

KAJIAN KARAKTERISASI SELULOSA MIKROKRISTALIN DARI KERTAS BEKAS DENGAN VARIASI KONSENTRASI ASAM KLORIDA

Hafid Syahputra ^{*1}, Sri Yuliasmi ², Sumaiyah ³

¹Fakultas Farmasi, Universitas Sumatera Utara, Indoensia

e-mail: ^{*1}hafid@usu.ac.id,

Article Info

Article history:

Submission Desember 2021

Accepted Mei 2022

Publish Mei 2022

Abstrak

Kandungan selulosa pada kertas HVS mencapai 90% dari beratnya. Salah satu turunan selulosa adalah selulosa mikrokristalin (MCC), dimanfaatkan sebagai eksipien untuk pencetakan tablet. Pembuatan MCC menggunakan asam klorida (HCl). Tujuan penelitian ialah memberikan informasi terkait proses pembuatan MCC dari kertas bekas dengan pengaruh konsentrasi HCl untuk alternatif lain pembuatan MCC dengan hasil yang optimal dari penggunaan HCl untuk hidrolisis. Metode penelitian ini dimana MCC diperoleh dengan memanaskan kertas dengan campuran NaNO_2 dalam HNO_3 3,5% dan NaOH 2% dalam Na_2SO_3 2%. Diputihkan dengan NaOCl 3,5% dalam air. Lalu panaskan dengan NaOH 17,5%, kemudian dihidrolisis dengan HCl konsentrasi 1N; 2,5N; 5N dan 10N. Selulosa mikrokristal ditentukan karakteristiknya. Hasil rendemen MCC terbanyak pada konsentrasi 1 N sebesar 80,82%. Hasil karakterisasi seluruh MCC kertas bekas konsentrasi HCl dan Avicel PH 102 diperoleh adalah uji organoleptik yaitu berwarna putih, tidak berbau, dan tidak berasa. Sifat fisikokimia meliputi pH memenuhi persyaratan; kelarutan dalam air semuanya memenuhi persyaratan. Selanjutnya bobot jenis nyata hanya 10N dan Avicel PH 102 yang memenuhi persyaratan, bobot jenis mampat tidak memenuhi persyaratan. Analisis FT-IR seluruh konsentrasi MCC dan Avicel PH 102 menunjukkan kemiripan spektrum. Kesimpulan didapatkan bahwa seluruh seluruh MCC kertas bekas konsentrasi HCl dan Avicel PH 102 memiliki karakteristik yang hampir sama, dan dapat digunakan sebagai alternatif selulosa mikrokristal.

Kata kunci— selulosa, kertas bekas, selulosa mikrokristal, asam klorida

Ucapan terima kasih:

Abstract

The cellulose content in HVS paper reaches 90% by weight. One of the cellulose derivatives is microcrystalline cellulose (MCC), which is used as an excipient for tablet. Making MCC using hydrochloric acid (HCl). The purpose of this research is to provide information related to the process of making MCC from waste paper with the effect of HCl concentration for other alternatives for making MCC with optimal results from the use of HCl for hydrolysis. This research method where MCC is obtained by heating the paper with a mixture of NaNO_2 in HNO_3 3.5% and 2% NaOH in Na_2SO_3 2%. Bleached with 3.5% NaOCl in water. Then heated with 17.5% NaOH, then hydrolyzed with HCl concentration of 1N; 2.5N; 5N and 10N. Characteristics of microcrystalline cellulose were determined, including organoleptic tests, physicochemical properties, powder properties, functional group analysis using FT-IR. The highest yield of MCC at a concentration of 1 N was 80.82%. The results of the characterization of all used paper MCC concentrations of HCl and Avicel PH 102 obtained were organoleptic tests, namely white, odourless, and tasteless. The physicochemical properties include the pH meeting the requirements; solubility in water all meet the requirements.

Then heated with 17.5% NaOH, then hydrolyzed with HCl concentration of 1N; 2.5N; 5N and 10N. Microcrystalline cellulose is characterized by its characteristics. The conclusion is that all MCC waste paper with HCl concentration and Avicel PH 102 have almost the same characteristics, and can be used as an alternative to microcrystalline cellulose.

Keyword – *celulosa, waste paper, microcrystalline celulosa, hydrochloric acid*

DOI : <http://dx.doi.org/10.30591/pjif.v11i2.3209>

©2020 Politeknik Harapan Bersama Tegal

Alamat korespondensi:
Prodi DIII Farmasi Politeknik Harapan Bersama Tegal
Gedung A Lt.3. Kampus 1
Jl. Mataram No.09 Kota Tegal, Kodepos 52122
Telp. (0283) 352000
E-mail: parapemikir_poltek@yahoo.com

p-ISSN: 2089-5313
e-ISSN: 2549-5062

A. Pendahuluan

Jumlah kertas bekas di Indonesia sebanyak 3,6 juta ton pada tahun 2008 dan memberikan kontribusi 9% dari jumlah sampah di Indonesia. Sehingga, dampak dari penggunaan kertas yang berlebihan adalah sampah atau kertas bekas yang semakin tidak terkendali dan menumpuk. Jadi, salah satu alternatif adalah dengan mendaur ulang kertas. Kertas merupakan produk hasil pengolahan kayu yang bisa didaur ulang yang mana kertas memiliki kandungan selulosa terutama kertas HVS [1]. Komposisi kertas HVS sebagian besar terdiri dari selulosa dibandingkan dengan kandungan lignin atau hemiselulosa. Kandungan selulosa pada kertas HVS mampu mencapai 90% berat [2].

Salah satu turunan selulosa ialah selulosa mikrokristal (MCC). MCC digunakan dalam sediaan farmasi dan sangat cocok untuk pembuatan tablet terutama untuk tablet cetak langsung, berfungsi sebagai bahan pengikat, bahan pengisi sekaligus penghancur, menghasilkan tablet dengan kekerasan tinggi, tidak mudah rapuh dan mempunyai waktu hancur yang relatif singkat serta dapat memperbaiki sifat aliran granul [3], [4].

Selulosa mikrokristal yang ada di perdagangan dikenal dengan nama Avicel PH 101 (serbuk) yang kemudian dikembangkan menjadi Avicel PH 102 (granula). Namun, Avicel merupakan pengisi yang relatif mahal dan masih di impor dari luar negeri [5]. Harga Avicel yang mahal dan penggunaan Avicel yang cukup banyak (50-80%) dalam komponen tablet juga menyebabkan harga jual sediaan menjadi relatif mahal, sehingga perlu dicari sumber alternatif lain sebagai sumber selulosa untuk dibuat menjadi MCC. Di sisi lain sumber pembuatan MCC yang biasa digunakan adalah kapas dan kayu [6].

Pada pembuatan MCC larutan asam mineral encer yang digunakan adalah asam klorida (HCl), hal ini dikarenakan HCl memiliki harga yang murah dan mudah diperoleh. Selain itu HCl memiliki kereaktifan yang lebih baik dalam proses hidrolisis jika dibandingkan dengan asam lainnya seperti HNO_3 dan H_2SO_4 [7].

Berdasarkan uraian di atas peneliti bertujuan untuk memberikan informasi terkait dengan proses pembuatan MCC dari kertas bekas dengan pengaruh konsentrasi HCl untuk alternatif lain pembuatan MCC

dengan hasil yang optimal dari penggunaan HCl untuk hidrolisis.

B. Metode

1. Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah satu unit alat *Fourier-Transform Infrared Spectrophotometer* (Shimadzu), oven, neraca analitik (BOECO dan Dickson), pH indikator (Merck), pH meter, ayakan, *shaking waterbath* (stuart), hotplate (cimarec), loyang, aluminum foil, gunting, kertas saring, kertas perkamen, wadah kaca, desikator, batang pengaduk, spatula, termometer, lumpang dan alu serta alat-alat gelas sesuai kebutuhan.

2. Bahan-bahan

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah kertas bekas dan bahan kimia yang digunakan berkualitas pro analis produksi PT Smart lab adalah asam nitrat, natrium hidroksida pellet, asam klorida. E-Merck adalah natrium nitrat, natrium sulfat. PT Pentaza Multikarya adalah natrium hipoklorit dan yang tidak berkualitas pro analis yaitu akuades.

3. Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini adalah kertas bekas HVS bekas yang diperoleh dari Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara, Medan, Provinsi Sumatera Utara. Kertas bekas yang sudah tidak digunakan lagi di pisahkan dari pengotor, disini kertas bekas yang digunakan adalah kertas bekas HVS lalu kertas bekas di potong dengan pemotong kertas sehingga ukurannya menjadi lebih kecil. Disimpan dalam wadah plastik.

4. Prosedur Penelitian

a. Isolasi α -selulosa

Sebanyak 100 g kertas bekas hasil pengolahan dicampur dengan 1,4 L asam nitrat 3,5% yang mengandung 35 mg natrium nitrit dalam gelas beker. Dipanaskan dalam *waterbath* pada suhu 90°C selama 2 jam. Setelah itu dicuci dengan air suling dan disaring sampai filtratnya netral. ditambahkan dengan 1 L campuran larutan natrium hidroksida 2% dan natrium sulfat 2%. Dipanaskan pada suhu 50°C selama 1 jam. Kemudian dicuci, disaring dan diputihkan dengan 700 mL campuran larutan natrium hipoklorit 3,5% dan air (1:1). Dididihkan selama 10 menit, campuran dicuci dan

disaring.

Selulosa yang didapat dari kertas bekas ditambah dengan 700 mL natrium hidroksida 17,5% dipanaskan pada suhu 80°C selama 30 menit. Hasilnya kemudian dicuci bersih dengan air. Lalu ditambah dengan campuran natrium hipoklorit 3,5% dan air (1:1) dipanaskan pada suhu 100°C selama 5 menit. Kemudian dicuci dengan air suling dan disaring, lalu dikeringkan pada suhu 60°C dalam oven. Maka diperoleh α -selulosa [8], [9].

b. Pembuatan Selulosa Mikrokrystal

Sebanyak 50 g α -selulosa dimasukkan ke dalam gelas beker dan dihidrolisis dengan asam klorida 2,5 N sebanyak 1,2 L dengan cara dididihkan selama 15 menit. Kemudian dituangkan pada air dingin sambil diaduk kuat dengan batang pengaduk dan dibiarkan semalam. Selulosa mikrokrystal yang dihasilkan dari proses ini dicuci dengan air suling sampai pH netral. Setelah netral, disaring dan dikeringkan dengan oven pada suhu 57-60°C selama 60 menit. Maka diperoleh MCC, selanjutnya digerus dan diayak dengan mash 100. Hasil yang diperoleh disimpan pada suhu kamar dalam desikator [8], [9]. Selanjutnya dilakukan dengan prosedur yang sama, dengan bervariasi pada konsentrasi asam klorida yaitu 1N; 5N dan 10N.

5. Karakteristik Selulosa Mikrokrystal

Karakteristik MCC yang dilakukan meliputi uji organoleptik, penetapan pH, kelarutan zat dalam air, bobot jenis nyata, bobot jenis mampat, analisis FT-IR.

a. Organoleptik

Selulosa mikrokrystal berupa serbuk berwarna putih, tidak larut dalam air, dalam etanol 95%, dan dietil eter [10].

b. Sifat Fisikokimia

Sifat fisikokimia MCC meliputi penetapan pH dan bahan terlarut dalam air.

Penetapan pH dapat dilakukan dengan menggunakan pH meter. Caranya: alat pH meter dikalibrasi menggunakan larutan dapar pH 7 dan pH 4. Sebanyak 2 g serbuk MCC ditambahkan dengan 100 mL akuades, diaduk selama 5 menit dan pH dari cairan supernatan diukur dengan pH meter [11].

Sampel sebanyak 2 g diaduk dengan 80 mL air suling selama 10 menit, disaring dengan vakum melalui kertas saring. Pindahkan Filtrat ke dalam gelas beker yang

telah ditara (W_0), lalu diuapkan hingga kering pada suhu 105°C selama 1 jam, didinginkan di dalam desikator, lalu ditimbang (W_1). Selisih berat antara residu dan gelas beker kosong tidak boleh lebih dari 0,25% [12].

Zat larut air (Za) dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$Za = \frac{W_1 - W_0}{W_1} \times 100\%$$

c. Sifat serbuk

• Bobot Jenis Nyata

Sebanyak 5 g MCC di masukan ke dalam gelas ukur 50 mL. di ukur volume MCC [13].

$$\text{bobot jenis nyata} \left(\frac{\text{g}}{\text{mL}} \right) = \frac{\text{berat MCC}}{\text{volume MCC}}$$

• Bobot Jenis Mampat

Sebanyak 5 g MCC di masukan ke dalam gelas ukur 50 mL, di ukur volume (v_0). Di hentakkan sebanyak 500 kali, dan di ukur volume akhir (v_t) [13].

$$\text{bobot jenis mampat} \left(\frac{\text{g}}{\text{mL}} \right) = \frac{\text{berat MCC}}{V_t}$$

d. Analisa gugus fungsi

Analisa gugus fungsi dilakukan menggunakan instrumen spektrofotometer FT-IR (Shimadzu) dengan teknik pellet KBr di Laboratorium Penelitian Fakultas Farmasi Universitas Sumatera Utara. Avicel PH 102 digunakan sebagai pembanding.

C. Hasil dan Pembahasan

1. Pembuatan

Hasil α -selulosa yang diperoleh dari kertas bekas sebesar 78 g atau 78% dari 100 g kertas bekas. Hasil yang diperoleh dari hidrolisis α -selulosa dengan variasi konsentrasi asam klorida terdapat di Tabel 1.

Tabel 1 Hidrolisis α -selulosa menjadi MCC

Konsentrasi HCl	Berat MCC (g)	% Berat*
1N	40,41	80,82%
2,5N	33,73	67,47%
5N	31,09	62,19%
10N	16,37	32,75%

Keterangan: *= % berat terhadap α -selulosa

Hasil rendemen yang diperoleh dari seluruh konsentrasi memperlihatkan hasil terbanyak pada konsentrasi 1N dan menurun pada konsentrasi 2,5N; 5N dan 10N. Semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan menyebabkan rendemen semakin rendah. Konsentrasi HCl yang digunakan mempengaruhi jumlah rendemen yang

Tabel 2 Karakterisasi MCC dan Avicel PH 102

No	Parameter	MCC*				Avicel PH 102	Persyaratan
		1N	2,5N	5N	10N		
1	Organoleptik	Serbuk putih, tidak berbau, tidak berasa	Serbuk putih, tidak berbau, tidak berasa	Serbuk putih, tidak berbau, tidak berasa	Serbuk putih, tidak berbau, tidak berasa	Serbuk putih, tidak berbau, tidak berasa	Serbuk putih, tidak berbau, tidak berasa
2	pH	6,7	6,9	6,5	6,8	6,8	5,0-7,5
3	Kelarutan zat dalam air (%)	0,03	0,06	0,05	0,04	0,09	≤ 0,25
4	Bobot jenis nyata (g/cm ³)	0,32	0,38	0,34	0,33	0,34	0,337
5	Bobot jenis mampat(g/cm ³)	0,38	0,42	0,40	0,39	0,40	0,478

dihasilkan dimana semakin tinggi konsentrasi HCl yang digunakan maka proses hidrolisis akan meningkat sehingga akan banyak terbentuk monomer glukosa yang larut pada saat pencucian.

2. Karakteristik MCC

Hasil uji karakteristik MCC secara keseluruhan dapat dilihat pada tabel.2 berdasarkan tabel tersebut uji organoleptik semua MCC dan Avicel PH 102 dari bentuk, warna dan rasa berupa serbuk kasar, berwarna putih dan tidak berbau. Keduanya telah memenuhi persyaratan [12].

Sifat fisikokimia MCC meliputi penetapan pH dan kelarutan dalam air. Berdasarkan hasil pengujian, penetapan pH pada MCC dan Avicel PH 102 Semuanya memenuhi persyaratan yang terdapat dalam USP yaitu berkisar antara 5,0-7,5. Tingkat pH pada MCC ditentukan berdasarkan lama residu dicuci dengan akuades, maka pH akan semakin netral. Penetapan kelarutan MCC dalam air dari seluruh MCC dan Avicel PH 102 menunjukkan nilai yang memenuhi persyaratan dalam USP yaitu ≤ 0,25%.

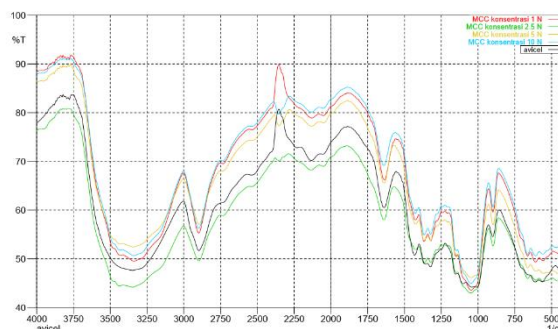
Sifat serbuk MCC meliputi bobot jenis nyata, bobot jenis mampat, kapasitas hidrasi, kapasitas pengembang, indeks Hausner dan indeks kompresibilitas.

Pada pengukuran bobot jenis nyata hanya MCC 10N dan Avicel PH 102 memiliki nilai yang sama dengan persyaratan dan konsentrasi 1N; 2,5N dan 5N memiliki nilai yang mendekati dari persyaratan yang terdapat dalam *handbook of pharmaceutical excipients* yaitu 0,337 g/ mL. Bobot jenis mampat semua MCC dan Avicel PH 102 memiliki nilai yang mendekati persyaratan

yaitu 0,478 g/ mL sehingga tidak memenuhi syarat tetapi nilai bobot jenis mampat seluruh MCC berdekatan dengan Avicel PH 102. Penetapan bobot jenis dilakukan untuk memberikan penilaian sifat aliran karena bobot jenis mempengaruhi sifat alir dan berperan penting dalam penentuan kesesuaian serbuk sebagai bahan tambahan untuk cetak langsung.

3. Analisis Gugus Fungsi MCC dan Avicel PH 102

Spektrofotometer inframerah dapat digunakan untuk mengidentifikasi gugus dari suatu senyawa. Parameter kualitatif pada spektrofotometer inframerah adalah bilangan gelombang, dimana muncul akibat adanya serapan oleh gugus fungsi yang khas dari suatu senyawa. Hasil spektrum IR *Overlay* seluruh MCC dan Avicel PH 102 dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Spektrum IR *Overlay* MCC berbagai konsentrasi dan Avicel PH 102

Bilangan gelombang yang dihasilkan dari seluruh MCC menunjukan adanya serapan pada frekuensi 3344-3437 cm⁻¹, hal tersebut menunjukan adanya gugus OH, ditunjukan dengan terbentuknya serapan pada daerah frekuensi 3200-3400 cm⁻¹. Pada daerah

frekuensi 2850-2970 cm^{-1} muncul peak C-H alkana pada daerah 2897,08 cm^{-1} . Pada daerah frekuensi 1000-1300 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-O-C yaitu gugus ikatan glikosidik pada daerah frekuensi 1041-1049 cm^{-1} . Karakteristik *peak* pada selulosa adanya gugus OH termasuk ikatan H, gugus CH dan CH_2 , gugus OH yang dapat mengabsorpsi air, gugus C-O-C asimetris. Semua *peak* yang diperoleh menggambarkan gugus fungsi yang terdapat dalam pada molekul selulosa[13].

D. Simpulan

Hasil dari perbedaan konsentrasi HCl mendapatkan jumlah MCC paling banyak berturut-turut adalah konsentrasi 1N; 2,5N; 5N; 1N dan 10N dan Hasil karakterisasi MCC kertas bekas dengan variasi konsentrasi asam klorida dengan avicel PH 102 memiliki kemiripan yang dapat dilihat dari hasil dan nilai dari keduanya.

Pustaka

- [1] KNLH, "Statistik Persampahan Indonesia," *Kementrian Negara Lingkungan Hidup Republik Indones.*, 2008.
- [2] K. Harismah, A. Setiawan, and A. M. Fuadi, "Pengaruh Suhu Dan Ph Terhadap Banyaknya Yield (Kadar Glukosa) Yang Dihasilkan Pada Proses Hidrolisis Enzimatis Dari Limbah Kertas," *Simp. Nas. RAPI XIV*, 2015.
- [3] C. Ardiana, "Isolasi dan Karakterisasi Selulosa Mikrokrystal dari Nata De Coco untuk Bahan Pembuatan Tablet Chevi Ardiana," *J. Life Sci.*, vol. 1, 2019.
- [4] A. M. Tarigan, R. M. Panjaitan, and A. Tampubolon, "Isolasi Selulosa Dari Tongkol Jagung Sebagai Bahan Pengisi Pembuatan Tablet Klorfeniramin Maleat Cetak Langsung," *J. Ilm. PANNMED (Pharmacist, Anal. Nurse, Nutr. Midwivery, Environ. Dent.*, vol. 10, no. 1, 2019, doi: 10.36911/pannmed.v10i1.190.
- [5] N. Laili, M. Komala, and H. Maulida, "Optimasi Konsentrasi Amylum Sagu (Metroxylon rumphii) sebagai Co-Processed pada Pembuatan Tablet Teofilin Optimization of Sago Amylum Concentration (Metroxylon rumphii) as Co-Processed in Theophylline Tablets," 2017.
- [6] I. Kholisoh, Z. Darojah, E. Firmania, H. Natijah, and I. Hartati, "Pengaruh Waktu Pemasakan dan Rasio Asam Asetat Berbantu Gelombang Mikro pada Proses Pulping Organosol V dari Ampas Tebu (*Saccharum officinarum L.*)," in *Prosiding SNST ke-7 Tahun 2016 Fakultas Teknik Universitas Wahid Hasyim Semarang* 29, 2011.
- [7] D. Edison and I. D. Rahmi, "Pengaruh Konsentrasi Hcl Dalam Proses Hidrolisis a-Selulosa Dari Ampas Tebu (*Saccharum Officinarum, L.*) Terhadap Karakteristik Mikrokrystalin," vol. 1, pp. 1–10, 2010.
- [8] F. O. Ohwoavworhwa and T. A. Adelakun, "Some Physical Characteristics of Microcrystalline Cellulose Obtained from Raw Cotton of *Cochlospermum planchonii*," *Trop. J. Pharm. Res.*, 2007, doi: 10.4314/tjpr.v4i2.14626.
- [9] F. Ohwoavworhwa, T. Adelakun, and A. Okhamafe, "Processing pharmaceutical grade microcrystalline cellulose from groundnut husk: Extraction methods and characterization," *Int. J. Green Pharm.*, 2009, doi: 10.4103/0973-8258.54895.
- [10] R. C. Rowe, P. J. Sheskey, M. E. Fenton, and et al, *Handbook of Pharmaceutical Excipients: Pharmaceutical Excipients*. 2012.
- [11] J. Gichuki, P. G. Kareru, A. N. Gachanja, and C. Ngamau, "Characteristics of Microcrystalline Cellulose from Coir Fibers," *J. Nat. Fibers*, 2020, doi: 10.1080/15440478.2020.1764441.
- [12] US Pharmacopeia, *The United States pharmacopeia : USP 30 ; The National formulary : NF 25*. 2007.
- [13] L. Uyigue and O. O. Okwonna, "Conversion of Post-Consumer (Or Waste) Printers' Paper Grades Into Microcrystalline Cellulose Powder," *jeteeas.scholarlinkresearch.org J. Emerg. Trends Eng. Appl. Sci.*, vol. 4, no. 1, 2013.