa selulosa adalah 16,9200 gram atau 67,68%. Sehingga dari 300 gram didapatkan Na-CMC sebanyak 20,87 %.
2. Na-CMC yang diperoleh dari batang Rumput Gajah (*Pennisetum purpureum* Schumach) mempunyai sifat fisika dan sifat kimia yang hampir sama dengan Na-CMC Merck®
3. Hasil pengujian Na-CMC yang diperoleh dari Batang Rumput Gajah (*Pennisetum purpureum* Schumach) memenuhi persyaratan Farmakope Indonesia.

DAFTAR PUSTAKA

Departemen Kesehatan RI, 1979, Farmakope Indonesia (Edisi 3), Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.

He, X., Wu, S., Fu, D., and Ni, J., 2008, Preparation of Sodium Carboxymethyl Cellulose from Paper Sludge. *Journal of Chemical Technology and Biotechnology* , 84: 427-434.

Ohwoavworhua, F.O., Adelakun, T.A., dan Okhamafe A.O., 2009, *Processing Pharmaceutical Grade Microcrystalline Cellulose from Groundnut Husk: Extraction Methods and Characterization*, International Journal of Green Pharmacy, 70: 97-104.

Rowe, R.C., Shesky, P.J., Owen, S.C., 2006, *Handbook of Pharmaceutical Excipients*, London: Pharmaceutical Press.

Sanderson , M . A., and Paul, R. A., 2008, *Perennial Forages as Second Generation Bioenergy Crop.*, International Journal Of Molecur Sciences, 9: 768 – 788.

Sari, K., 2009, Purifikasi Bioentanol dari Rumput Gajah dengan Destilasi Batch. Surabaya: Universitas Pembangunan Nasional.

Sjostrom, E., 1998, Kimia Kayu: Proses Dasar dan Penggunaannya, terjemahan Hardjono Sastrohamidjono, Yogyakarta: Gajah Mada University press.

Ye, D., Montane, D., Farriol, X., 2005, Preparation and Characterization of Methylcellulose form Annual Cardoon and Juvenile Eucalyptus, *Journal of Carbohidrat Polymer*, 6: 446-454.