

OPTIMASI SINTESIS NATRIUM KARBOKSIMETIL SELULOSA DARI KULIT SINGKONG (*Manihot utilissima*) DAN PENGEMBANGANNYA SEBAGAI BAHAN *GELLING AGENT*

OPTIMIZATION OF SODIUM KARBOKSIMETILSELULOSA FROM SKIN OF CASSAVA (*Manihot utilissima*) AND DEVELOPMENT AS *GELLING AGENT*

Iwan Setiawan¹, Novena Yety Lindawati²Bevy Amalia³

¹Farmasetika dan Teknologi Farmasi Unit, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional

²Kimia Analisis Unit, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional

³Farmakologi Unit, Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional

Email : iwan.setiawan02@gmail.com

ABSTRAK

Singkong, dikenal dengan nama lain ketela pohon, ubi kayu (*Manihot esculenta*) merupakan tanaman yang kaya karbohidrat. Kulit singkong mengandung selulosa yang dapat dikembangkan dalam pembuatan sodium karboksimetil selulosa. Aplikasinya dalam bidang pangan dan industri digunakan sebagai *stabilizer*, *thickener*, *adhesive*, dan *emulsifier*. Pada penelitian ini Na CMC yang isolasi dari kulit singkong dengan Proses Alkalisasi dan karboksimetilasi dan proses netralisasi. Natrium karboksimetilselulosa yang diperoleh dianalisis dan digunakan sebagai *gelling agent* pada sediaan hidrogel. Berdasarkan hasil penelitian Na CMC memiliki potensi untuk diperoleh dari kulit singkong. Na CMC dari kulit singkong memiliki derajat substitusi 0,47, viskositas < 10 dpas dan kemurnian yang rendah 76,6 % memiliki kecenderungan konsistensi yang sangat encer. Uji stabilitas fisik terhadap sediaan hidrogel dengan kandungan CMC Na dari kulit singkong menghasilkan sediaan yang tidak homogen dengan viskositas yang rendah dan memiliki daya sebar dan daya lekat yang kurang baik.

Kata Kunci : Natrium karboksimetil selulosa, Kulit Singkong

Research Article

ABSTRACT

Cassava (*Manihot esculenta*) is a plant rich in carbohydrates. Cassava skin contains cellulose which can be developed in the manufacture of sodium carboxymethyl cellulose. Its application in the field of food and industry is used as stabilizer, thickener, adhesive, and emulsifier. In this study Sodium CMC is isolated from cassava leaf with alkalization process, carboxymethylation and neutralization process. The obtained carboxymethylcellulose sodium was analyzed and used as a gelling agent in the hydrogel preparation. Based on the results of research, Sodium CMC has the potential to be obtained from cassava skin. Sodium CMC from cassava leaf has a degree of substitution of 0.47, a viscosity of <10 dpas and a low purity of 76.6% has a very diluted tendency of consistency. Physical stability test on hydrogel preparation with Sodium CMC content from cassava leaf resulted in non-homogeneous preparation with low viscosity and has less scattering and poor adhesion.

Keywords: Sodium carboxymethyl cellulose, Cassava Skin

PENDAHULUAN

Singkong, dikenal dengan nama lain ketela pohon, ubi kayu (*Manihot esculenta*) merupakan tanaman yang kaya karbohidrat. Salah satu bagian singkong yaitu kulit singkong yang memiliki tekstur keras dan kasar masih belum banyak dimanfaatkan oleh masyarakat dan dianggap sebagai limbah. Pada Penelitian Santoso dkk (2012) menunjukkan bahwa kulit singkong mengandung selulosa yang dapat dikembangkan dalam pembuatan natrium karboksimetil selulosa. Lebih menguntungkan, baik dari sisi ekonomi maupun aplikasinya dalam bidang pangan dan industri. Penelitian lain serupa dalam mensintesis CMC Na dari selulosa bahan alam yang juga sebelumnya berhasil pernah dilakukan oleh Wijayani, dkk (2005) yakni karakterisasi karboksimetil selulosa (CMC) dari Eceng Gondok dan penelitian Nisa dan Putri (2014) pemanfaatan limbah kulit kakao sebagai bahan baku pembuatan CMC.

Berdasarkan uraian diatas, bahwa kulit singkong pada saat ini masih dianggap sebagai limbah dan tidak memiliki manfaat bagi masyarakat. Kulit singkong dapat diolah untuk mensintesis sodium karboksimetil selulosa yang memiliki banyak manfaat diberbagai bidang yang salah satunya adalah sebagai bahan *gelling agent* pada sediaan farmasi. Oleh karena itu, menimbulkan ketertarikan pada peneliti untuk memanfaatkan kandungan natrium karboksimetil selulosa yang terdapat pada kulit singkong sebagai *gelling agent* dalam pembuatan sediaan hidrogel. Keberhasilan penelitian yang akan dilaksanakan ini selain akan memberikan pengetahuan bagi masyarakat tentang manfaat kulit singkong, pengembangan bagi bahan penyusun sediaan hidrogel, dan juga diharapkan dapat membantu mengatasi permasalahan dampak pencemaran limbah dari kulit singkong.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat

Alat yang digunakan adalah alat-alat gelas (*pyrex*), timbangan elektrik, viskosimeter rion, pH meter digital, jangka sorong.

Bahan

Kulit Singkong diperoleh dari wilayah pertanian dari Kabupaten Wonogiri. Bahan lainnya adalah Trietanolamina (Bratachem), gliserin (Bratachem), Propilenglikol, Etanol 70 %, larutan natrium hidroksida 30%, natrium monokloro asetat, Asam Sulfat dan semua bahan kimia dan reagen teknis dan analitis dari PT. Bratachem.

Penyiapan Simplisia Kulit Singkong

Sisa kulit singkong yang diperoleh dari Petani dicuci dengan air mengalir agar kotoran yang melekat hilang, lalu dikeringkan dengan menggunakan bantuan sinar dan panas matahari hingga diperoleh kulit singkong yang kering. Setelah kering kemudian kulit singkong digiling dan diayak menggunakan ayakan no. 100 sehingga diperoleh serbuk dengan ukuran yang sangat halus. Selanjutnya ditentukan kadar airnya dengan cara menimbang 2 gram (W1) serbuk eceng gondok tersebut dalam botol timbang, dimasukkan kedalam oven selama 4 jam pada suhu 105°C kemudian dimasukkan dalam eksikator dan ditimbang sampai berat tetap (W 2). Serbuk yang diperoleh digunakan sebagai sampel.

$$Kadar\ Air : \frac{w_1 - w_2}{w_2} \times 100\%$$

Proses Alkalisasi dan karboksimetilasi

Serbuk kulit singkong diekstrak dengan NaOH 10% pada suhu 35°C selama 5 jam, untuk melarutkan lignin. Kulit singkong bebas lignin diekstrak dengan asam asetat 10% dan Sodium klorida dengan pemanasan 75°C selama 1 jam untuk melarutkan hemiselulosa sehingga didapatkan selulosa. Alkalisasi dilakukan dengan mereaksikan selulosa dengan NaOH 10-40% dengan pelarut isopropyl alkohol pada suhu 30°C selama 90 menit, dilanjutkan karboksimetilasi dengan sodium kloroasetat pada suhu 50-80°C selama 6 jam (Wijayani, dkk, 2005).

Proses netralisasi dan pengeringan.

Setelah proses karboksimetilasi selesai, pengaduk dimatikan kemudian campuran ini dipindahkan kedalam hidrogelas kimia dan diukur pHnya. Selanjutnya ditambah CH₃COOH sampai pH netral dan didekantasi. Residu yang didapatkan ditambah methanol dan diaduk kemudian disaring menggunakan pompa vakum. Akhirnya dibungkus dalam aluminium foil dikeringkan dalam oven selama 4 jam pada suhu 60°C. CMC yang telah kering ini kemudian dihaluskan dan disimpan dalam tempat tertutup (Wijayani, dkk, 2005).

Penentuan Derajat Substitusi (DS)

Sebelum derajat substitusi ditentukan perlu diketahui dahulu kadar air dari CMC tersebut, sehingga dalam penentuan derajat substitusi, didasarkan pada berat kering. Ditimbang 0,7 g (berat kering) CMC pada kertas saring dalam cawan, kemudian kertas berisi CMC dibungkus. Cawan berisi sampel CMC ini dimasukkan kedalam tanur selama 5 jam pada suhu 750°C. Setelah itu dipindahkan kedalam oven selama 12 jam pada suhu 100°C dan

Research Article

kemudian dimasukkan kedalam eksikator selama 2 jam. Selanjutnya sampel diletakkan dalam hidrogelas kimia, ditambah 35 mL H₂SO₄ 0,1 N, 250 mL akuades dan kemudian dididihkan selama 30 menit. Sampel didinginkan ditambah indikator PP lalu dititrasi dengan NaOH 0,1 N sambil diaduk perlahan-lahan sampai terjadi perubahan warna dari tidak berwarna menjadi berwarna merah muda, selanjutnya dihitung Derajat Substitusi (DS).

Secara terpisah, kebasaaan atau keasamaan dari sampel diukur dengan cara berikut :

Ditimbang 1 g berat kering CMC dalam hidrogelas kimia kemudian ditambahkan 5 mL H₂SO₄ 0,1 N dan 200 mL akuades dipanaskan selama 10 menit. Setelah dingin ditambah indikator PP dan dititrasi dengan NaOH 0,1 N (NaOH yang diperlukan = S mL).

Uji blanko (tanpa CMC) dilakukan pada saat yang sama (NaOH yang diperlukan = B mL). Selanjutnya dihitung kebasaaan atau keasamaan dengan rumus berikut :

$$\text{Kebasaan (keasamaan)} = \frac{(B - S \times F1)}{\text{berat sampel kering}}$$

Pengukuran pH larutan CMC 1%

Ditimbang 1 g berat kering CMC, ditambah 100 mL akuades kemudian dipanaskan sampai suhu 70°C sambil diaduk sampai larut dan setelah dingin diukur pH-nya.

Pengukuran viskositas larutan CMC 2%

Ditimbang 4,4 g berat kering CMC dimasukkan dalam beker gelas kemudian ditambah aquades yang banyaknya dihitung dengan rumus :

$$\text{ml akuades} = \text{berat sampel (gram)} \times \frac{(98 - \text{kadar air})}{2}$$

Setelah akuades dimasukkan, campuran dikocok selama 30 menit dan dituangkan ke dalam gelas kimia. Viskometer dimasukkan kemudian diputar dengan kecepatan 30 rpm selama 3 menit selanjutnya dilakukan pembacaan skala.

Penentuan kadar NaCl

CMC kering Ditimbang 1 g dimasukkan ke dalam erlenmeyer dan diencerkan dengan 200 mL aquades. Larutan ini kemudian dititrasi dengan AgNO₃ 0,1 N dan indikator K₂CrO₄ 5%

$$\text{Kadar NaCl (\%)} = \frac{(0,5845 \times f \times \text{vol AgNO}_2)}{\text{berat sampel kering (gram)}}$$

Penentuan kemurnian CMC

Research Article

Kemurnian CMC dihitung dengan cara berikut: Kemurnian = 100% - % NaCl

Pengujian Stabilitas Fisik Sediaan Hidrogel

Tabel 1 adalah formula sediaan gel ekstrak jahe merah dengan basis CMC Na dari Kulit Singkong

Tabel I. Formula Sediaan

No	Nama Bahan	Formula		
		F1	F2	F3
1.	Ekstrak Jahe Merah	15	15	15
2.	CMC Na dari Kulit Singkong	3	4	5
3.	TEA	1,5	1,5	1,5
4.	Propilenglikol	0.5	0.5	0.5
5.	akuades	100	100	100
Total per hidrogel		100	100	100

Pengujian stabilitas fisik sediaan hidrogel dilakukan dari hari ke 0, 7, 14 dan 21 yang meliputi organoleptis, uji homogenitas, uji pH, uji viskositas, uji daya sebar dan uji daya lekat.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Isolasi Natrium Karboksimetil Selulosa dari Kulit Singkong

Proses pembuatan karboksimetil selulosa meliputi tahapan proses alkalisasi, karboksimetilasi, pemanasan, netralisasi, dan pemurnian. Proses pemurnian meliputi pencucian dan pengeringan. Proses alkalisasi dan netralisasi merupakan tahapan proses yang menentukan terhadap karakteristik karboksimetil selulosa yang dihasilkan.

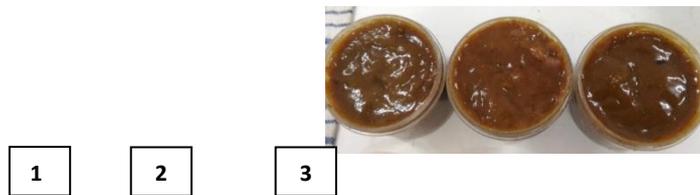
Berdasarkan hasil penelitian CMC Na yang diperoleh dari kulit singkong memiliki derajat substitusi yang cukup rendah yaitu sebesar 0,47, nilai viskositas dibawah 10 dpas dan kemurnian sebesar 76,6 %. Hal ini sesuai dengan teori sebelumnya bahwa semakin kecil derajat substitusi yang dimiliki maka akan semakin kecil viskositas dan kelarutan yang dimiliki. CMC Na.

Uji Stabilitas Fisik Sediaan Gel Ekstrak Rimpang Jahe dengan Basis CMC Na dari Kulit Singkong

Research Article

Uji Organoleptis

Gambar 1 menunjukkan bahwa penampilan sediaan hidrogel stabil selama penyimpanan dari hari ke 0 hingga hari ke 21. Formula 1,2 dan 3 memiliki konsistensi yang encer. Menurut Voigt (1995) hasil uji organoleptis sediaan gel Na CMC dari kulit singkong dengan konsentrasi 3, 4 dan 5% memenuhi persyaratan sediaan gel yaitu memiliki konsistensi yang lunak, mudah digunakan, dan tidak berwarna jernih.



Gambar 1. Hasil Uji Organoleptis hidrogel

Uji Homogenitas

Homogenitas merupakan parameter yang menunjukkan kualitas sediaan karena akan mempengaruhi efek terapi dari sediaan tersebut. Menurut Sulaiman, dan Kuswahyuning (2008) sediaan emulgel yang tidak homogen dapat mengakibatkan proses absorpsi obat tidak sempurna, sehingga efek terapi dari sediaan yang diharapkan tidak tercapai.

Pada penelitian ini dihasilkan bahwa semua sediaan gel pada 1,2 dan 3 yang memberikan hasil gel yang tidak homogen. Sediaan yang homogen saat diaplikasikan pada kulit, akan memberikan absorpsi yang baik dan merata, sehingga efek terapi yang diharapkan dapat tercapai. Fenomena tidak tercampurnya CMC Na ini disebabkan karena nilai derajat substitusi (DS) CMC Na dari kulit singkong yang rendah, hal ini dibuktikan dengan kelarutan CMC Na dari kulit singkong yang rendah pada larutan air.

Uji pH

Pada penelitian ini formula 1,2 dan 3 yaitu Gel dengan kandungan CMC Na dari Kulit Singkong menunjukkan pH yang stabil dan tidak terjadi perubahan pH selama pengamatan dari hari ke 0 hingga 21. pH pada rentang 6 hingga 9 hal ini tidak bertentangan dengan Wathoni (2009) pH kulit manusia adalah antara 5 — 10, pada pH 7 sediaan gel yang dihasilkan memenuhi persyaratan pH sediaan semi padat sehingga sediaan gel yang dihasilkan aman digunakan serta tidak mengiritasi kulit karena mendekati pH kulit manusia.

Uji Viskositas

Research Article

Pada penelitian ini viskositas dengan basis gel CMC Na dari kulit singkong dengan nilai viskositas < 10 dpas, ini termasuk pada golongan CMC dengan viskositas rendah. Data ini menunjukkan kemampuan dari CMC Na yang diisolasi dari kulit singkong sebagai alternatif *gelling agent* masih kurang. Viskositas menggambarkan kemampuan dari Na CMC dalam hal elastisitas, kemampuan mengabsorpsi air dan mengalami proses mengembang.

Tabel 1. Hasil Pengukuran Viskositas

Formula	Viskositas (dpas) hari ke-			
	0	7	14	21
1	< 10	< 10	< 10	< 10
2	< 10	< 10	< 10	< 10
3	< 10	< 10	< 10	< 10

Uji Daya Lekat

Pengujian terhadap daya lekat dilakukan untuk mengetahui kemampuan sediaan emulgel melekat pada kulit. Formula 1,2 dan 3 dengan kandungan CMC Na dari kulit singkong memberikan hasil kemampuan daya lekat yang rendah. Lapisan tipis dari Hal ini dapat dikaitkan dengan kemampuan mengikat air yang sedikit.

Uji Daya Sebar

Daya sebar merupakan parameter yang menentukan mutu sediaan gel yang digunakan dapat menghantarkan bahan berkhasiat ke permukaan kulit. Daya sebar gel semakin hari semakin kecil hal ini dikarenakan kekentalan gel meningkat karena kandungan air dalam sediaan gel menguap sehingga sediaan menjadi semakin keras dan memiliki daya sebar yang semakin kecil. Formula 1, 2 dan 3 dengan basis gel CMC Na dari kulit singkong memberikan hasil daya sebar yang kurang baik. Hal ini dikarenakan konsistensi sediaan yang encer dan tidak memiliki ketahanan menyebabkan sediaan langsung tersebar ke seluruh permukaan kaca.

KESIMPULAN

1. Sodium karboksimetilselulosa memiliki potensi disintesis dari kulit singkong (*Manihot utilissima*). Metode isolasi Sodium karboksimetilselulosa yang digunakan masih perlu dikaji lagi dikarenakan sodium karboksimetilselulosa yang dihasilkan memiliki derajat substitusi (DS) 0,47, viskositas < 10 dpas dan kemurnian yang rendah 76,6 %.

Research Article

2. Berdasarkan parameter viskositas sediaan gel, daya sebar dan daya lekat, kemampuan *gelling agent* Sodium karboksimetilselulosa yang berasal dari kulit singkong (*Manihot utilissima*) masih belum baik diaplikasikan pada sediaan hidrogel.

UCAPAN TERIMA KASIH

Peneliti mengucapkan terima kasih kepada :

1. Kemenristekdikti yang telah memberikan bantuan dana kepada peneliti untuk melaksanakan penelitian ini.
2. Ketua Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional atas dukungan yang diberikan.
3. Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian Sekolah Tinggi Ilmu Kesehatan Nasional
4. Berbagai pihak yang telah membantu terlaksananya penelitian ini

DAFTAR PUSTAKA

- Melisa, Syaiful Bahri, Nurhaeni. 2014. Optimasi Sintesis Karboksimetil Selulosa Dari Tongkol Jagung Manis (*Zea Mays L Saccharata*), Online Jurnal of Natural Science, Vol.3(2): 70-78, ISSN: 2338-095.
- Kamal Netty. 2010. Pengaruh Bahan Aditif CMC (*Carboyl Methyl Cellulose*) Terhadap Beberapa Parameter Pada Larutan Sukrosa Jurnal Teknologi Vol. I, Edisi 17, Periode Juli-Desember 2010 (78-84).
- Nisa D dan Putri W.D.R. .2014. Pemanfaatan Selulosa dari Kulit Buah Kakao (*Teobroma cacao L.*) Sebagai Bahan Baku Pembuatan CMC (Carboxymethyl Cellulose). Jurnal Pangan dan Agroindustri Vol.2 No.3 p.34-42, Juli 201.
- Santoso, Shella Permatasari. 2012. Pemanfaatan Kulit Singkong Sebagai Bahan Baku Pembuatan Sodium Karboksimetilselulosa, Jurnal Teknik Kimia Indonesia, 11(3):124-131.
- Sulaiman, T.N. dan Kuswahyuning, R,. 2008. Teknologi dan Formulasi Sediaan Sedian Semipadat, Pustaka Laboratorium Teknologi Farmasi, Fakultas Farmasi Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.
- Voigt, R. 1995. *Buku Pelajaran Teknologi Farmasi*._Gajah Mada university Press. Yogyakarta.
- Wathoni N., Rusdiana T., Hutagaol RY.. 2009. Formulasi Gel Antioksidan Ekstrak Rimpang Lengkuas (*Alpinia galangal L.Willd*) dengan Menggunakan Basis Aqupec 505 HV. Farmaka. 7:15-27.
- Wijayani. A, Ummah. K, dan Tjahjan. S. 2005. Characterization of Carboxymethyl Cellulose (CMC) from *Eichorniacrassipes* (Mart) Solms. Indo. J.Chem., 2005, 5(3), 228 - 231

Borneo Journal of Pharmascientech, Vol 01, No. 02, Tahun 2017

ISSN- Print. 2541 – 3651

ISSN- Online. 2548 – 3897

Research Article