

SINTESIS DAN KARAKTERISASI *SODIUM CARBOXYMETHYL CELLULOSE* (CMC-Na) DARI AMPAS TEBU SEBAGAI ALTERNATIF BAHAN BAKU CANGKANG KAPSUL

SKRIPSI

Oleh:
CHOIRUL ZANI'AH
NIM: 15670049



**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS KEDOKTERAN DAN ILMU KESEHATAN
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020**

SINTESIS DAN KARAKTERISASI *SODIUM CARBOXYMETHYL CELLULOSE* (CMC-Na) DARI AMPAS TEBU SEBAGAI ALTERNATIF BAHAN BAKU CANGKANG KAPSUL

SKRIPSI

Oleh:
CHOIRUL ZANI'AH
NIM: 15670049

Diajukan Kepada:
Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan
Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan dalam Memperoleh Gelar Sarjana
Farmasi (S.Farm)

**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS KEDOKTERAN DAN ILMU KESEHATAN
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2020**

SINTESIS DAN KARAKTERISASI *SODIUM CARBOXYMETHYL CELLULOSE* (CMC-Na) DARI AMPAS TEBU SEBAGAI ALTERNATIF BAHAN BAKU CANGKANG KAPSUL

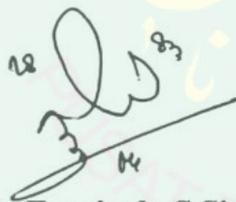
SKRIPSI

Oleh:
CHOIRUL ZANI'AH
NIM: 15670049

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji:
Tanggal:

Pembimbing I

Pembimbing II



Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm
NIP. 19830628 200912 2 004



Dewi Sinta Megawati, M.Sc
NIP. 19840116 20170101 2 125

Mengetahui,
Ketua Program Studi Farmasi



apt. Abdul Hakim, M.P.I., M.Farm.
NIP. 19761214 200912 1 002

SINTESIS DAN KARAKTERISASI *SODIUM CARBOXYMETHYL CELLULOSE* (CMC-Na) DARI AMPAS TEBU SEBAGAI ALTERNATIF BAHAN BAKU CANGKANG KAPSUL

SKRIPSI

Oleh:
CHOIRUL ZANI'AH
NIM: 15670049

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Farmasi (S. Farm)
Tanggal:

Ketua Penguji : Dewi Sinta Megawati, M.Sc.
NIP. 19840116 20170101 2 125
Anggota Penguji :1. Begum Fauziyah, S.Si., M.Farm.
NIP. 19830628 200912 2 004
2. apt. Rahmi Annisa, M.Farm.
NIP. 19890416 20170101 2 123
3. Ahmad Nashichuddin, MA.
NIP. 197307052000031000



Mengesahkan,
Ketua Program Studi Farmasi



apt. Abdulhakim, M.P.I., M.Farm.
NIP. 19761214 200912 1 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Choirul Zani'ah

NIM : 15670049

Program Studi : Farmasi

Fakultas : Kedokteran dan Ilmu Kesehatan

Judul Penelitian : Sintesis dan Karakterisasi *Sodium Carboxymethyl Cellulose* (CMC-Na) dari Ampas Tebu Sebagai Alternatif Bahan Baku Cangkang Kapsul

Menyatakan dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-bear merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 24 Juni 2020

Yang membuat pernyataan,



Choirul Zani'ah
NIM 15670049

LEMBAR PERSEMBAHAN

Alhamdulillahirobbil'alamiin

Puji syukur senantiasa terpanjatkan ke hadirat Allah SWT, dan tak lupa sholawat serta salam kepada Nabi Muhammad SAW sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.

Rasa syukur dan terimakasih penulis persembahkan tulisan ini kepada:

Penulis, kamu hebat karena telah menyelesaikan semua ini. Terimakasih masih mau berjuang hingga sekarang.

Kedua orang tua dan keluarga yang selalu mendukung dan mendoakan setiap hal yang penulis lakukan. Terimakasih karena tidak pernah menanyakan kapan lulus dan tidak membandingkan dengan anak tetangga. Sungguh itu dukungan psikologis yang penulis butuhkan agar tidak merasa tertekan.

Team Teman yang Hilang yang pada nyatanya tidak pernah hilang, selalu ada untuk menguatkan dan mendengar semua yang penulis keluhkan. Terimakasih atas energi positif dan waktu yang telah diberikan selama ini. Teman-teman Kos Sumpstersari, dan teman-teman yang rela berbagi kamar dengan penulis diberbagai kondisi. Terimakasih atas dukungan, semangat dan bantuan dalam segala hal. Tak ada ungkapan lain selain rasa syukur dan terimakasih kepada Allah SWT yang telah mempertemukan penulis dengan orang-orang baik seperti kalian. Semoga setiap hal yang sudah kalian lakukan dicatat sebagai amal baik. Semangat dan sukses untuk kalian semua.

Choirul Zani'ah/15670049

MOTTO

Seseorang pernah berkata kepada saya “Jangan pernah berhenti untuk mencoba, dan jangan pernah mencoba untuk berhenti”.

♥🌀Gogogo Semangat🌀♥



KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, nikmat, taufiq, serta hidayahnya sehingga penulis dapat menyelesaikan penulisan naskah skripsi berjudul “Sintesis dan Karakterisasi *Sodium Carboxymethyl Cellulose* (CMC-Na) dari Ampas Tebu Sebagai Alternatif Bahan Baku Cangkang Kapsul “. Tidak lupa sholawat serta salam semoga tetap dilimpahkan kepada Nabi Muhammad SAW sebagai teladan terbaik sepanjang hayat. Skripsi ini ditujukan sebagai salah satu syarat menyelesaikan program strata 1 (S1) di Program Studi Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Skripsi ini diharapkan juga dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan di bidang teknologi kimia farmasi.

Penulis mendapatkan banyak bimbingan, bantuan, dan dukungan dari berbagai pihak baik secara langsung maupun tidak langsung dalam penyelesaian penulisan naskah skripsi ini. Seiring terselesaikannya skripsi ini dengan penuh kerendahan dan kesungguhan hati penulis mengucapkan terimakasih kepada:

1. Prof. Dr. Abdul Haris, M.Ag. selaku Rektor UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
2. Prof. Dr. dr. Yuyun Yueniwati PW, M.Kes, Sp.Rad(K) selaku Dekan Fakultas Kedokteran dan Ilmu-ilmu Kesehatan.
3. apt. Abdul Hakim, M.P.I. M.Farm. selaku Ketua Program Studi Farmasi yang senantiasa mendukung dengan berbagai kebijakannya untuk menyelesaikan skripsi ini.

4. apt. Yen Yen Ari Indrawijaya, M.Farm.Klin. selaku sekretaris Program Studi farmasi yang sering menanyakan kabar dan mendoakan.
5. Begum Fauziah, S.Si., M.Farm. selaku pembimbing utama yang senantiasa memberikan perhatian lebih dan penuh kesabaran memberikan pengarahan dan bimbingan dalam proses penelitian sampai terselesaikannya penulisan skripsi ini.
6. Dewi Sinta Megawati, M.Sc. selaku pembimbing II yang senantiasa rela meluangkan waktunya untuk memberikan bimbingan dan pengarahan dalam penulisan naskah skripsi ini.
7. apt. Rahmi Annisa, M.Farm. selaku penguji penulis yang senantiasa penuh kesabaran dalam memberikan pengarahan demi terselesaikannya naskah skripsi ini.
8. Ahmad Nashichuddin, M.A. selaku pembimbing agama penulis yang senantiasa memberikan dukungan dan nasehat dalam penyusunan skripsi ini.
9. Yuwono, S.os. selaku admin Program Studi Farmasi yang senantiasa mendengarkan keluh kesah dan membantu melancarkan perizinan dalam penyusunan skripsi ini.
10. Seluruh dosen dan staf di Program Studi Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
11. Kedua orang tua yang tak henti memberikan doa, semangat, dukungan apapun kepada penulis.

12. Team Teman yang Hilang, Sumpersari Bersatu, penghuni kos 612C, dan teman-teman lain yang pernah berbagi kamar dengan penulis saat nomaden mode on, serta Teman Pharmajelly, terimakasih atas semua yang telah kalian lakukan untuk penulis.

13. Mas CS dan Bapak Satpam RKB, terimakasih telah membantu penulis saat melakukan penelitian, melancarkan perizinan, dan menjaga Bohay selama melakukan penelitian.

14. Senior penulis, Mbak Diyah, Mbak Aniq, Mbak Radhinda, yang bersedia meluangkan waktu, dan pikirannya untuk berbagi dengan penulis.

Terimakasih kepada seluruh pihak yang tidak dapat disebutkan satu persatu atas do'a dan dukungan semangatnya sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik, Jaza Kumullahu Khoir.

Akhir kata dengan segenap kerendahan hati, penulis mengharapkan skripsi ini dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu dan perbaikan kualitas pendidikan di Program Studi Farmasi dalam usaha perkembangan bidang ilmu farmasi dan peningkatan kualitas apoteker dalam pengabdianya di masyarakat.

Malang, 4 Juni 2020

Penulis
Choirul Zani'ah

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	
HALAMAN PENGAJUAN	
HALAMAN PERSETUJUAN	
HALAMAN PENGESAHAN	
PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN	
LEMBAR PERSEMBAHAN	
MOTTO	
KATA PENGANTAR	i
DAFTAR ISI	iv
DAFTAR TABEL	viii
DAFTAR SINGKATAN	ix
ABSTRAK	xi
ABSTRACT	xii
مستخلص البحث	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang	1
1.2. Rumusan Masalah	9
1.3. Tujuan Penelitian.....	10
1.3.1. Tujuan Umum	10
1.3.2. Tujuan Khusus.....	10
1.4. Manfaat Penelitian.....	10
1.4.1. Manfaat Akademik	10
1.4.2. Manfaat Praktis	11
1.5. Batasan Masalah.....	11
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	13
2.1. Tanaman Tebu	13
2.1.1. Klasifikasi Tanaman Tebu	13
2.1.2. Morfologi Tanaman Tebu	14
2.1.3. Produksi Ampas Tebu	15
2.2. Selulosa	17
2.2.2. Sumber Selulosa.....	19
2.2.3. Isolasi Selulosa.....	19
2.3. <i>Sodium Carboxymethyl Cellulose</i> (CMC-Na).....	22
2.3.1. Pengertian CMC-Na.....	22
2.3.2. Karakteristik CMC-Na	23
2.3.3. Fungsi CMC-Na	24
2.3.4. Sintesis CMC-Na.....	25
2.3.5. Karakteristik CMC-Na dengan FTIR	26
2.4. Kapsul.....	27

2.4.1. Pengertian Kapsul	27
2.4.2. Kelebihan dan Kekurangan Kapsul.....	28
2.5. Hukum Menggunakan Barang Haram atau Najis untuk Pengobatan.....	29
BAB III KERANGKA KONSEPTUAL.....	34
3.1. Bagan Kerangka Konseptual	34
3.2. Uraian Kerangka Konseptual	35
3.3. Hipotesis Penelitian.....	36
BAB IV METODE PENELITIAN	37
4.1. Jenis dan Rancangan Penelitian	37
4.2. Waktu dan Tempat Penelitian	38
4.3. Variabel Penelitian dan Definisi Operasional Variabel	38
4.3.1. Variabel Penelitian	38
4.3.2. Definisi Operasional.....	38
4.4. Alat dan Bahan	40
4.4.1. Alat.....	40
4.4.2. Bahan.....	40
4.5. Prosedur Penelitian.....	41
4.5.1. Bahan Baku	41
4.5.2. Pembuatan CMC-Na	42
4.5.3. Evaluasi CMC-Na	44
4.5.4. Kapsul.....	47
BAB V HASIL DAN PEMBAHASAN	49
5.1. Bahan Baku	49
5.1.1. Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu dalam Pandangan Islam	49
5.1.2. Pengambilan Sampel dan Determinasi.....	50
5.1.3. Preparasi Bahan Baku	51
5.2. Pembuatan CMC-Na	53
5.2.1. Isolasi Selulosa Ampas Tebu	53
5.2.2. Analisis Selulosa Menggunakan FTIR.....	57
5.2.3. Sintesis CMC-Na.....	60
5.3. Evaluasi CMC-Na	64
5.3.1. Evaluasi CMC-Na menggunakan FTIR	64
5.3.2. Evaluasi Karakteristik CMC-Na	67
5.4. Pembuatan Cangkang Kapsul.....	75
5.5. Uji Disintegrasi Cangkang Kapsul	77
BAB VI PENUTUP	79
6.1. Kesimpulan.....	79
6.2. Saran.....	79
DAFTAR PUSTAKA	80
Lampiran	88

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Tanaman Tebu.....	13
Gambar 2. 2 Batang Tebu	14
Gambar 2. 3 Ampas Tebu	16
Gambar 2. 4 Struktur Selulosa	17
Gambar 2. 5 Struktur α -selulosa	18
Gambar 2. 6 Struktur β -selulosa	18
Gambar 2. 7 Reaksi dasar esterifikasi	20
Gambar 2. 8 Proses delignifikasi	21
Gambar 2. 9 Struktur CMC-Na.....	22
Gambar 2.10 Kapsul cangkang keras	28
Gambar 3. 1 Bagan kerangka konseptual.....	34
Gambar 4. 1 Preparasi limbah ampas tebu	42
Gambar 4. 2 Proses isolasi selulosa	43
Gambar 4. 3 Sintesis CMC-Na	44
Gambar 4. 4 Pembuatan cangkang kapsul	47
Gambar 5. 1 Hasil preparasi limbah ampas tebu A) lonjoran ampas tebu dan B) serbuk ampas tebu	51
Gambar 5. 2 Hasil pengukuran kadar air serbuk ampas tebu.....	52
Gambar 5. 3 Komponen lignoselulosa	54
Gambar 5. 4 Proses isolasi selulosi.....	55
Gambar 5. 5 Hasil isolasi selulosa ampas tebu A) sebelum digrinding, B) sesudah digrinding, dan C) sesudah diayak	56
Gambar 5. 6 Hasil analisis gugus fungsi menggunakan FTIR A) ampas tebu, B) selulosa standar, dan C) selulosa ampas tebu.....	57
Gambar 5. 7 Proses sintesis CMC-Na A) selulosa dan B) selulosa setelah proses alkalisasi.....	61
Gambar 5. 8 Proses sintesis CMC-Na A) selulosa setelah proses alkalisasi dan B) CMC-Na hasil karboksimetilasi.....	62
Gambar 5. 9 Proses sintesis CMC-Na A) CMC-Na sebelum dicuci dan B) CMC- Na sesudah dicuci.....	62
Gambar 5. 10 Proses sintesis CMC-Na A) CMC-Na sebelum dioven, B) CMC-Na sesudah dioven, dan C) CMC-Na standar	63
Gambar 5. 11 Rendemen CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g	63
Gambar 5. 12 Hasil analisis gugus fungsi menggunakan FTIR A) selulosa ampas tebu, B) CMC-Na standar, dan C) CMC-Na ampas tebu.....	64
Gambar 5. 13 Penampakan CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g	67

Gambar 5. 14 Kelarutan CMC-Na berbagai variasi terhadap pelarut polar (akuades) A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g.....	68
Gambar 5. 15 Kelarutan CMC-Na berbagai variasi terhadap pelarut semi polar (etanol 96%) A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g.....	69
Gambar 5. 16 Kelarutan CMC-Na berbagai variasi terhadap pelarut nonpolar (dietil eter) A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g.....	69
Gambar 5. 17 Nilai pH CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g.....	70
Gambar 5. 18 Kadar air CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g.....	71
Gambar 5. 19 <i>Swelling</i> CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g.....	72
Gambar 5. 20 Nilai DS CMC-Na berbagai variasi konsentrasi NaOH A) 20%, B) 25%, C) 30%, D) 35%, dan E) 40%.....	73
Gambar 5. 21 Nilai DS CMC-Na berbagai variasi penambahan Na MCA A) 8 g, B) 10 g, dan C) 12 g.....	74
Gambar 5. 22 Cangkang kapsul dari CMC-Na ampas tebu.....	77

DAFTAR TABEL

Tabel 2. 1 Komponen Ampas tebu.....	16
Tabel 2. 2 Tanaman Penghasil Selulosa.....	19
Tabel 2. 3 Fungsi CMC-Na dan Konsentrasinya	24
Tabel 2. 4 Gambaran hasil analisis CMC-Na dengan FTIR	26
Tabel 5. 1 Hasil rendemen isolasi selulosa	56
Tabel 5. 2 Analisis gugus fungsi ampas tebu, selulosa standar, dan selulosa ampas tebu.....	58
Tabel 5. 3 Analisis gugus fungsi selulosa ampas tebu, CMC-Na standar dan CMC- Na ampas tebu.....	65
Tabel 5. 4 Formulasi cangkang kapsul CMC-Na.....	76
Tabel 5. 5 Waktu hancur cangkang kapsul	78

DAFTAR SINGKATAN

°C	: Derajat Celcius
AT	: Ampas Tebu
cm	: Sentimeter
CMC-Na	: <i>Carboxymethyl Cellulose</i>
DP	: Derajat Polimerisasi
DS	: Derajat Substitusi
FTIR	: <i>Fourier Transform Infra-Red</i>
g	: Gram
GMIA	: <i>Gelatin Manufacturers Institute of America</i>
H ₂ O ₂	: Hidrogen Peroksida
HCl	: Asam Klorida
HNO ₃	: Asam Nitrat
HPMC	: <i>Hydroxyl Propyl Methyl Cellulose</i>
M	: Molaritas
MCA	: <i>Monochloroacetic Acid</i>
mL	: Mililiter
N	: Normalitas
Na MCA	: <i>Sodium Monochloroacetate</i>
NaOH	: Natrium Hidroksida
PEG-400	: <i>Polyethylene Glycol-400</i>
pH	: <i>Power of Hydrogen</i>
PVA	: <i>Polyvinyl Alcohol</i>

rpm	: <i>Revolution per Minute</i>
RSM	: <i>Response Surface Methodology</i>
SAW	: <i>Shallallahu 'Alaihi Wasallam</i>
SNI	: Standar Nasional Indonesia
SWT	: <i>Subhanahu Wata'ala</i>
µm	: mikrometer



ABSTRAK

Zani'ah, Choirul. 2020. Sintesis dan Karakterisasi *Sodium Carboxymethyl Cellulose* (CMC-Na) dari Ampas Tebu Sebagai Alternatif Bahan Baku Cangkang Kapsul. Skripsi. Program Studi Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm., Pembimbing II : Dewi Sinta Megawati, M.Sc.

Kapsul merupakan bentuk sediaan obat yang terbungkus oleh cangkang. Cangkang kapsul yang beredar dimasyarakat umumnya berbahan dasar gelatin. Tahun 2012, *Gelatin Manufacturers Institute of America* (GMIA) menyatakan bahwa 90% gelatin yang diproduksi berasal dari bagian tubuh babi. Oleh sebab itu dilakukan penelitian tentang pembuatan cangkang kapsul berbahan dasar *Sodium Carboxymethyl Cellulose* (CMC-Na) dari selulosa ampas tebu. CMC-Na diperoleh dari hasil sintesis selulosa. Selulosa yang digunakan merupakan hasil dari isolasi ampas tebu menggunakan HNO_3 4%, NaOH 2N, dan H_2O_2 15% untuk proses prehidrolisis, delignifikasi, dan *bleaching*. Sintesis CMC-Na merupakan proses penggantian gugus hidroksil pada selulosa dengan gugus karboksil melalui dua proses utama yaitu alkalisasi dan karboksimetilasi. Alkalisasi dilakukan menggunakan NaOH berbagai varian (20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%), sedangkan karboksimetilasi dilakukan dengan menambahkan *sodium monochloroacetate* (Na MCA) berbagai variasi (8 g, 10 g, dan 12 g) guna memperoleh CMC-Na dengan nilai DS yang optimal. Hasil sintesis kemudian diuji menggunakan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) dan beberapa uji karakterisasi. Selulosa yang disintesis berbentuk serbuk dan berwarna putih. Proses sintesis berhasil dilakukan karena terdapat puncak $1600,92 \text{ cm}^{-1}$ (*=CO stretching*) dan $1417,67$ (*-CH₂ scissoring*) pada hasil uji CMC-Na menggunakan FTIR. Variasi CMC-Na terbaik diperoleh dari penambahan 30% NaOH dan 8 g Na MCA dengan hasil karakterisasi sebagai berikut: berbentuk serbuk berwarna putih; larut dalam air dan tidak larut dalam etanol 96% dan dietil eter; memiliki pH sebesar 7,1; kadar air sebesar 9,3; dan menyerap optimal pada menit ke 40 dengan ratio sebesar 6,66; serta memiliki nilai DS sebesar 0,84. CMC-Na dengan DS optimal kemudian diformulasikan menjadi cangkang kapsul dengan menambahkan PEG-400 sebagai *plasticizer* (1:1). Cangkang kapsul yang diperoleh berwarna putih transparan dengan permukaan yang halus, serta dapat hancur sempurna pada waktu 3,36 menit.

Kata kunci: *Carboxymethyl cellulose* (CMC-Na), Selulosa, Ampas Tebu, DS, Cangkang kapsul

ABSTRACT

Zani'ah, Choirul. 2020. Synthesis and Characterization of Sodium Carboxymethyl Cellulose (CMC-Na) from Sugarcane Bagasse as an Alternative Raw Material for Capsule Shells. Thesis. Department of Pharmacy Faculty of Medicine and Health Sciences Maulana Malik Ibrahim State Islamic University of Malang. Supervisor I: Begum Fauziyah, S.Si, M.Farm., Supervisor II: Dewi Sinta Megawati, M.Sc.

Capsules are dosage forms of medicine wrapped in shells. The shells of capsules that distribute in public are gelatin based. In 2012, *Gelatin Manufacturers Institute of America* GMIA claimed that 90% of gelatin composed comes from the body part of pig. The researcher is doing analysis of the making capsule shell with Sodium Carboxymethyl Cellulose (CMC-Na) based on sugarcane bagasse. CMC-Na was obtained from cellulose synthesis. Cellulose is used as a result of isolation from sugarcane bagasse using 4% HNO₃, 2N NaOH, and 15% H₂O₂ for prehydrolysis process, delignification, and bleaching. Synthesis of CMC-Na is the replacement process of hydroxyl groups on cellulose with the carbonyl groups through the two main processes of alkalization and the carboxymethylation. Alkalization is done using a NaOH of various variants (20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%), and carboxymethylation is done by adding *sodium monochloroacetate* (Na MCA) of various variants (8 g, 10 g, dan 12 g) to get the CMC-Na with the optimal degree of substitutions (DS) value. The synthesis results then characterized using Fourier Transform Infrared (FTIR) and the other tests. Cellulose that synthesized is a white powder. The synthesis process was successful because it was a peak of 1600.92cm⁻¹ (=CO stretching) and 1417.67 (-CH₂ scissoring) on the CMC-Na test results with FTIR. CMC-Na variation is best produced by the addition of 30% NaOH and 8 g Na MCA with the following characteristics: white powder; Water-soluble and insoluble in ethanol 96% and ether diethyl; Has a pH of 7.1; Water level of 9.3; And absorbs optimal at 40 with a ratio of 6.66; And has a score of DS of 0.84. CMC-Na with optimal DS then formulated into a capsule shell by adding a PEG-400 as plasticizer (1:1). The shell result is white shell, transparent with a smooth surface, which can be perfectly destroyed in 3.36 minutes.

Keywords: Carboxymethyl cellulose (CMC-Na), Cellulose, Sugarcane Bagasse, DS, Capsul Shell

مستخلص البحث

الزنية، خير. توليف محلول كربو ميثول الصوديوم (CMC-Na) وتوصيفه من راسب قصب السكر كالمواد الأولية البديلة لقذيفة كبسولة. البحث العلمي. قسم (برنامج الدراسة) الصيدالية. كلية الطب و علم الصحة. بجامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: بيجوم فوزية الماجستير، المشرفة الثانية: دوي سنتا ميغاواطي الماجستير.

الكبسولة هي شكل من أشكال الدواء المغلف بقذيفتها. إن قذيفة الكبسولة التي تنشر في المجتمع غالباً تنتج من الجيلاتين. في سنة 2012، أعلنت منشأة منتجي الجيلاتين الأمريكي (GMIA) أن 90% الجيلاتين المنتجة تحصل من أجزاء جسم الخنزير. لذلك، أجري البحث على تصنيع قذائف الكبسولة المصنوعة من محلول كربو ميثول الصوديوم (CMC-Na) من راسب قصب السكر. يتم الحصول على CMC-Na من توليف السليلوز. السليلوز المستخدم هو نتيجة لعزل قصب السكر باستخدام 4% من HNO_3 و 2N $NaOH$ ، و 15% من H_2O_2 لعملية التحلل المائي القلبي، والعملية الأولية لإزالة اللجنين والتبييض. توليف CMC-Na هو عملية استبدال مجموعة هيدروكسيل في السليلوز بمجموعة كربوكسيل من خلال العمليتين الرئيسيتين وهما القلوية و كربوكسي ميثيلية. يتم تنفيذ القلوية باستخدام عدة معايير من $NaOH$ مثلاً (20%، 25%، 30%، 35%، 40%)، بينما يتم تنفيذ الكربوكسيل ميثيلية بإضافة الصوديوم أحادي الكلور أسيتات (Na MCA) بعدة من المعايير مثلاً (8 جرام، 10 جرام، و 12 جرام) للحصول على CMC-Na بأفضل القيمة. ثم يتم تجربة نتائج التوليف باستخدام تحويل فوربييه بالأشعة تحت الحمراء (FTIR) والعديد من تجربة التوصيف. السليلوز الملوّف مسحوق ولونه أبيض. تم تنفيذ عملية التوليف بنجاح عند ذروة 1600.92 سم⁻¹ (مسافة $CO=$) و 1417.67 (مقاطعة CH_2) على نتائج اختبار CMC-Na باستخدام تحويل فوربييه بالأشعة تحت الحمراء. تم الحصول على أفضل نوع CMC-Na من نتائج إضافة 30% $NaOH$ و 8 جرام $Na MCA$ مع نتائج التوصيف التالية: شكله مسحوق ولونه أبيض، قابل للذوبان في الماء وغير قابل للذوبان في 96% إيثانول و ثنائي إيثيل الإيثر؛ درجة الحموضة 7.1؛ محتوى الماء 9.3؛ ويمتص على النحو الأمثل في الدقيقة الرابعين بنسبة 6.66؛ لديها أيضاً قيمة DS 0.84. يتم بعد ذلك صياغة CMC-Na مع DS الأمثل في قذيفة كبسولة بإضافة PEG-400 كمادة لزيادة الليونة (1:1). إن قذيفة الكبسولة التي تم الحصول عليها أبيض شفاف مع سطح أملس، ويمكن أيضاً تدميره بالكامل في 3.36 دقيقة.

الكلمات الرئيسية: محلول كربو ميثول الصوديوم (CMC-Na)، السليلوز، راسب قصب السكر، DS، قذيفة كبسولة.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Kapsul merupakan salah satu bentuk sediaan farmasi yang nyaman dan sering digunakan. Keuntungan dari bentuk sediaan kapsul yang mampu menutupi rasa dan bau obat yang tidak enak menjadikan sediaan ini sering digunakan di masyarakat (Syamsuni, 2006). Kapsul adalah sediaan padat yang mengandung satu atau lebih bahan obat dan bahan *inert* lainnya yang dimasukkan ke dalam wadah kecil atau biasa disebut dengan cangkang kapsul (Ferisa dkk., 2017).

Cangkang kapsul adalah suatu wadah berukuran kecil yang digunakan untuk membungkus, melindungi, dan menutupi suatu sediaan obat. Sediaan obat tersebut akan masuk ke dalam tubuh bersama dengan cangkang kapsul yang digunakan. Cangkang dapat dibuat dari gelatin, pati atau bahan lain yang sesuai. Pada umumnya, cangkang kapsul yang digunakan di masyarakat terbuat dari gelatin (Depkes RI, 2014).

Gelatin merupakan suatu protein yang diperoleh dari proses hidrolisis kulit dan tulang hewan (Rachmania dkk., 2013). *Gelatin Manufacturers Institute of America* (GMIA) mencatat bahwa gelatin yang beredar di masyarakat pada tahun 2012, 90% diperoleh dari bagian tulang dan kulit babi (GMIA, 2012). Babi merupakan salah satu hewan yang diharamkan oleh agama Islam seperti yang telah dijelaskan dalam al-Qur'an surat al-Baqarah ayat 173 di bawah ini:

إِنَّمَا حَرَّمَ عَلَيْكُمُ الْمَيْتَةَ وَالدَّمَ وَلَحْمَ الْخِنزِيرِ وَمَا أُهْلَ بِهِ لِغَيْرِ اللَّهِ فَمَنْ اضْطُرَّ غَيْرَ بَاغٍ وَلَا عَادٍ فَلَا إِثْمَ عَلَيْهِ إِنَّ اللَّهَ غَفُورٌ رَحِيمٌ (١٧٣)

Artinya: “*Sesungguhnya Allah hanya mengharamkan bagimu bangkai, darah, daging babi, dan binatang (yang ketika disembelih) disebut (nama) selain Allah. Tetapi barangsiapa dalam keadaan terpaksa (memakannya) sedang ia tidak menginginkannya dan tidak (pula) melampaui batas, maka tidak ada dosa baginya. Sesungguhnya Allah Maha Pengampun lagi Maha Penyayang*”.

Terdapat dua perbedaan dalam memaknai kata *لَحْمِ الْخِنزِيرِ* pada ayat di atas seperti yang dijelaskan oleh hadist di bawah ini (An-Nukat wal ‘Uyun):

(وَلَحْمِ الْخِنزِيرِ) فِيهِ قَوْلَانِ أَحَدُهُمَا التَّحْرِيمُ مَقْصُورٌ عَلَى لَحْمِهِ دُونَ غَيْرِهِ اِقْتِصَارًا عَلَى النَّصِّ ، وَهَذَا قَوْلُ دَاوُدَ بْنِ عَلِيٍّ وَالتَّانِي أَنَّ التَّحْرِيمَ عَامٌّ فِي جُمْلَةِ الْخِنزِيرِ وَالنَّصُّ عَلَى اللَّحْمِ تَنْبِيهُ عَلَى جَمِيعِهِ لِأَنَّهُ مُعْظَمُهُ ، وَهَذَا قَوْلُ الْجُمْهُورِ

Artinya: “*Ada dua pendapat dalam memahami frase ayat ‘wa lahmal khinzir’ (dan daging babi). Pertama, keharamannya hanya sebatas daging babi, bukan yang lainnya sesuai bunyi nash. Ini adalah pendapat Dawud bin Ali. Kedua, keharamannya itu umum mencakup semua organ tubuh babi. Sedangkan nash yang hanya menyebutkan sebatas dagingnya itu dimaksudkan untuk mengingatkan keseluruhan bagian organnya karena sebagian besar organ tubuh babi adalah dagingnya,*”.

Pandangan Dawud Az-Zhahiri yang menyatakan bahwa keharaman babi hanya sebatas dagingnya tidak selaras dengan pandangan penerusnya yaitu Ibnu Hazm. Menurut Ibnu Hazm, semua bagian dari tubuh babi termasuk bulu sekalipun dihukumi haram sebagaimana dijelaskan dalam hadist di bawah ini (Muhammad Ibnu Hazm dalam Al-Muhalla):

قَالَ أَبُو مُحَمَّدٍ: لَا يَجِلُّ أَكْلُ شَيْءٍ مِنَ الْخِنزِيرِ لِأَلْحَمِهِ وَلَا شَحْمِهِ وَلَا جِلْدِهِ وَلَا عَصَبِهِ وَلَا غُضْرُوفِهِ وَلَا حَشَوْتِهِ وَلَا مَخِّهِ وَلَا عَظْمِهِ وَلَا رَأْسِهِ وَلَا أَطْرَافِهِ وَلَا

لَبْنِهِ وَلَا شَعْرَهُ الذَّكَرُ وَالْأُنْثَى وَالصَّغِيرُ وَالْكَبِيرُ سَوَاءً، وَلَا يَحِلُّ الْإِثْتِفَاحُ بِشَعْرِهِ لَا فِي خَرْزٍ وَلَا فِي غَيْرِهِ

Artinya: “Abu Muhammad berkata, tidak halal memakan sesuatu apapun dari babi, baik daging, lemak, kulit, urat, tulang rawan, usus, otak, tulang, kepala, organ tubuh lainnya, susu, dan rambutnya, baik jantan maupun betina, kecil maupun besar. Begitu juga tidak halal mengambil manfaat rambut babi baik untuk manik-manik atau selainya.”.

Berdasarkan pendapat jumhurul ulama, dapat disimpulkan bahwa keharaman babi bukan hanya sebatas dagingnya, melainkan semua organ tubuh babi yang lain. Menurut Yusuf Al-Qaradhawi penggunaan barang haram (dalam hal ini babi) sebagai pengobatan dapat diperbolehkan jika dalam keadaan darurat. Makna darurat di sini dimaknai sebagai dua kondisi. Kondisi pertama adalah kondisi keterpaksaan, apabila tidak dilakukan dapat mengancam jiwa manusia. Kondisi kedua adalah keterdesakan, apabila tidak dilakukan akan dapat mengancam eksistensi jiwa manusia dikemudian hari. Seperti yang dijelaskan dalam pendapat Yusuf Al-Qardhawi di bawah ini:

و بذ لك أصبح معر وفافى الإ سلام أن التحر يم يتبع الخبث والضرر, فما كان خالصالضرر فهو حرام, وما كان خالص النفع فهو حلال, وما كان ضرره أكبر من نفعه فهو حرام, وما كان نفعه أكبر فهو حلال, وهذا ما صرح به القرآن الكريم

فى شأن الخمر والميسر

Artinya: “Yusuf Al-Qardhawi mengatakan demikian sudah dikenal dalam islam bahwa dilarang mengikuti kejahatan dan kemudhoratan maka kalau jelas kemudhoratannya hukumnya haram dan kalau jelas manfaatnya hukumnya halal, jikalau mudhoratnya lebih besar dari manfaatnya maka haram, dan kalau manfaatnya lebih besar dari mudhoratnya maka halal dan keterangan ini sudah

dijelaskan dalam al-Qur'an yang mulia yang berkenaan dengan khomar dan perjudian” (Al-Qardhawi, 1993).

Sesuatu hal dalam Islam yang diharamkan akan menimbulkan lebih banyak kerugian dari pada manfaatnya. Salah satu contohnya adalah daging babi, bagian tubuh babi lainnya seperti tulang, lemak, dan seluruh bagian dari babi serta turunan-turunannya. Selain haram, alasan lain babi tidak boleh dikonsumsi adalah adanya efek yang merugikan bagi kesehatan. Tubuh babi mengandung 98% asam urat yang berbahaya bagi tubuh yang tidak dapat dikeluarkan melalui urinasi. Selain itu, di dalam daging babi juga terdapat banyak cacing yang merugikan (Hilda, 2013).

Berdasarkan alasan tersebut, maka perlu dilakukan pemilihan alternatif bahan baku untuk memproduksi cangkang kapsul. Inovasi pembuatan cangkang kapsul pernah dilakukan dengan menggunakan *Hydroxyl Propyl Methyl Cellulose* (HPMC). HPMC memiliki kestabilan fisik yang lebih baik jika dibandingkan dengan gelatin. Hal ini dikarenakan HPMC memiliki kadar air lebih rendah dibandingkan gelatin yaitu 4-6%, sehingga memiliki umur simpan yang lebih panjang karena lebih tahan terhadap kerusakan akibat faktor fisik, kimiawi, dan mikroorganisme (Ferdiansyah dkk., 2016). Kelemahan dari film dari HPMC terletak pada nilai kuat tarik yang lebih rendah dibandingkan gelatin, sehingga menyebabkan masalah saat proses pembuatan cangkang kapsul (Kathpalia *et al.*, 2014). Guna memperoleh alternatif pengganti gelatin sebagai bahan baku pembuatan cangkang kapsul, maka perlu melakukan percobaan pembuatan cangkang kapsul dari bahan baku lain. Salah satu bahan yang dapat dipilih adalah *Sodium Carboxymethyl Cellulose* (CMC-Na).

CMC-Na merupakan turunan dari selulosa yang telah dikarboksimetilasi. CMC-Na tersusun atas eter polimer linier dengan gugus karboksimetil (-CH₂-COOH) yang terikat pada beberapa gugus OH dari monomer glukopiranos. Strukturnya didasarkan pada β -(1 \rightarrow 4)-D-glucopyranose polimer dari selulosa (Hoefler *et al.*, 2011). Penampakan CMC-Na secara organoleptis berbentuk serbuk atau granul berwarna putih hingga krem dan bersifat higroskopik (Depkes RI, 2014).

CMC-Na dipilih sebagai alternatif pengganti gelatin dalam pembuatan cangkang kapsul karena memiliki nilai kadar air lebih rendah daripada gelatin yaitu $\leq 12\%$, sehingga memiliki umur simpan yang lebih panjang karena lebih tahan terhadap kerusakan akibat faktor fisik, kimiawi, dan mikroorganisme (Ferdiansyah dkk., 2016). Selain itu, CMC-Na juga mudah terdispersi dalam air membentuk larutan koloidal (Depkes RI, 2014). Film dari CMC-Na juga memiliki nilai kuat tarik yang memenuhi standar *edible film* (10-45 Mpa) yaitu 37,34 Mpa (Asl *et al.*, 2017). Nilai kuat tarik juga berpengaruh pada kekakuan plastik, meningkatkan kekuatan, mengurangi kelarutan dan meningkatkan kecenderungan untuk dibengkokkan saat proses pembuatan cangkang kapsul (Rakhman dan Darni, Tanpa tahun).

CMC-Na banyak digunakan di berbagai industri seperti, industri tekstil, kertas, detergen, kosmetik, makanan, dan farmasi (Eriningsih dkk., 2011). CMC-Na dalam industri farmasi dimanfaatkan sebagai eksipien. Fungsi dari CMC-Na sebagai eksipien adalah sebagai *coating agent*, *stabilizing agent*, *suspending agent*, disintegran pada kapsul dan tablet, *tablet binder*, *viscosity-increasing agent*, dan

water-absorbing agent (Rowe *et al.*, 2009). CMC-Na juga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuat film (Tufan *et al.*, 2016).

Kegunaan CMC-Na yang beragam tersebut, mengakibatkan tingginya angka kebutuhan CMC-Na di Indonesia. Namun, tingginya kebutuhan CMC-Na belum dapat tercukupi oleh produksi CMC-Na dalam negeri. Hal ini ditunjukkan oleh data impor CMC-Na pada tahun 2016 yang masih relatif besar dengan total impor mencapai 5.003.165 Kg dengan anggaran sebesar 17.101.183 US\$ (Subdirektorat Statistik Impor, 2016). Guna memenuhi kebutuhan CMC-Na dalam negeri, maka perlu dilakukan inovasi pembuatan CMC-Na.

CMC-Na dapat dibuat dari bahan baku yang mengandung selulosa. Salah satu bahan baku yang dipilih dalam pembuatan CMC-Na adalah tanaman yang memiliki kandungan selulosa tinggi. Tanaman yang pernah digunakan sebagai sumber bahan baku CMC-Na antara lain jagung dengan memanfaatkan limbah tongkol jagung dengan kadar selulosa sebesar 35-55% (Eriningsih dkk., 2011), tanaman enceng gondok dengan kadar selulosa sebesar 66,87% (Indriyati dkk., 2016), pelepah kelapa sawit dengan kadar selulosa sebesar 89,63% (Ferdiansyah dkk., 2017), dan ampas tebu dengan kadar selulosa sebesar 40-50% (*baggase*) (Asl *et al.*, 2017 dan Golbaghi *et al.*, 2017).

Pembuatan CMC-Na diawali dengan alkalisasi menggunakan NaOH. Bertambahnya jumlah alkali yang digunakan mengakibatkan peningkatan jumlah garam monoklorasetat yang terlarut, sehingga mempercepat difusi garam monoklorasetat. Selanjutnya adalah tahap karboksimetilasi menggunakan *sodium monochloro acetate* (Na MCA). Jumlah Na MCA yang digunakan berpengaruh

terhadap substitusi dari unit anhidroglukosa pada selulosa. Proses tersebut berpengaruh pada nilai Derajat Substitusi (DS) dari CMC-Na yang diperoleh (Asl *et al.*, 2017 dan Golbaghi *et al.*, 2017). Nilai DS CMC-Na yang disarankan oleh Standar Nasional Indonesia adalah sebesar 0,7-1,2 (Fadillah, 2018).

Limbah tongkol jagung dapat digunakan sebagai bahan utama pembuatan CMC-Na dengan penambahan NaOH 30% dan Na MCA pada suhu 50°C selama 3 jam. Hasil terbaik yang diperoleh menunjukkan nilai DS 0,55 (Eriningsih dkk., 2011). Selain itu, enceng gondok juga dapat digunakan sebagai bahan utama pembuatan CMC-Na dengan penambahan NaOH 40% dan Na MCA pada suhu 55°C selama 3,5 jam. Penelitian ini membandingkan enceng gondok dari 2 daerah yang berbeda yaitu Jatinangor dan Lembang. Rendemen dan nilai DS CMC-Na enceng gondok yang dihasilkan dari Jatinangor dan Lembang secara berturut-turut adalah 96,87%, 0,205 dan 85,03%, 0,141 (Indriyati dkk., 2016). Selanjutnya, CMC-Na dapat dihasilkan dari pelepah kelapa sawit pernah dilakukan dengan variasi konsentrasi NaOH (10%, 15%, dan 20%) dan banyaknya Na MCA (4 g, 6 g, dan 8 g) pada suhu Suhu (50°C, 55°C, dan 60°C). Data dari percobaan tersebut diolah menggunakan metode analisis *Response Surface Methodology* (RSM) yang menyimpulkan bahwa kondisi optimum tercapai saat konsentrasi NaOH 10%, berat Na MCA 4,57 g, dan suhu reaksi 46,59% dengan diperoleh nilai DS sebesar 0,83 (Ferdiansyah dkk., 2017).

Penelitian pembuatan CMC-Na juga pernah dilakukan menggunakan bahan utama Tebu (Asl *et al.*, 2017 dan Golbaghi *et al.*, 2017). Tebu (*Saccharum officinarum* L.) dipilih sebagai salah satu sumber bahan baku pembuatan CMC-Na

karena memiliki beberapa kelebihan. Tebu merupakan salah satu tumbuhan yang memiliki selulosa sebesar 40-50% (Asl *et al.*, 2017). Selain itu, jumlah ketersediaan tebu yang besar menjadi salah satu pertimbangan pemilihan tebu sebagai sumber bahan baku pembuatan CMC-Na.

Luas perkebunan tebu di Indonesia mencapai ±455,82 ribu hektar pada tahun 2015 (Subdirektorat Statistik Tanaman Perkebunan, 2015). Tanaman tebu yang dihasilkan dari perkebunan tersebut sebagian besar diolah menjadi gula. Pada tahun 2016, produksi gula di Indonesia mencapai 2,71 juta ton. Angka tersebut menunjukkan peningkatan sebesar 116% dibandingkan produksi gula pada tahun 1998 yaitu 1,48 juta ton (Indarti dan Putra, 2016). Peningkatan produksi gula akan berpengaruh pada peningkatan produk samping dari tebu salah satunya adalah ampas tebu (*baggase*). Setiap tahunnya, pabrik gula di Indonesia mampu menghasilkan ampas tebu sebesar 10,2 juta ton (Syahputra dkk., 2011).

Peningkatan jumlah ampas yang tidak diimbangi dengan pemanfaatan menjadikan munculnya permasalahan baru. Selama ini ampas tebu hanya dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan *particle board*, bahan bakar *boiler*, pupuk organik, dan pakan ternak yang memiliki nilai ekonomi rendah (Yudo dan Jatmiko, 2008). Selain itu, ampas tebu juga dapat digunakan sebagai bahan utama pembuat CMC-Na.

Pembuatan CMC-Na dari ampas tebu pernah dilakukan oleh Asl *et al.* (2017) dan Golbaghi *et al.* (2017). Penelitian Asl *et al.* (2017), mengoptimasi konsentrasi NaOH (20%-50%) dengan menggunakan Na MCA 10,8 g pada suhu 55°C. Sedangkan pada penelitian Golbaghi *et al.* (2017), optimasi dilakukan pada

beberapa aspek seperti konsentrasi NaOH (10%-40%), berat MCA yang ditambahkan (0,5-1,5 g), suhu pada proses karboksimetilasi (30°C-70°C), dan waktu pada proses karboksimetilasi (60-360 menit). Hasil optimum pada penelitian Asl *et al.* (2016) adalah saat menggunakan NaOH 30% dengan nilai DS 0,78. Sedangkan pada penelitian Golbaghi *et al.* (2017), hasil optimum menurut analisis secara RSM adalah NaOH 28,4%, MCA 1,14 g, suhu 57,85°C, dan waktu reaksi 4,01 jam dengan nilai DS 1,085.

Perbedaan penelitian ini dengan penelitian sebelumnya terletak pada pengaplikasian CMC-Na ampas tebu yang dihasilkan sebagai alternatif bahan baku cangkang kapsul. Selain itu, untuk mendapatkan CMC-Na dengan nilai DS yang sesuai, dilakukan optimasi konsentrasi NaOH saat proses alkalisasi dan jumlah Na MCA saat proses karboksimetilasi. Konsentrasi NaOH yang digunakan adalah sebesar 20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%. Sedangkan berat Na MCA yang digunakan adalah sebesar 8 g, 10 g, dan 12 g. Selain nilai DS, juga dilakukan karakterisasi CMC-Na lainnya seperti organoleptis, kelarutan pH, kadar air, penetapan kadmium, DS, dan *swelling*. Guna mendapatkan CMC-Na yang berkualitas, dilakukan optimasi konsentrasi NaOH dan berat Na MCA.

1.2. Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Apakah variasi konsentrasi NaOH dan berat Na MCA berpengaruh terhadap nilai Derajat Substitusi (DS) dari CMC-Na ampas tebu yang dihasilkan?

2. Berdasarkan uji disintegrasi, apakah CMC-Na ampas tebu berpotensi sebagai bahan baku alternatif pembuatan cangkang kapsul?

1.3. Tujuan Penelitian

1.3.1. Tujuan Umum

Secara umum, penelitian ini bertujuan untuk mengetahui apakah CMC-Na ampas tebu dengan nilai Derajat Substansi (DS) optimum dapat menjadi bahan baku alternatif pembuatan cangkang kapsul.

1.3.2. Tujuan Khusus

Tujuan khusus dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Mengetahui pengaruh variasi konsentrasi NaOH dan berat Na MCA terhadap nilai (DS) CMC-Na ampas tebu yang dihasilkan.
2. Mengetahui apakah CMC-Na ampas tebu dapat digunakan sebagai bahan baku alternatif pembuatan cangkang kapsul.

1.4. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberi manfaat secara akademik maupun manfaat praktis.

1.4.1. Manfaat Akademik

1. Bagi Ilmu Pengetahuan

Penelitian ini dapat digunakan sebagai sarana aplikasi penerapan disiplin ilmu dalam bidang pengembangan produk halal di Indonesia.

2. Bagi Penyusun

Penelitian ini dapat menjadi batu loncatan untuk penulis dalam mengembangkan penelitian-penelitian selanjutnya hingga menjadi inovator produk halal farmasi.

1.4.2. Manfaat Praktis

1. Bagi Masyarakat

Jika penelitian ini berhasil dan dikembangkan menjadi produk cangkang kapsul halal, masyarakat tidak lagi merasa khawatir saat mengonsumsi kapsul terkait dengan kehalalan bahan yang digunakan.

2. Bagi Peneliti lain

Penelitian ini dapat digunakan sebagai bahan pembandingan atau penelitian pendahuluan untuk melakukan penelitian tentang sintesis dan karakterisasi CMC-Na sebagai bahan baku cangkang kapsul di masa yang akan datang.

1.5. Batasan Masalah

Batasan masalah pada penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Sampel yang digunakan adalah limbah ampas tebu dari *home industry* gula merah yang terletak di Jalan Raya Puskesmas Tajinan, Desa Slumbung, Kecamatan Ngadiluwih, Kabupaten Kediri, Provinsi Jawa Timur.
2. Optimasi yang dilakukan meliputi konsentrasi NaOH (25%, 28%, 30%, 33%, dan 35%) dan berat Na MCA (8 g, 10 g, dan 12 g).
3. Evaluasi yang dilakukan meliputi uji identifikasi gugus fungsi CMC-Na, organoleptis, kelarutan, pH, kadar air, penetapan kadar Na, DS, dan *swelling*.

4. Formulasi cangkang kapsul dibuat menggunakan CMC-Na dengan nilai Derajat Substitusi (DS) optimal.



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Tanaman Tebu

2.1.1. Klasifikasi Tanaman Tebu

Berikut merupakan klasifikasi tanaman tebu (*Saccharum officinarum* L.) menurut surat keputusan Materia Medika No. 074/261A/102.7/2018:

Kingdom: Plantae (tumbuhan)

Subkingdom: Tracheobionta (tumbuhan berpembuluh)

Super Divisi: Spermatophyta (menghasilkan biji)

Divisi: Magnoliophyta (tumbuhan berbunga)

Kelas: Liliopsida (berkeping satu)

Sub Kelas: Commelinidae

Ordo: Poales

Famili: Poaceae (suku rumput-rumputan)

Genus: *Saccharum*

Spesies: *Saccharum officinarum* L.



Gambar 2. 1 Tanaman Tebu (Yuwono, 2015)

2.1.2. Morfologi Tanaman Tebu

Tanaman tebu dapat tumbuh baik pada semua iklim tropis dan sebagian iklim subtropis dengan kelembaban tinggi (Fitriyani, 2012). Tanaman tebu tumbuh pada ketinggian 0-15.000 mdpl dengan kelembaban 70%. Selain itu, tanaman tebu juga dapat tumbuh pada semua jenis tanah, dan akah tumbuh optimal pada tanah dengan pH cenderung netral yaitu 6-7. Bagian tumbuhan tebu secara umum terdiri dari 4 bagian, yaitu akar, batang, daun, dan bunga (Yuwono dan Waziroh, 2017).

Tebu memiliki akar berbentuk serabut disertai rambut yang berfungsi dalam absorpsi unsur-unsur hara. Panjang akar tebu mencapai 0,5-1,0 m pada kondisi tanah yang subur. Akar tanaman tebu muda disebut juga akar setek atau bibit. Akar ini merupakan akar primer yang berasal dari cincin akar dari setek batang (Wijayanti, 2008). Selanjutnya, akar bibit akan digantikan oleh akar tunas hingga tebu tumbuh besar (James, 2004).

Batang tanaman tebu tidak bercabang, tumbuh tegak, dan dilapisi lilin. Tingginya dapat mencapai 3-5 m atau lebih. Batang tebu memiliki ruas-ruas yang dibatasi oleh buku-buku dengan mata tunas. Mata tunas, bentuk ruas batang, dan warna batang merupakan beberapa penanda untuk menentukan varietas tebu (Wijayanti, 2008).



Gambar 2. 2 Batang Tebu (Yuwono, 2015)

Daun pada tanaman tebu berbentuk pelepah dengan permukaan kasar dan berbulu, serta berwarna hijau kekuningan (Yuwono dan Waziroh, 2017). Tebu memiliki daun tidak lengkap, karena hanya terdiri dari helai daun dan pelepah daun saja. Daun berkedudukan pada pangkal buku. Panjang helaian daun antara 1-2 meter, sedangkan lebar 4-7 cm, dan ujung daunnya meruncing (Supriyadi, 1992). Selain daun, pada batang tebu juga terdapat pelepah yang melekat dan tumbuh memanjang menutupi ruas. Pelepah tebu duduk berselang seling pada buku dan melindungi mata tunas (Miller dan Gilbert, 2006).

Bunga tanaman tebu merupakan bunga majemuk (Yuwono dan Waziroh, 2017). Perbungaan berupa malai yang berada pada ujung batang dan memiliki Panjang sekitar 25-50 cm. Buah tanaman tebu berbentuk seperti padi dengan Panjang 1 mm (Hidayat dan Napitupulu, 2015).

2.1.3. Produksi Ampas Tebu

Indonesia merupakan salah satu negara penghasil tebu terbesar nomor 7 di dunia pada tahun 2009-2013 dengan prosentase hasil panen tebu sekitar 1,77%. Prosentase tersebut menjadikan Indonesia sebagai negara penghasil tebu terbesar nomor 2 di ASEAN setelah Thailand (Indarti dan Putra, 2016). Indonesia memiliki luas area perkebunan tebu ±455,82 ribu hektar pada tahun 2015. Perkebunan tebu yang ada di Indonesia tersebar diberbagai provinsi seperti Sumatera Utara, Sumatera Selatan, Lampung, Jawa Tengah, Jawa Timur, DI Yogyakarta, Sulawesi Utara dan Sulawesi Selatan. Tahun 2015, Jawa Timur merupakan provinsi penghasil tebu terbesar no 1 di Indonesia dengan hasil panen mencapai 1,24 juta

ton, disusul oleh Lampung dengan hasil panen 0,76 juta ton, Jawa Tengah 0,21 juta ton, Sumatera Utara 0,10 juta ton, dan Jawa Barat 0,09 juta ton (Subdirektorat Statistik Tanaman Perkebunan, 2015).

Tanaman tebu dibudayakan sebagai tanaman penghasil gula (Rokhman dkk., 2014). Pada tahun 2016, berdasarkan angka estimasi Ditjen Perkebunan, produksi gula di Indonesia mencapai 2,71 juta ton. Hasil yang diperoleh menunjukkan peningkatan sebesar 116% dibandingkan produksi gula pada tahun 1998 (Indarti dan Putra, 2016). Peningkatan produksi gula akan berpengaruh pada peningkatan produk samping dari tebu salah satunya adalah serat ampas tebu (*baggase*). Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh Syahputra dkk. (2011), menyatakan bahwa ampas tebu yang dihasilkan oleh pabrik gula di Indonesia sebesar 10,2 juta ton setiap tahunnya. Kandungan yang terdapat dalam serat ampas tebu dapat dilihat pada tabel 2.1.



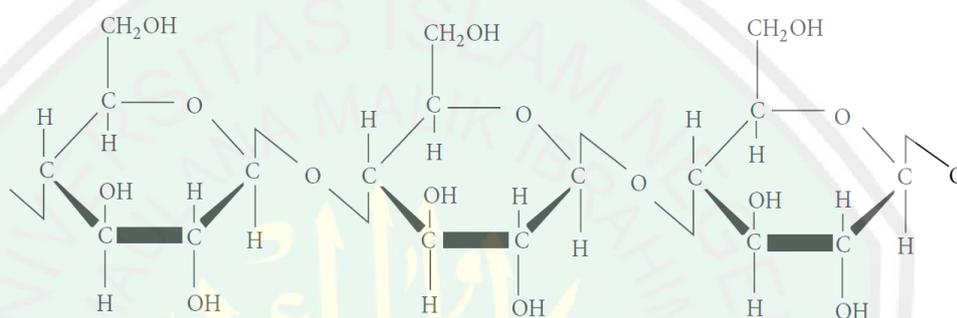
Gambar 2. 3 Ampas Tebu (Dokumen pribadi)

Tabel 2. 1 Komponen Ampas tebu (Asl *et al.*, 2017)

Komponen	Kandungan (%)
Selulosa	40-50%
Hemiselulosa	25-35%
Lignin	15-20%
Mineral, lilin, dan komponen lain	Jumlah kecil

2.2. Selulosa

Selulosa merupakan gabungan dari unit-unit anhidroglukopiranososa yang dihubungkan dengan ikatan β -1,4-glikosidik membentuk suatu rantai makromolekul yang tidak bercabang. Setiap unit anhidroglukopiranososa memiliki tiga gugus hidroksil (Zugenmaier, 2008). Selulosa memiliki rumus empirik $(C_6H_{10}O_5)_n$ dengan $n \sim 500$ dan berat molekul ~ 243.000 (Rowe *et al.*, 2009).

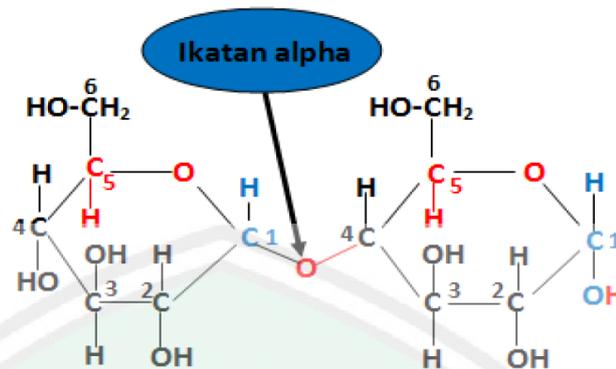


Gambar 2. 4 Struktur Selulosa (Macuja *et al.*, 2015)

Berdasarkan derajat polimerisasi dan kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) 17,5%, selulosa dibedakan menjadi tiga jenis yaitu:

1. *Alpha Cellulose*

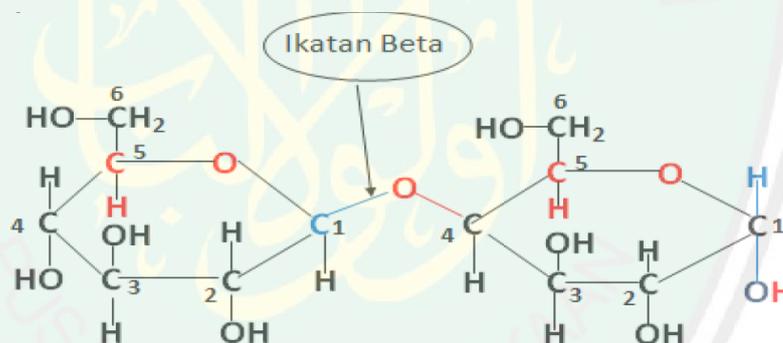
α -Selulosa (*Alpha Cellulose*) adalah selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kuat dengan Derajat Polimerisasi (DP) 600-15000. α -selulosa dipakai sebagai penduga dan atau tingkat kemurnian selulosa. Semakin tinggi kadar alfa selulosa, maka semakin baik mutu bahannya (Sumada dkk., 2011).



Gambar 2. 5 Struktur α -selulosa (Nuringtyas, 2010)

2. Beta Sellulose

β -selulosa (*Beta Cellulose*) adalah selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5 % atau basa kuat dengan DP 15 – 90, dapat mengendap bila dinetralkan.



Gambar 2. 6 Struktur β -selulosa (Sumada dkk., 2011)

3. Gama Cellulose

γ -selulosa (*Gamma Cellulose*) adalah selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5 % atau basa kuat dengan DP kurang dari 15, dan terdapat hemiselulosa sebagai kandungan utama (Sumada dkk., 2011).

2.2.2. Sumber Selulosa

Selulosa dapat diisolasi dari dinding sel tanaman, bahan berkayu, rambut berbiji, kulit pohon, dan tanaman laut. Berikut merupakan beberapa tanaman yang mengandung selulosa (Zugenmaier, 2008).

Tabel 2. 2 Tanaman Penghasil Selulosa (Zugenmaier, 2008)

Sumber	Komposisi (%)			
	Selulosa	Hemiselulosa	Lignin	Ekstrak
Hardwood	43-47	25-35	16-24	2-8
Softwood	40-44	25-29	25-31	1-5
Tebu	40	30	20	10
Coir	32-43	10-20	43-49	4
Tongkol jagung	45	35	15	5
Tangkai jagung	35	25	35	5
Kapas	95	2	1	0,4
Flax (dibasahi)	71	21	2	6
Flax (tidak dibasahi)	63	12	3	13
Hemp	70	22	6	2
Henequen	78	4-8	13	4
Istle	73	4-8	17	2
Jute	71	14	13	2
Kenaf	36	21	18	2
Rami	76	17	1	6
Sisal	73	14	11	2
Sunn	80	10	6	3
Jerami	30	50	15	5

2.2.3. Isolasi Selulosa

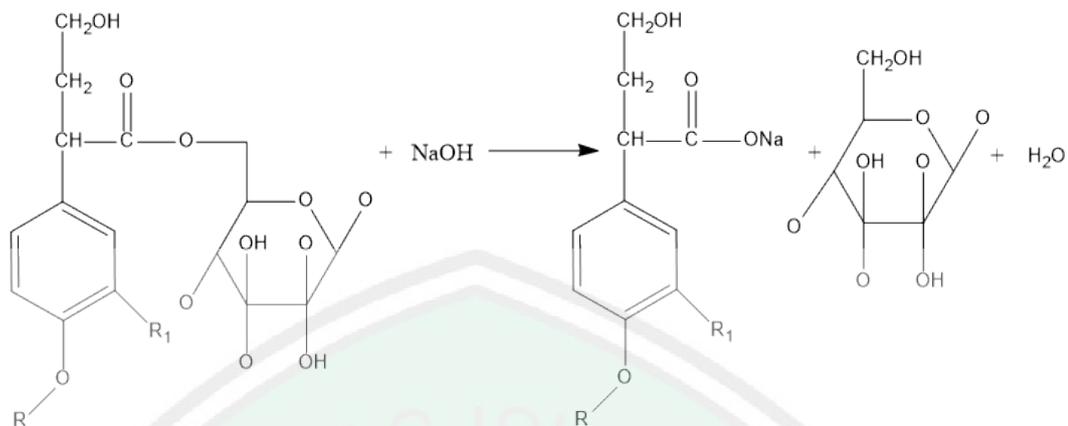
Proses isolasi selulosa dapat dilakukan dengan beberapa tahap. Tahap pertama adalah prehidrolis atau *pretreatment*. Proses tersebut dapat dilakukan dengan melakukan perendaman menggunakan aquades pada suhu 100°C, atau menggunakan larutan asam encer. Proses ini bertujuan untuk mempercepat penghilangan pentosan atau hemiselulosa yang terdapat dalam bahan (Sumada dkk., 2011).

Hemiselulosa adalah polisakarida dengan berat molekul rendah, sering mengalami ko-polimer dengan glukosa, asam glukuronat, mannanosa, arabinosa dan xilosa, dapat berbentuk acak, bercabang amorf atau struktur nonlinier dengan kekuatan rendah. Hemiselulosa mudah dihidrolisis oleh asam atau basa encer, atau enzim hidrolisis (Summerscales *et al.*, 2010). Pada tanaman serat, hemiselulosa berfungsi sebagai matrik dari selulosa (Bergander dan Salmen, 2002). Secara umum, fraksi hemiselulosa tanaman terdiri dari kumpulan polimer polisakarida dengan derajat polimerisasi lebih rendah dibandingkan dengan selulosa dan mengandung terutama gula *D-xylopyranose*, *D-glukopiranososa*, *D-galactopyranose*, *Larabinofuranose*, *D-mannopyranose*, dan *D-glucopyranosyluronic acid* dengan sejumlah kecil gula lainnya. Polisakarida tersebut biasanya berisi rantai utama yang terdiri dari satu unit gula berulang terkait dengan titik cabang (1-2), (1-3), dan atau (1-6) (1-4) (Rowell dan Rowell, 2000).

Tahap berikutnya adalah delignifikasi. Proses delignifikasi bertujuan untuk melarutkan kandungan lignin dari bahan sehingga mempermudah pemisahan lignin dengan bahan. Delignifikasi dapat dilakukan dengan menggunakan bahan kimia NaOH, Na₂SO₃, dan Na₂SO₄ (Sumada dkk., 2011). Reaksi delignifikasi ditunjukkan pada gambar 2.7 dan 2.8.



Gambar 2. 7 Reaksi dasar esterifikasi (Riswiyanto, 2010)



Gambar 2. 8 Proses delignifikasi

Lignin merupakan suatu senyawa yang dibentuk dengan penghilangan non-reversibel air dari gula (terutama xilosa) untuk membuat struktur aromatik. Lignifikasi berlangsung pada tanaman dewasa untuk kestabilan mekanik tanaman. Lignin berfungsi memberi kekakuan kepada tanaman, terlokalisasi pada permukaan lumen dan daerah dinding berpori untuk mempertahankan kekuatan dinding, permeabilitas dan membantu transport air. Lignin tahan terhadap serangan mikroorganisme dan kebanyakan dalam bentuk cincin aromatik yang tahan terhadap proses anaerobik sehingga kerusakan akibat proses anaerobik pada lignin adalah lambat (Bismarck *et al.*, 2005).

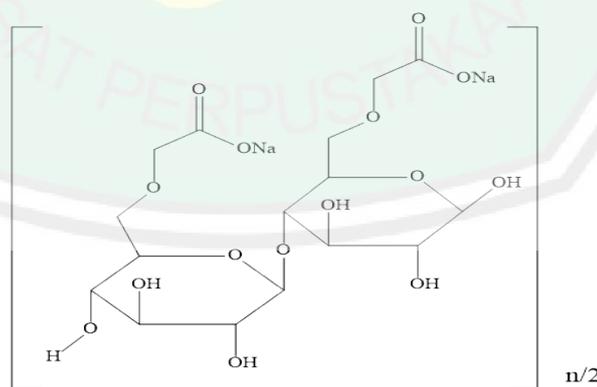
Lignin bersifat *hydrophobic* secara alami dan mengandung tiga ko-polimer dimensional dari unsur-unsur aromatik dan alifatik dengan bobot molekul yang sangat tinggi yaitu hidroksil, metoksil dan gugus karbonil. Lignin diketahui mengandung lima hidroksil dan lima metoksil per unit bangun. Diyakini bahwa satuan struktural dari molekul lignin diturunkan dari *4-hydroxy-3-methoxy phenylpropane*. Kesulitan utama di dalam kimia ialah tidak ada metode yang mapan untuk mengisolasi lignin dalam kondisi asli dari serat. Lignin dianggap sebagai

suatu polimer termoplastik yang memperlihatkan adanya temperatur transisi glass di sekitar 90°C dan meleleh pada temperatur sekitar 170°C (Olesen & Plackett, 1999). Lignin tidak terhidrolisis oleh asam, hanya dapat larut di dalam alkali panas, dapat teroksidasi, dan dengan mudah terkondensasi dengan fenol (Bismarck et al., 2005).

Selain delignifikasi, penghilangan lignin juga dapat dilakukan dengan menggunakan proses pemutihan (*bleaching*). Peran *bleaching* dalam menghilangkan lignin adalah sebagai proses untuk melarutkan sisa senyawa lignin yang dapat menyebabkan perubahan warna dengan cara mendegradasi rantai lignin yang panjang menjadi rantai lignin pendek, sehingga lignin dapat terlarut pada saat pencucian dalam air atau alkali (Fengel dan Wegener, 1995). Proses *bleaching* dapat dilakukan dengan menggunakan H₂O₂ dan NaOCl (Sumada dkk., 2011).

2.3. *Sodium Carboxymethyl Cellulose* (CMC-Na)

2.3.1. Pengertian CMC-Na



Gambar 2. 9 Struktur CMC-Na (Rowe *et al.*, 2009)

CMC-Na merupakan turunan dari selulosa yang dikarboksimetilasi. CMC-Na tersusun atas eter polimer linier dengan gugus karboksimetil (-CH₂-COOH)

yang terikat pada beberapa gugus OH dari monomer glukopiranos. Strukturnya didasarkan pada β -(1 \rightarrow 4)-D-glucopyranose polimer dari selulosa (Hoefler *et al.*, 2011).

2.3.2. Karakteristik CMC-Na

CMC-Na merupakan salah satu senyawa anionik yang memiliki sifat biodegradable (Hoefler *et al.*, 2011). Penampakan CMC-Na secara organoleptis berbentuk serbuk atau granul berwarna putih hingga krem dan bersifat higroskopik. CMC-Na mudah terdispersi dalam air membentuk larutan koloidal. CMC-Na tidak larut dalam etanol, eter, dan dalam pelarut organik lainnya (Depkes RI, 2014).

Degree of Substitution (DS) menunjukkan banyaknya gugus hidroksil yang disubstitusi. Nilai DS berpengaruh terhadap kelarutan CMC-Na dalam air. CMC-Na dengan nilai DS <0,4 bersifat *swellable* tetapi tidak mampu terdispersi dalam air, sedangkan CMC-Na yang memiliki nilai DS diatas nilai tersebut mampu terlarut dengan hidroafinitas yang bertambah seiring dengan peningkatan nilai DS (Ferdiansyah dkk., 2017). Menurut Standar Nasional Indonesia (SNI), nilai DS yang disyaratkan untuk CMC-Na adalah sebesar 0,7-1,2 (Fadillah, 2018)

Kadar air berpengaruh pada umur simpan CMC-Na. Kadar air yang sesuai membuat CMC-Na memiliki umur simpan yang lebih panjang karena lebih tahan terhadap kerusakan akibat faktor fisik, kimiawi, dan mikroorganisme. Menurut Farmakope Indonesia Edisi V, kadar air pada CMC-Na sebesar $\leq 10\%$ (Depkes RI, 2014).

pH merupakan derajat keasaman yang dapat diukur menggunakan pH meter. Nilai pH memiliki peranan penting sehingga perlu dikontrol untuk menjamin

kualitas dari kosmetik, makanan, dan produk farmasi yang dihasilkan (Schaude *et al.*, 2017). Produk farmasi perlu dikontrol nilai pH-nya untuk menjamin keamanan saat digunakan. CMC-Na dalam Farmakope Indonesia Edisi V disyaratkan memiliki nilai pH dalam rentang 6,5-8,5 (Depkes RI, 2014).

2.3.3. Fungsi CMC-Na

CMC-Na banyak digunakan di berbagai industri seperti, industri tekstil, kertas, detergen, kosmetik, makanan, dan farmasi (Eriningsih dkk., 2011). CMC-Na dalam industri farmasi dimanfaatkan sebagai eksipien. Fungsi dari CMC-Na sebagai eksipien adalah sebagai *coating agent*, *stabilizing agent*, *suspending agent*, disintegran pada kapsul dan tablet, *tablet binder*, *viscosity-increasing agent*, dan *water-absorbing agent* (Rowe *et al.*, 2009). CMC-Na juga dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuat film (Tufan *et al.*, 2016).

Berikut adalah konsentrasi CMC-Na yang diperlukan untuk beberapa fungsinya.

Tabel 2. 3 Fungsi CMC-Na dan Konsentrasinya (Rowe *et al.*, 2009)

Fungsi	Konsentrasi (%)
<i>Emulsifying agent</i>	0,25-1,0
<i>Gel-forming agent</i>	3,0-6,0
Injeksi	0,05-0,75
<i>Oral solutions</i>	0,1-1,0
Pengikat tablet	1,0-6,0

Carboxymethyl Cellulose Sodium (CMC-Na) merupakan salah satu eksipien yang masih bergantung pada impor untuk memenuhi kebutuhan industri farmasi di Indonesia. Pada tahun 2013, impor CMC-Na di Indonesia mencapai 5.003.165 Kg dengan anggaran sebesar 17.101.183 US\$ (Subdirektorat Statistik Impor, 2016).

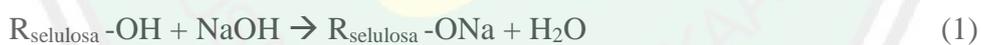
2.3.4. Sintesis CMC-Na

Proses sintesis CMC-Na dilakukan dengan dua tahap utama yaitu alkalisasi dan karboksimetilasi. Proses alkalisasi berlangsung dengan menambahkan NaOH sedangkan proses karboksimetilasi berlangsung dengan menambahkan Na MCA (Asl *et al.*, 2017). Selain Na MCA, proses karboksimetilasi juga dapat dilakukan dengan monokloroasetat (MCA) (Pitaloka dkk., 2015).

Alkalisasi dilakukan dengan melakukan perendaman selulosa dalam larutan alkali basa yang biasanya berupa NaOH (Pratama dkk., 2017). Alkalisasi dilakukan dengan larutan NaOH bertujuan untuk mengaktifkan gugus-gugus -OH pada selulosa dan mengembangkan selulosa. Pengembangan selulosa dapat memudahkan difusi reagen pada proses selanjutnya (Ferdiansyah dkk., 2017).

Proses karboksimetilasi merupakan proses substitusi gugus hidroksil dari selulosa oleh gugus karboksimetil dengan mereaksikan selulosa menggunakan Na MCA maupun MCA. Reaksi pembuatan CMC-Na adalah sebagai berikut:

1. Tahap Alkalisasi



2. Tahap Karboksimetilasi



Selain menghasilkan CMC-Na, reaksi di atas juga dapat menghasilkan produk samping karena adanya kelebihan NaOH. Kelebihan NaOH akan menyebabkan NaOH tidak bereaksi dengan selulosa pada tahap alkalisasi dan akan bereaksi dengan Na MCA pada tahap karboksimetilasi menghasilkan natrium glikolat dan NaCl. Semakin banyak NaOH yang ditambahkan, semakin banyak pula produk

samping yang dihasilkan, sehingga kemurnian CMC-Na yang dihasilkan semakin berkurang (Wijayani dkk., 2005). Reaksi pembentukan produk samping adalah sebagai berikut:



2.3.5. Karakteristik CMC-Na dengan FTIR

Transformasi Fourier inframerah (FTIR) banyak digunakan karena memiliki kelebihan dapat menganalisis hampir semua bentuk sampel. Sampel yang dapat dianalisis adalah sampel yang berwujud, cairan, larutan, pasta, bubuk, film, serat, gas (Fan *et al.*, 2012). Selain itu, FTIR menawarkan analisis sampel secara keseluruhan dan tidak terkait dengan penggunaan bahan kimia dan reagen (Rohman *et al.*, 2012). FTIR dioperasikan dalam mode single beam. Sinar radiasi IR yang dipancarkan ke cuplikan dapat menyerap energi, kemudian terjadilah transisi diantara tingkat energi vibrasi dasar dan tingkat vibrasi tereksitasi berupa berkas radiasi IR yang ditangkap oleh detektor, selanjutnya signal yang dihasilkan dari detektor direkam sebagai spektrum IR yang berbentuk puncak-puncak absorpsi dari senyawa berupa grafik (Pavia *et al.*, 2001). Gambaran hasil analisis CMC-Na menggunakan FTIR dapat dilihat pada pada tabel 2.5.

Tabel 2. 4 Gambaran hasil analisis CMC-Na dengan FTIR (Golbaghi *et al.*, 2017 dan Pavia *et al.*, 2009)

Tipe Senyawa	Wavenumber (cm⁻¹)
Gugus karbonil (-C=O)	1640-1600
Alkohol (OH)	3400-3200
Gugus alkil atau alkena (C-H <i>sp</i> ³)	3000-2850
Ikatan 1,4-β-glikosidik	Sekitar 850
Ikatan <i>pyranose</i> (C-O-C)	1300-1000

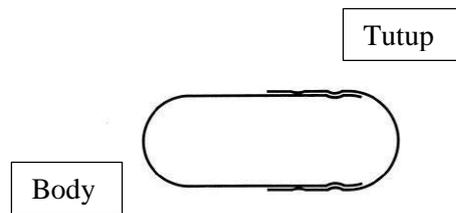
2.4. Kapsul

2.4.1. Pengertian Kapsul

Kapsul merupakan salah satu bentuk sediaan farmasi. Istilah kapsul berasal dari bahasa latin “*Capsula*” yang berarti kotak kecil atau wadah kecil (Jones, 2004). Kapsul adalah sediaan padat yang mengandung satu atau lebih bahan obat dan bahan *inert* lainnya yang dimasukkan ke dalam wadah kecil atau biasa disebut dengan cangkang kapsul (Ferisa dkk., 2017).

Cangkang kapsul adalah suatu wadah berukuran kecil yang digunakan untuk membungkus, melindungi, dan menutupi suatu sediaan obat. Sediaan obat tersebut akan masuk ke dalam tubuh bersama dengan cangkang kapsul yang digunakan. Cangkang dapat dibuat dari gelatin, pati atau bahan lain yang sesuai (Depkes RI, 2014). Bahan lain yang pernah diformulasikan menjadi cangkang kapsul adalah *hydroxyprophylmethycellulose* (HPMC), *polyvinyl alcohol* (PVA), ganggang laut ataupun pati. Berdasarkan komponen penyusun cangkang kapsul, cangkang kapsul dapat dibedakan menjadi cangkang kapsul keras dan cangkang kapsul lunak (Mahato dan Narang, 2012).

Cangkang kapsul keras merupakan jenis cangkang kapsul yang digunakan oleh ahli farmasi untuk menggabungkan obat secara dadakan (Ansel, 1989). Cangkang kapsul keras terbagi menjadi 2 bagian yang terpisah yang membentuk wujud semi silinder. Satu bagian sebagai tutup yang memiliki diameter yang lebih luas dari yang lain dan yang lainnya adalah badannya yang lebih panjang. Tutupnya harus cocok dengan bagian badan untuk membentuk unit yang dapat tersegel (Jones, 2004).



Gambar 2.10. Kapsul cangkang keras (Ansel, 1989)

Kapsul merupakan salah satu bentuk sediaan farmasi yang nyaman dan sering digunakan. Keuntungan dari bentuk sediaan kapsul yang mampu menutupi rasa dan bau obat yang tidak enak menjadikan sediaan ini sering digunakan di masyarakat (Syamsuni, 2006).

Cangkang kapsul lunak memiliki cangkang yang tertutup rapat dan digunakan untuk menutupi sediaan obat yang cair atau semisolid. Kapsul lunak merupakan bentuk sediaan yang tertutup sempurna dan tidak dapat dibuka kecuali dengan menghancurkan cangkang kapsulnya. Proses pembuatannya dan pengisiannya dilakukan secara bersamaan tidak terpisah seperti cangkang kapsul keras (Mahato dan Narang, 2012).

2.4.2. Kelebihan dan Kekurangan Kapsul

Beberapa kelebihan kapsul adalah sebagai berikut (Bhatt, 2007):

1. Kapsul menutupi rasa dan bau yang tidak menyenangkan dari obat dan dapat dengan mudah diadministrasikan sehingga meningkatkan kepatuhan pasien.
2. Tampilannya menarik.
3. Licin saat lembab oleh karena itu mudah ditelan.
4. Dibandingkan dengan tablet, kapsul tidak membutuhkan banyak bahan tambahan.

5. Cangkang bersifat inert secara fisik, mudah dan cepat dicerna dalam saluran pencernaan.
6. Ekonomis.
7. Mudah dipegang dan dibawa.
8. Cangkang dapat ditambahkan pewarna dan opacifier untuk memberikan proteksi dari cahaya.

Beberapa kekurangan kapsul adalah sebagai berikut (Bhatt, 2007):

1. Bahan obat yang higroskopis dapat menyerap air dari cangkang kapsul dan membuat kapsul rapuh sehingga tidak cocok dijadikan isian untuk kapsul.
2. Larutan yang terkonsentrasi yang membutuhkan pengenceran sebelumnya tidak cocok untuk kapsul karena jika diadministrasikan akan mengarah pada iritasi pencernaan.

2.5. Hukum Menggunakan Barang Haram atau Najis untuk Pengobatan

Najis menurut prospektif fiqih merupakan elemen yang diharamkan oleh syariat Islam. Setiap najis merupakan sesuatu yang diharamkan, namun tidak semua yang diharamkan oleh Allah SWT adalah najis. Imam Ash Shon'ani *rahimahullah* menjelaskan bahwa sesuatu yang najis tentu saja haram, namun tidak sebaliknya. Karena najis berarti tidak boleh disentuh dalam setiap keadaan.

Contoh dari elemen yang diharamkan namun tidak najis adalah memakai kain sutera dan emas bagi laki-laki. Kedua benda ini dihukumi suci karena didukung oleh dalil dan ijma'. Jika ingin menyatakan najis, maka harus didukung dengan dalil lain. Jika tidak, maka tetap berpegang dengan hukum asal yaitu segala

sesuatu itu suci. Barangsiapa yang mengklain keluar dari hokum asal, maka ia harus mendatangkan dalil (Alsona'ni, Dar Ibn Hazm, 2013).

Allah SWT menghalalkan segala yang baik dan mengharamkan segala yang buruk, sesuai dengan firmanNya:

الَّذِينَ يَتَّبِعُونَ الرَّسُولَ النَّبِيَّ الْأُمِّيَّ الَّذِي يَجِدُونَهُ مَكْتُوبًا عِنْدَهُمْ فِي التَّوْرَةِ وَالْإِنْجِيلِ يَأْمُرُهُمْ بِالْمَعْرُوفِ وَيَنْهَاهُمْ عَنِ الْمُنْكَرِ وَيُحِلُّ لَهُمُ الطَّيِّبَاتِ وَيُحَرِّمُ عَلَيْهِمُ الْخَبَائِثَ وَيَضَعُ عَنْهُمْ إِصْرَهُمْ وَالْأَغْلَالَ الَّتِي كَانَتْ عَلَيْهِمْ ۗ قَالُوا يَا مَرْءُومُ ادْعُنَا بِمَا نَدْعُوكَ وَإِصْرُوكَ عَلَيْنَا وَاعْتَدْنَا بِمَنَافِعِ الْوَدَّاعِ كَمَا نَدْعُوكَ ۗ أُولَٰئِكَ هُمُ الْمُفْلِحُونَ

Artinya: “(yaitu) orang-orang yang mengikut rasul, Nabi yang Ummi yang (namanya) mereka dapati tertulis di dalam Taurat dan Injil yang ada di sisi mereka, yang menyuruh mereka mengerjakan yang ma'ruf dan melarang mereka dari mengerjakan yang mungkar dan menghalalkan bagi mereka segala yang baik dan mengharamkan bagi mereka segala yang buruk dan membuang dari mereka beban-beban dan belenggu-belenggu yang ada pada mereka. Maka orang-orang yang beriman kepadanya, memuliakannya, menolongnya dan mengikuti cahaya yang terang yang diturunkan kepadanya (Al Quran), mereka Itulah orang-orang yang beruntung. Maksudnya: dalam syari'at yang dibawa oleh Muhammad itu tidak ada lagi beban-beban yang berat yang dipikulkan kepada Bani Israil. Umpamanya: mensyari'atkan membunuh diri untuk sahnya taubat, mewajibkan kisas pada pembunuhan baik yang disengaja atau tidak tanpa membolehkan membayar diat, memotong anggota badan yang melakukan kesalahan, membuang atau menggunting kain yang kena najis”. (Q.S. A'raaf: 157).

Terdapat perbedaan pendapat ulama fiqih mengenai boleh tidaknya menggunakan benda haram untuk pengobatan. Pendapat pertama mengatakan bahwa berobat tidak dianggap sebagai darurat yang sangat memaksa seperti halnya makan. Pendapat ini didasarkan pada hadist Nabi berikut (Ibn Kathir, 2002):

إِنَّ اللَّهَ لَمْ يَجْعَلْ شِفَاءَكُمْ فِيَمَا حَرَّمَ عَلَيْكُمْ

Artinya: “sesungguhnya Allah tidak menjadikan kesembuhan dengan sesuatu yang Ia haramkan atas kamu” (Riwayat Bukhari).

Ibn At-Taimiyah berpendapat bahwa penggunaan benda haram tidak diperbolehkan karena hal tersebut tidak bisa menjamin mendatangkan kesembuhan.

Seperti yang beliau katakana di bawah ini (Ibn Taimiyyah, Dar Wafaa, 2008):

الشخص الذي يُلتمسُ نالَ العَلاجِ يَستَخدمُ شَيءًا مَمنوعًا فهُوَ يَساوِي وَنُهَهُ بِاكتِسابِ الذبائِحِ وَالدمِ
الَّذينَ شَخصاً فِحالَةِ الطَّوارِئِ بَينَما إِأَكانَ العَلاجُ بِاستِخدامِ شَئٍ غَيرِ نَظِيفٍ لَ يَضمِنُ حَلبَ الشِّفاءِ

Artinya: “*Ibn At-Taimiyyah mengatakan, orang-orang yang mungkin berobat menggunakan sesuatu yang haram, mereka menyamakan hal itu dengan pembolean memakan bangkai dan darah bagi orang yang sedang dalam kondisi darurat. Sedangkan jika berobat menggunakan sesuatu yang haram itu tidak menjamin mendatangkan kesembuhan*”.

Alasan Ibn At-Taimiyyah melarang penggunaan benda haram adalah sebagai berikut:

1. Berobat dengan minuman arak tidak meyakinkan untuk sembuh sedangkan dengan arak itu haram, berbeda dengan orang yang memakan bangkai karena dengan memakan bangkai itu akan menghilangkan rasa lapar.
2. Berobat itu tidak harus dengan minuman arak. Berbagai macam obat-obatan bisa ditemukan, dan orang sakit bisa saja sembuh tanpa harus meminum obat. Kesembuhan juga bisa terjadi begitu saja, bahkan hanya dengan kekuatan alami di dalam tubuh yang diciptakan Allah SWT.
3. Berobat menurut mereka itu hukumnya mubah. Hanya sedikit ulama yang mewajibkan, seperti yang dikatakan oleh beberapa sahabat Imam Syafi’I dan Imam Ahmad.

Pendapat kedua adalah ulama yang menganggap bahwa sakit adalah keadaan yang darurat, sehingga berobat itu dianggap seperti makan. Hal ini

menjadikan berobat adalah suatu keharusan demi kelangsungan hidup seperti pendapat Al-Qardhawi (1993) di bawah ini:

الضرورة لتعالج هي تبيها ستفاق عن داء بياكل ما حرمت عليه ,يعتبر ون عن ذلك حال
كما حال الضرورة اجل ان يعتبر ون كمثل يأكلون بأ سباب هذا ن كما اجبارية بأبدية
الحياة

Artinya: “*daruratnya berobat yaitu ketergantungan sembuhnya suatu penyakit dengan memakan sesuatu dari barang-barang yang diharamkan itu. Sementara mereka juga menganggap keadaan seperti itu sebagai keadaan darurat sehingga dianggapnya berobat itu seperti makan, dengan alasan bahwa kedua-duanya itu sebagai sesuatu keharusan kelangsungan hidup*”.

Dalil yang digunakan oleh golongan yang membolehkan benda haram adalah hadist nabi yang berhubungan dengan izin beliau untuk memakai sutera kepada Abdur Rahman bin Auf fan Az-Zubair bin Awwam karena penyakit yang diderita oleh keduanya. Seperti yang diketahui bahwa memakai sutera pada dasarnya adalah terlarang dan diancam untuk laki-laki (Muslim, Dar Ihya’, 2006).

Keringanan atau *rukhsah* dalam menggunakan obat dari benda haram yang digariskan oleh Yusuf Al-Qardhawi harus memenuhi syarat-syarat diantaranya adalah adanya pernyataan dari seorang dokter muslim yang dapat dipercaya, baik pemeriksaannya maupun agamanya. Yusuf Al-Qardhawi berpendapat seperti di bawah ini (Al-Qardhawi, 1993):

و بذلك أصبح معر وفاقى الإسلام أن التحريم يتبع الخبث والضرر, فما كان خالصالضرر
فهو حرام, وما كان خالص النفع فهو حلال, وما كان ضرره أكبر من نفعه فهو حرام, وما كان
نفعه أكبر فهو حلال, وهذا ما صرح به القرآن الكريم فى شأن الخمر والميسر

Artinya: “*Yusuf Al-Qardhawi mengatakan demikian sudah dikenal dalam islam bahwa dilarang mengikuti kejahatan dan kemudhoratan maka kalau jelas*

kemudhoratannya hukumnya haram dan kalau jelas manfaatnya hukumnya halal, jikalau mudhoratnya lebih besar dari manfaatnya maka haram, dan kalau manfaatnya lebih besar dari mudhoratnya maka halal dan keterangan ini sudah dijelaskan dalam al-Qur'an yang mulia yang berkenaan dengan khomar dan perjudian”.

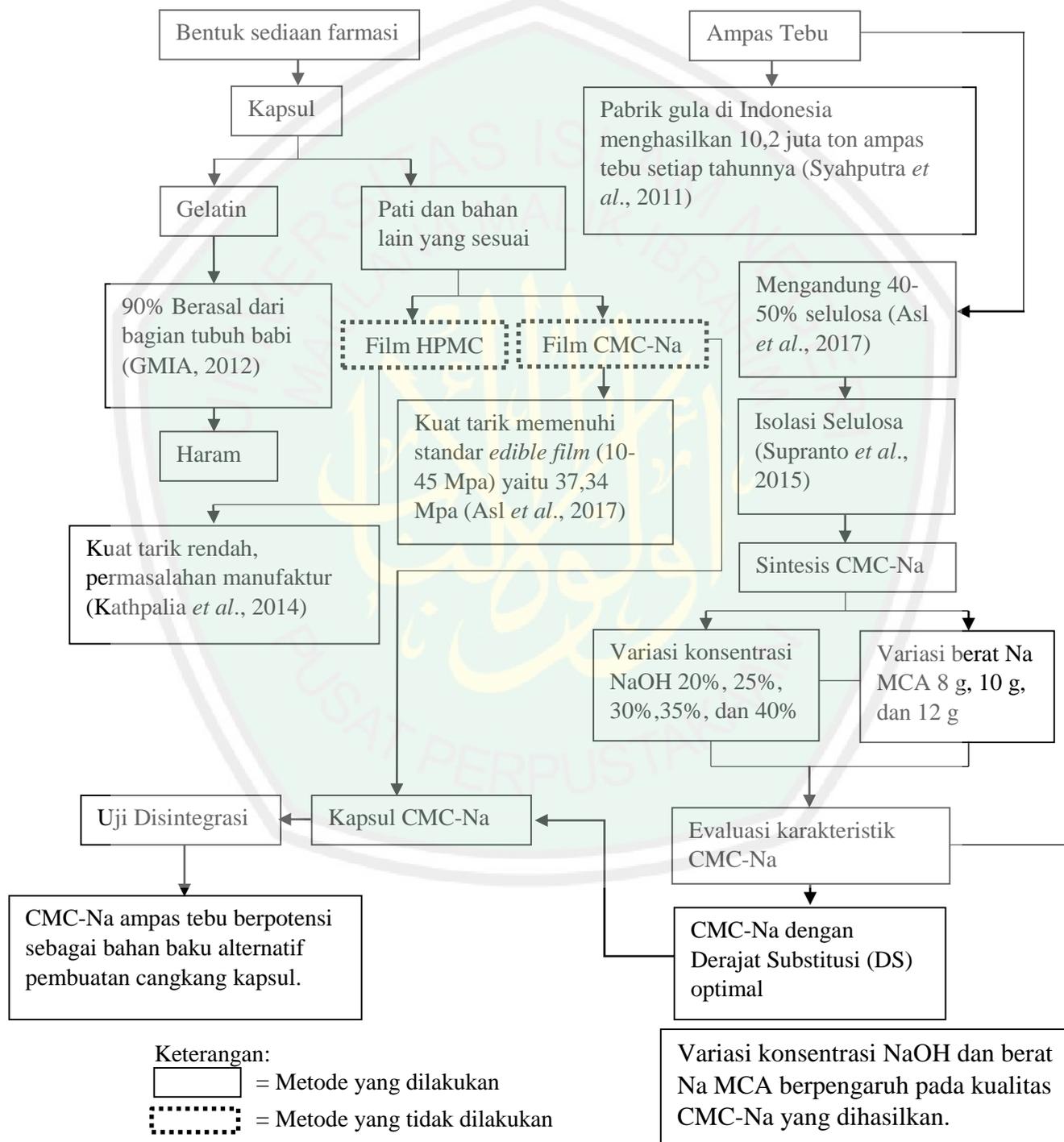
Pendapat Yusuf Al-Qadhawi diperkuat dengan adanya hadist tentang penggunaan benda najis sebagai sarana pengobatan seperti di bawah ini:

وَأَمَّا النَّدَاوِي بِالنَّجَاسَاتِ غَيْرِ الْخَمْرِ فَهُوَ جَائِزٌ سِوَاءَ فِيهِ جَمِيعُ النَّجَاسَاتِ غَيْرِ الْمُسْكِرِ هَذَا هُوَ الْمَذْهَبُ وَالْمَنْصُوصُ وَبِهِ قَطَعَ الْجُمْهُورُ

Artinya: “adapun berobat dengan sesuatu yang najis selain khomr, maka hal itu dibolehkan, dan berlaku bagi semua najis yang tidak memabukkan. Ini adalah pendapat yang dipilih madzhab (syafi'i) dan sudah tertulis serta diyakini oleh mayoritas (ulama syafi'iyah)”. (HR. Ibnu Rusydi).

BAB III KERANGKA KONSEPTUAL

3.1. Bagan Kerangka Konseptual



Gambar 3. 1 Bagan kerangka konseptual

3.2. Uraian Kerangka Konseptual

Kapsul merupakan salah satu bentuk sediaan farmasi yang nyaman dan sering digunakan karena kemampuannya yang mampu menutupi rasa dan bau obat yang tidak enak (Syamsuni, 2006). Kapsul adalah sediaan padat yang mengandung satu atau lebih bahan obat dan bahan *inert* lainnya yang dikemas dalam cangkang kapsul (Ferisa dkk., 2017). Cangkang kapsul biasanya terbuat dari gelatin (Depkes RI, 2014). Menurut sumber, gelatin yang beredar di masyarakat pada tahun 2012, 90% berasal dari bagian tubuh babi (GMIA, 2012). Hal ini menjadi kekhawatiran konsumen muslim saat mengonsumsi kapsul.

Berdasarkan alasan tersebut, maka perlu dilakukan pemilihan alternatif bahan baku untuk memproduksi cangkang kapsul. Inovasi pembuatan cangkang kapsul pernah dilakukan dengan menggunakan HPMC. HPMC memiliki kestabilan fisik yang lebih baik dibandingkan dengan gelatin (Ferdiansyah dkk., 2016). Akan tetapi, film HPMC memiliki kuat tarik yang lebih rendah dibandingkan gelatin, sehingga menyebabkan masalah saat proses pembuatan cangkang kapsul (Kathpalia *et al.*, 2014). Guna memperoleh alternatif pengganti gelatin sebagai bahan baku pembuatan cangkang kapsul, maka perlu melakukan percobaan pembuatan cangkang kapsul dari bahan baku lain. Salah satu bahan baku yang dapat dipilih adalah CMC-Na.

CMC-Na dipilih sebagai bahan baku pembuatan cangkang kapsul karena CMC-Na memiliki nilai kuat tarik yang memenuhi standar *edible film* (10-45 Mpa) yaitu 37,34 Mpa. CMC-Na diperoleh dari sintesis selulosa. Selulosa dapat diperoleh dari beberapa sumber salah satunya adalah ampas tebu. Ampas tebu dipilih sebagai

sumber selulosa karena memiliki kandungan selulosa sebesar 40-50% (Asl *et al.*, 2017), selain itu ketersediaan ampas tebu melimpah di Indonesia yaitu sebesar 10,2 juta ton setiap tahunnya (Syahputra dkk., 2011).

Proses sintesis CMC-Na diawali dengan proses alkalisasi menggunakan NaOH dan dilanjutkan dengan proses karboksimetilasi menggunakan Na MCA dengan suhu tertentu. CMC-Na yang dihasilkan dievaluasi dengan beberapa uji seperti uji organoleptis, kelarutan, pH, kadar air, penetapan kadar, DS, dan *swelling*. Guna memperoleh CMC-Na dengan kondisi optimal, maka dilakukan variasi konsentrasi NaOH (20%, 25% 30%, 35%, dan 40%) dan berat Na MCA (8 g, 10 g, dan 12 g). Setelah itu, CMC-Na yang memiliki nilai Derajat Substitusi (DS) optimal diformulasikan menjadi cangkang kapsul dan dievaluasi dengan uji disintegrasi.

3.3. Hipotesis Penelitian

Hipotesis dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Variasi NaOH dan berat Na MCA berpengaruh pada nilai Derajat Substitusi (DS) dari CMC-Na yang dihasilkan.
2. Berdasarkan hasil uji disintegrasi, CMC-Na ampas tebu berpotensi sebagai bahan baku alternatif pembuatan cangkang kapsul.

BAB IV

METODE PENELITIAN

4.1. Jenis dan Rancangan Penelitian

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah *true experimental* karena dalam desain penelitian dapat mengontrol semua variable luar yang berpengaruh terhadap jalannya eksperimen. Tujuan dari *true experimental* adalah untuk menyelidiki hubungan sebab akibat dengan cara memberi perlakuan dan membandingkan hasilnya dengan grup kontrol yang tidak diberi perlakuan (Suryabrata, 2011). Beberapa perlakuan yang diberikan pada penelitian ini yang berpengaruh terhadap CMC-Na ampas tebu yang dihasilkan adalah sebagai berikut:

1. Penggunaan variasi konsentrasi NaOH pada proses alkalisasi sebesar 20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%.
2. Penggunaan variasi berat Na MCA pada proses karboksimetilasi sebanyak 8 g, 10 g, dan 12 g.
3. Suhu yang digunakan pada proses karboksimetilasi dikontrol pada suhu 55°C.
4. Kecepatan pengadukan pada proses alkalisasi dan karboksimetilasi dikontrol pada kecepatan 250 rpm.
5. Dilakukan replikasi sebanyak 3 kali dalam setiap perlakuan sintesis CMC-Na.
6. CMC-Na ampas tebu yang diperoleh dievaluasi menggunakan FTIR dan membandingkan gugus-gugusnya dengan gugus pada CMC-Na komersil.

7. CMC-Na ampas tebu yang diperoleh diuji kualitasnya berdasarkan hasil dari pemeriksaan organoleptis, kelarutan, pH, kadar air, DS, dan *swelling*. Hasil yang diperoleh dibandingkan dengan Farmakope Indonesia Edisi V.

4.2. Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian dilaksanakan pada bulan Februari 2019-Januari 2020. Penelitian bertempat di Laboratorium Kimia Dasar, Laboratorium Kimia Analisis, dan Laboratorium Teknologi Farmasi Program Studi Farmasi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.

4.3. Variabel Penelitian dan Definisi Operasional Variabel

4.3.1. Variabel Penelitian

1. Variabel bebas : variasi konsentrasi NaOH (20%, 25% 30%, 35%, dan 45%) dan berat Na MCA (8 g, 10 g, dan 12 g).
2. Variabel tergantung : Derajat Substitusi dari CMC-Na
3. Variabel kontrol : suhu (55°C) dan kecepatan pengadukan (250 rpm).

4.3.2. Definisi Operasional

1. Konsentrasi NaOH

Konsentrasi NaOH adalah jumlah konsentrasi NaOH yang digunakan pada proses alkalisasi pembuatan CMC-Na. Variasi konsentrasi NaOH yang digunakan yaitu 20%, 25% 30%, 35%, dan 40%.

2. Berat Na MCA

Berat Na MCA adalah jumlah Na MCA yang digunakan pada proses karboksimetilasi pembuatan CMC-Na. Variasi berat Na MCA yang digunakan yaitu 8 g, 10 g, dan 12 g.

3. Uji Organoleptis

Uji organoleptis dilakukan untuk mengetahui bentuk dan warna dari CMC-Na ampas tebu yang dihasilkan. CMC-Na berbentuk granul atau serbuk dan berwarna putih hingga krem (Depkes RI, 2014).

4. Kelarutan

Uji kelarutan dilakukan untuk menentukan kelarutan CMC-Na ampas tebu. CMC-Na mudah terdispersi dalam air membentuk larutan koloidal; tidak larut dalam etanol, eter, dan pelarut organik lain (Depkes RI, 2014).

5. Kadar Air

Uji kadar air dilakukan untuk mengetahui banyaknya air yang terdapat di dalam CMC-Na ampas tebu. Berdasarkan standar Farmakope edisi ke-V, nilai kadar air tidak lebih dari 10% (Depkes RI, 2014)

6. Degree of Substitution (DS)

DS merupakan salah satu parameter utama keberhasilan proses sintesis CMC-Na. DS adalah nilai dari banyaknya gugus hidroksil yang tersubstitusi. Nilai DS berpengaruh pada kelarutan CMC-Na yang diperoleh. CMC-Na dengan nilai DS <0,4 bersifat *swellable* tetapi tidak mampu larut dalam air, sedangkan di atas nilai tersebut CMC-Na mampu terlarut dengan hidroafinitas yang bertambah seiring dengan peningkatan DS (Ferdiansyah dkk., 2017).

7. *Swelling*

Uji *swelling* dilakukan untuk menghitung kapasitas serap CMC-Na yang dinyatakan dalam *swelling ratio*. Uji ini dilakukan menggunakan metode *tea-bag* dalam aquades suhu 22°C (Anah dan Astrini, 2015).

8. Suhu

Suhu merupakan temperatur yang digunakan dalam proses karboksimetilasi. Suhu yang digunakan dalam penelitian ini adalah sebesar 55°C (Asl *et al.*, 2017).

9. Kecepatan Pengadukan

Kecepatan pengadukan adalah banyaknya putaran pengadukan yang digunakan dalam proses alkalisasi dan karboksimetilasi. Kecepatan pengadukan yang digunakan dalam penelitian ini sebesar 250 rpm

4.4. Alat dan Bahan

4.4.1. Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah *hotplate* dan magnetik stirer (IKA), oven (Binder), Blender (Philips), *disintegration test* (Erweka), pH meter (Senz pH), *moizture content test* (HC103), *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR) (*agilent cary 630*), dan alat-alat gelas (Iwaki).

4.4.2. Bahan

Bahan yang diperlukan dalam penelitian ini adalah ampas tebu yang diperoleh dari pabrik gula merah di daerah Kediri, HNO₃ (Merck), NaOH (Merck), H₂O₂ (teknis), Na MCA (Merck), isopropanol (SAP), *absolute methanol* (Merck),

metanol 70% (SAP), etanol (SAP), asam asetat glasial (SAP), *Polyethylene Glycol* (PEG 400), dan aquadest.

4.5. Prosedur Penelitian

4.5.1. Bahan Baku

4.5.1.1. Pengambilan Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah ampas tebu hijau. Limbah ampas tebu tebu diperoleh dari *home industry* gula merah di Jalan Merak, Desa Banggle, Kecamatan Ngadiluwih, Kabupaten Kediri, Provinsi Jawa Timur.

4.5.1.2. Determinasi

Determinasi dilakukan untuk mengetahui kunci determinasi dari suatu tanaman. Sehingga, dapat diketahui spesies tanaman yang digunakan sebagai bahan baku dalam penelitian ini. Uji determinasi dilakukan di Materia Medika Batu.

4.5.1.3. Preparasi Bahan Baku

Ampas tebu yang diperoleh ditimbang untuk mengetahui berat basahanya. Kemudian dicuci dan dikeringkan di dalam ruangan khusus. Proses pengeringan dilakukan dengan bantuan sinar matahari. Setelah ampas tebu kering, kemudian diperkecil ukurannya ± 100 mesh menggunakan *grinder*. Serbuk ampas tebu yang diperoleh ditimbang untuk mengetahui berat keringnya.

Serbuk ampas tebu yang diperoleh disimpan dalam wadah tertutup dan diberi silika gel. Guna menjaga kualitas dari serbuk ampas tebu, dilakukan pengukuran kadar air setiap 1 bulan sekali. Pengukuran kadar air dimulai dari hari

pertama serbuk ampas tebu diperoleh hingga akhir penelitian. Skema kerja dapat dilihat pada **Gambar 4.1**.

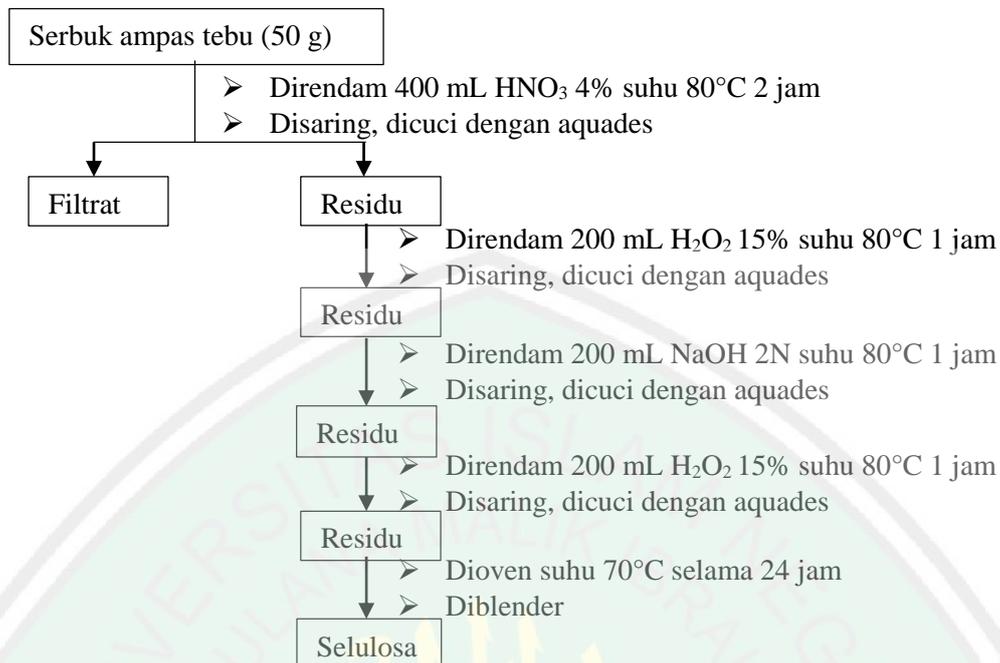


Gambar 4. 1 Preparasi limbah ampas tebu

4.5.2. Pembuatan CMC-Na

4.5.2.1. Isolasi Selulosa

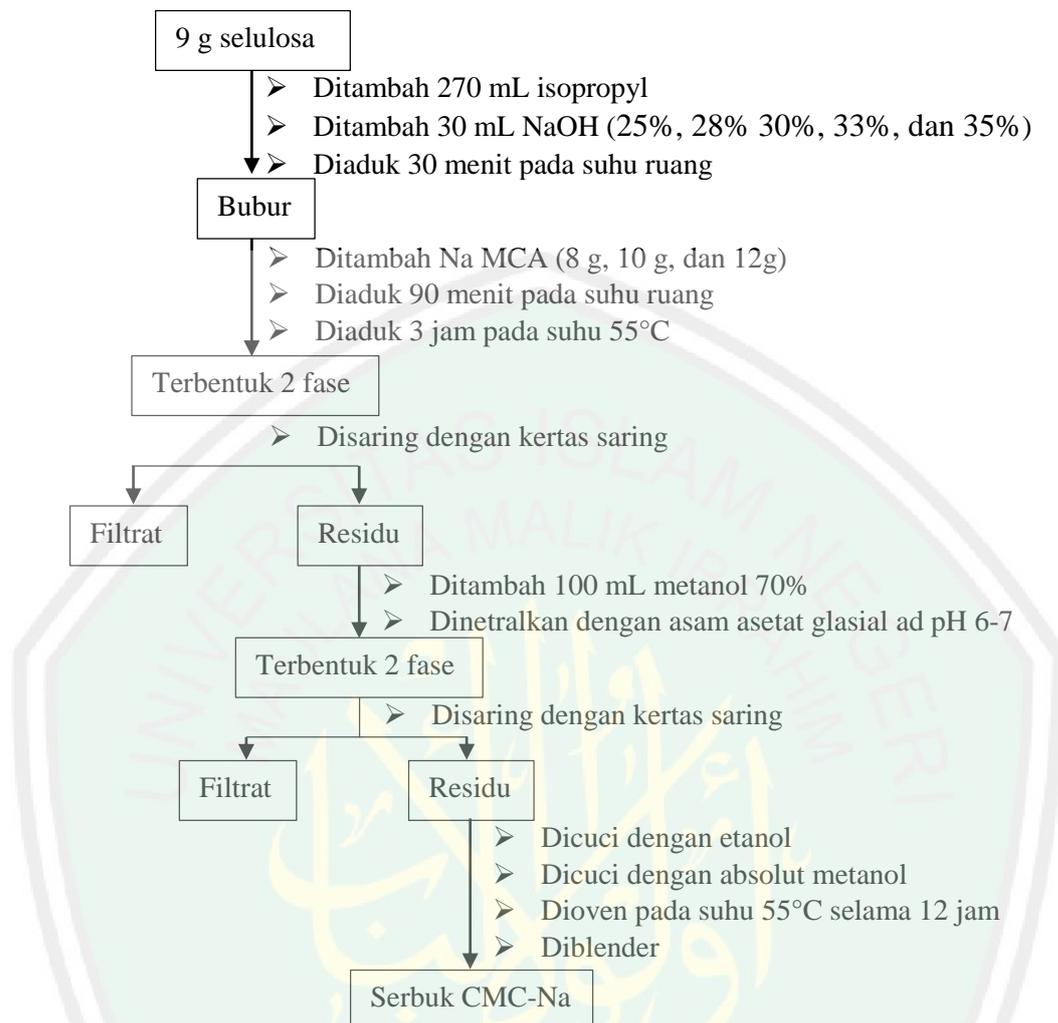
Serbuk ampas tebu sebanyak 50 g dihidrolisis menggunakan 400 mL HNO_3 4% pada suhu 80°C selama 2 jam. Kemudian disaring dan diputihkan menggunakan 200 mL H_2O_2 15% pada suhu 80°C selama 1 jam. Selanjutnya dilakukan proses delignifikasi menggunakan 200 mL NaOH 2N pada suhu 80°C selama 1 jam, kemudian disaring dan diputihkan menggunakan 200 mL H_2O_2 15% pada suhu 80°C selama 1 jam (Supranto *et al.*, 2015). Selulosa yang didapatkan dioven pada suhu 70°C selama 24 jam (Golbaghi *et al.*, 2017). Skema kerja dapat dilihat pada **Gambar 4.2**.



Gambar 4. 2 Proses isolasi selulosa

4.5.2.2. Sintesis CMC-Na

Selulosa ampas tebu sebanyak 9 g ditambah dengan 270 mL isopropil dan 30 mL NaOH (25%, 28%, 30%, 33%, dan 35%), kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit pada suhu ruang. Selanjutnya ditambahkan Na MCA (8 g, 10g, dan 12 g) dan diaduk selama 90 menit pada suhu kamar, pengadukan dilanjutkan selama 3 jam pada suhu 55°C dan disaring. Residu yang diperoleh direndam dengan 100 mL metanol 70% dan dinetralkan dengan asam asetat glasial hingga pH 6-7 kemudian disaring. Residu yang diperoleh dicuci menggunakan 300 mL etanol, kemudian dicuci lagi menggunakan metanol absolut (Asl *et al.*, 2017). Skema kerja dapat dilihat pada **Gambar 4.3**.



Gambar 4. 3 Sintesis CMC-Na

4.5.3. Evaluasi CMC-Na

4.5.3.1. *Fourier Transform InfraRed (FTIR)*

Karakterisasi FTIR digunakan untuk mengetahui gugus-gugus fungsi khas dari CMC-Na. Hasil spektra yang diperoleh dibandingkan dengan spektra CMC-Na standar (Fessenden dan Fessenden, 1982).

4.5.3.2. Pemeriksaan Karakteristik CMC-Na

Pemeriksaan karakteristik CMC-Na meliputi:

1. Pemeriksaan Organoleptis

Pemeriksaan organoleptis yang dilakukan sesuai dengan Farmakope Indonesia Edisi ke-V yang meliputi pemeriksaan bentuk dan warna. Pemeriksaan tersebut, diamati langsung dengan panca indera. CMC-Na berbentuk serbuk atau granul dan berwarna putih sampai krem (Depkes RI, 2014).

2. Pemeriksaan Kelarutan

CMC-Na yang diperoleh diamati kelarutannya pada air, etanol, dan eter. CMC-Na mudah terdispersi dalam air membentuk larutan koloidal; tidak larut dalam etanol, eter, dan pelarut organik lain (Depkes RI, 2014).

3. Pemeriksaan pH

Pemeriksaan pH dilakukan dengan melarutkan 1 bagian CMC-Na ke dalam 100 bagian air pada suhu 60°C hingga CMC-Na terdispersi sempurna. Setelah didinginkan pada suhu ruang, kemudian pH diukur menggunakan pH meter. Nilai pH yang disarankan untuk CMC-Na antara 6,5-8,5 (Depkes RI, 2014).

4. Kadar Air

Kadar air atau susut pengeringan dilakukan dengan menimbang 0,5 g CMC-Na dan dikeringkan pada suhu 105°C (Depkes RI, 2014). Pengukuran kadar air dilakukan menggunakan instrument *moisture content analyzer*. Berdasarkan standar Farmakope edisi ke-V, nilai kadar air tidak lebih dari 10%.

5. *Swelling*

Pengukuran *swelling* CMC-Na dalam air dilakukan untuk menghitung kapasitas serap yang dinyatakan dalam *swelling ratio*. Pengukuran dilakukan menggunakan aquades pada suhu 22°C dengan metode *tea-bag*. Sebelum dilakukan

perendaman, berat *tea-bag* (w_0) dan CMC-Na (w_1) kering ditimbang terlebih dahulu. Kemudian direndam dalam aquades dan diukur beratnya setiap 10 menit (w_t). Sebelum ditimbang, *tea-bag* digantung selama 15 menit untuk menghilangkan sisa air yang tidak diserap oleh CMC-Na. Perhitungan rasio dilakukan dengan cara sebagai berikut (Anah dan Astrini, 2015):

$$\text{Swelling ratio} = \frac{(w_t - w_0 - w_1)}{w_1}$$

6. Penentuan DS

Pemeriksaan nilai DS dilakukan dengan merendam 1 g CMC-Na hasil sintesis menggunakan 2,5 mL HNO₃ 2N selama dua menit. Kemudian disaring dan residu dioven pada suhu 60°C hingga kering. Sebanyak 1 g hasil pengovenan ditambah 100 mL akuades dan 25 mL NaOH 0,3N dan dititrasi menggunakan HCl 0,3N. Nilai DS dihitung menggunakan rumus di bawah ini (Salama *et al.*, 2018). Menurut Standar Nasional Indonesia (SNI), nilai DS yang disyaratkan untuk CMC-Na adalah 0,7-1,2 (Fadillah., 2018).

$$A = \frac{BC - DE}{F}$$

$$DS = \frac{0.162 A}{1 - 0.058 A}$$

Keterangan:

A= miliequivalen asam yang diperlukan per gram sampel

B= volume NaOH (mL) yang ditambahkan

C= normalitas NaOH (N)

D= volume HCl (mL) yang dibutuhkan dalam titrasi

E= normalitas HCl (N)

F= banyaknya CMC-Na AT yang digunakan (g)

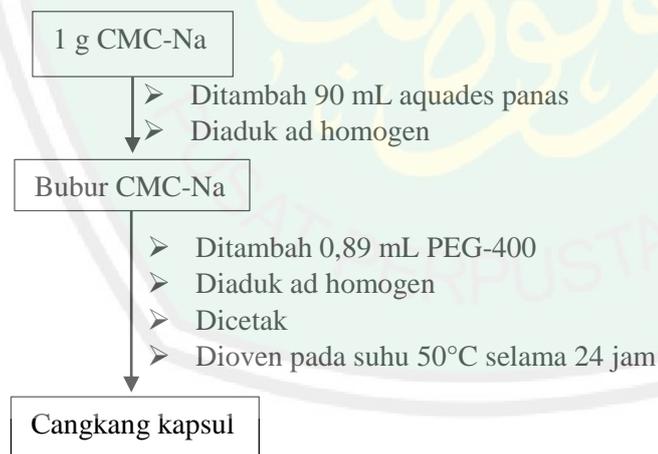
162= berat molekul unit anhydroglukosa dari selulosa (g)

58= kenaikan anhydroglukosa untuk setiap gugus karboksimetil yang tersubstitusi.

4.5.4. Kapsul

4.5.4.1. Pembuatan Kapsul

Pembuatan cangkang kapsul dimulai dengan mencampurkan 90 mL akuades (90%) panas ke dalam CMC-Na 1 g (5%) menggunakan *magnetic stirrer* (Mupalla *et al.*, 2014). Setelah campuran homogen, ditambahkan *Polyethylene Glycol* (PEG) sebagai *plasticizer* sebanyak 0,89 mL (5%) (Rowe *et al.*, 2009). Larutan diaduk hingga homogen, setelah dilakukan pencetakan kapsul dan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 50°C selama 24 jam (Mupalla *et al.*, 2014). Skema pembuatan cangkang kapsul dapat dilihat pada **Gambar 4.4**.



Gambar 4. 4 Pembuatan cangkang kapsul

4.5.4.2. Uji Disintegrasi

Uji disintegrasi bertujuan untuk mengetahui waktu hancur kapsul. Uji disintegrasi dilakukan dengan bantuan alat *disintegration test* (Erweka) untuk mengetahui waktu hancur kapsul. Sejumlah 6 kapsul dimasukkan pada masing-masing tabung pada keranjang, dan masukkan kasa berukuran 10 mesh yang diletakkan pada permukaan lempengan atas dari rangkaian keranjang dan jalankan alat. Media yang digunakan berupa air dengan suhu $37^{\circ}\pm 2^{\circ}\text{C}$. Standar waktu hancur kapsul adalah kurang dari 15 menit (Depkes RI, 1995).



BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

5.1. Bahan Baku

Bahan baku yang digunakan dalam penelitian ini adalah ampas tebu. Ampas tebu diperoleh dari limbah *home industry* gula merah. Ampas tebu yang diperoleh dilakukan determinasi untuk mengetahui jenis tanaman yang digunakan. Setelah diperoleh hasil determinasi, ampas tebu kemudian dipreparasi sedemikian rupa. Hasil preparasi ditimbang untuk mengetahui berat rendemen dari ampas tebu. Selain itu, untuk menjaga mutu dari bahan baku, dilakukan uji kadar air setiap dua minggu sekali selama delapan minggu.

5.1.1. Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu dalam Pandangan Islam

Pemanfaatan ampas tebu yang masih minim membuat penumpukan ampas tebu. Oleh sebab itu, untuk mengoptimalkan manfaat dari ampas tebu dilakukan preparasi sedemikian rupa hingga diperoleh produk berupa selulosa. Sebagaimana diceritakan dalam hadist bahwa:

عَنْ أَنَسِ بْنِ مَالِكٍ أَنَّ رَسُولَ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ كَانَ إِذَا أَكَلَ طَعَامًا لَعِقَ أَصَابِعَهُ الثَّلَاثَ وَقَالَ إِذَا سَقَطَتْ لُفْمَةٌ أَحَدِكُمْ فَلْيُمِطْ عَنْهَا الْأَدَى وَلْيَأْكُلْهَا وَلَا يَدْعُهَا لِلشَّيْطَانِ وَأَمَرْنَا أَنْ نَسَلِّتَ الصَّخْفَةَ وَقَالَ إِنَّ أَحَدَكُمْ لَا يَدْرِي فِي أَيِّ طَعَامِهِ يُبَارِكُ لَهُ (رواه أبو داود)

Artinya: “*Dari Anas bin Malik ra bahwa Rasulullah shallallahu ‘alaihi wasallam jika makan makanan, beliau menjilat jari-jarinya sebanyak tiga kali, beliau bersabda: “Jika suapan salah seorang dari kalian jatuh, maka hendaknya ia membersihkannya dari kotoran dan memakannya, dan janganlah ia membiarkannya untuk setan!” Dan beliau memerintahkan kami agar mengusap*

piring. Beliau bersabda: “Sesungguhnya tidak seorangpun di antara kalian mengetahui dibagian manakah ia diberi berkah.” (HR. Abu Daud)

Hadist ini merupakan landasan dari fatwa Majelis Ulama Indonesia (MUI) (2014) untuk tidak menyia-nyiakan barang yang masih bisa dimanfaatkan. Seperti ampas tebu, yang selama ini masih dianggap sebagai limbah, namun ternyata masih dapat dimanfaatkan untuk diambil selulosanya. Selulosa inilah yang selanjutnya akan disintesis menjadi *Carboxymethyl cellulose* (CMC-Na).

5.1.2. Pengambilan Sampel dan Determinasi

Bahan utama pembuatan CMC-Na adalah selulosa. Ampas tebu dipilih sebagai bahan baku pembuatan CMC-Na karena memiliki kandungan selulosa sebesar 40-50% (Asl *et al.*, 2017). Ampas tebu yang digunakan sebagai bahan baku pembuatan CMC-Na didapatkan dari limbah ampas tebu *home industry* gula merah yang mampu menghasilkan gula merah $\pm 2,100$ Kg/hari dengan jumlah limbah ampas tebu mencapai $\pm 3,675$ Kg/hari. Limbah ampas tebu yang diambil dari limbah *home industry* gula merah sebanyak 13,75 Kg.

Determinasi dilakukan untuk mendapatkan kebenaran identitas dengan jelas dari tanaman dan menghindari kesalahan saat pengambilan sampel (Diniatik, 2015).

Determinasi dilakukan di Materia Medica Batu dengan menggunakan beberapa bagian tanaman yang digunakan sebagai bahan baku. Bagian tanaman yang diujikan meliputi akar, batang, dan daun. Berdasarkan surat yang dikeluarkan oleh UPT Materia Medica Batu No. 074/261A/102.7/2018 menunjukkan bahwa tanaman yang digunakan sebagai sampel merupakan tanaman tebu (*Saccharum officinarum* L.). Hasil determinasi dapat dilihat pada **Lampiran 2**.

5.1.3. Preparasi Bahan Baku

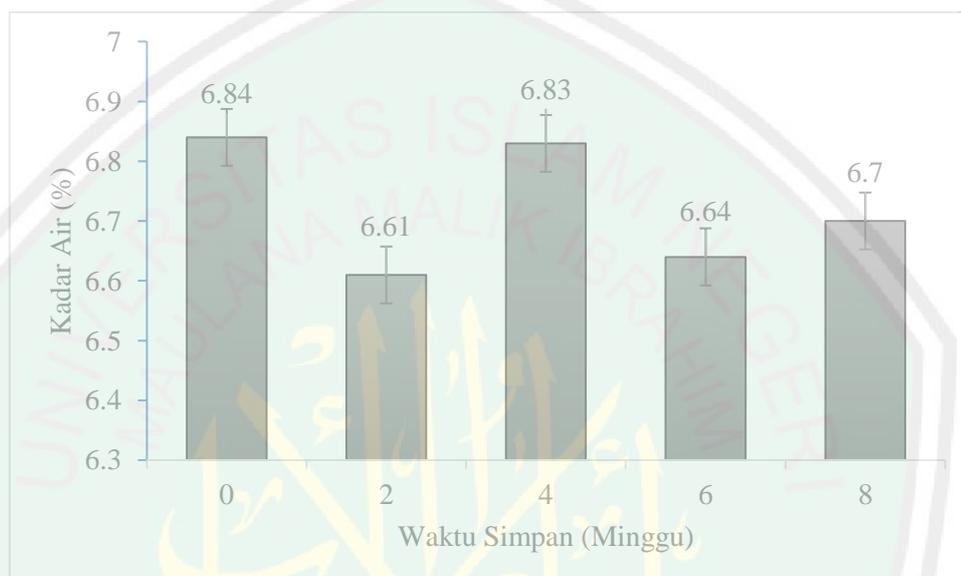
Preparasi limbah ampas tebu bertujuan untuk memperbesar luas permukaan dari ampas tebu sehingga mempermudah saat proses isolasi selulosa. Limbah ampas tebu yang telah diperoleh kemudian dicuci dengan air mengalir untuk menghilangkan kotoran yang menempel dan dikeringkan untuk mengurangi kadar air yang ada di dalamnya. Pengeringan dilakukan dengan bantuan sinar matahari di dalam rumah kaca selama 9 hari. Setelah kering, ampas tebu kemudian dihaluskan menggunakan grinder hingga berbentuk serbuk. Proses grinding berfungsi untuk memperkecil ukuran dan memperbesar luas permukaan ampas tebu. Gambar serbuk ampas tebu ditunjukkan pada **Gambar 5.1**.



Gambar 5. 1 Hasil preparasi limbah ampas tebu A) lonjoran ampas tebu dan B) serbuk ampas tebu

Serbuk ampas tebu yang diperoleh sebesar 4,9125 Kg (35,72%) dari berat awal 13,75 Kg. Ampas tebu yang sebelumnya berbentuk lonjoran pipih dengan warna kekuningan setelah dipreparasi berbentuk serbuk dengan warna coklat muda. Selanjutnya, serbuk ampas tebu yang diperoleh diuji nilai kadar airnya. Kadar air merupakan salah satu syarat baku mutu suatu simplisia atau ekstrak. Pengukuran

nilai kadar air setiap dua minggu dilakukan untuk mengontrol kelayakan dari bahan baku yang digunakan selama proses isolasi selulosa. Nilai kadar air yang yang dapat diterima pada simplisia atau ekstrak adalah di bawah 10% (Depkes RI, 2014). Nilai kadar air serbuk ampas tebu ditunjukkan pada **Gambar 5.2**.



Gambar 5. 2 Hasil pengukuran kadar air serbuk ampas tebu

Pengukuran kadar air dilakukan menggunakan instrumen *moisture content analyzer*. Nilai kadar air sampel mulai dari minggu ke-0 hingga minggu ke-8 memenuhi standar nilai kadar air yang ditentukan oleh Depkes RI (2014) yaitu tidak lebih dari 10%. Nilai kadar air yang sesuai menyebabkan sampel tidak mudah untuk ditumbuhi mikroba, sehingga memperpanjang umur simpan serbuk ampas tebu (Amanto dkk., 2015).

Nilai kadar air yang stabil dari minggu ke minggu disebabkan oleh cara penyimpanan yang baik. Penyimpanan sampel dilakukan dengan cara menempatkan sampel pada wadah tertutup rapat dengan penambahan silika gel di dalamnya.

5.2 Pembuatan CMC-Na

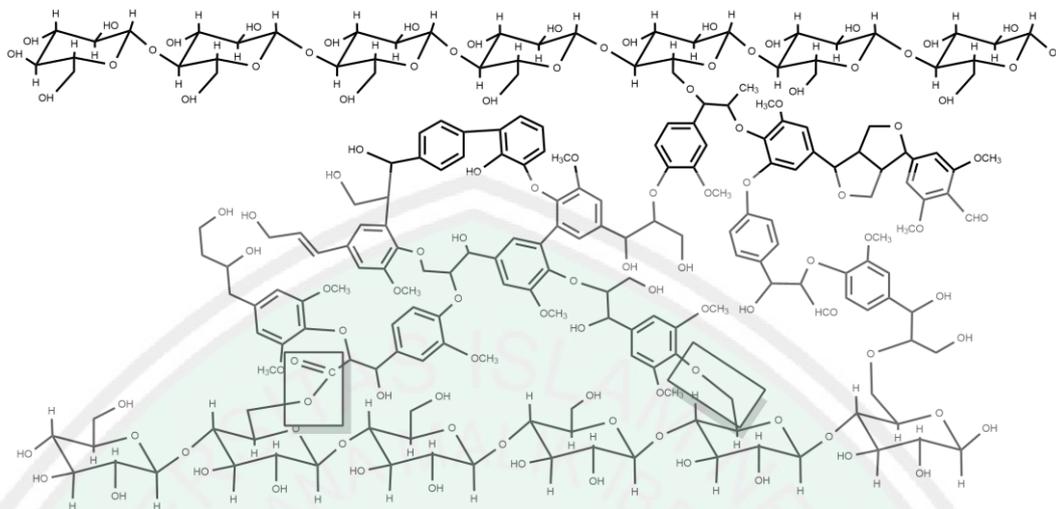
Pembuatan CMC-Na diawali dengan proses isolasi selulosa. Selulosa yang diperoleh kemudian diukur rendemen, kadar air, dan dianalisis menggunakan FTIR. Setelah diperoleh selulosa, kemudian dilakukan proses sintesis CMC-Na berbagai variasi. CMC-Na yang dihasilkan dari proses tersebut kemudian dihitung rendemennya.

5.2.1 Isolasi Selulosa Ampas Tebu

Isolasi merupakan suatu proses pengambilan atau pemisahan senyawa bahan alam dengan menggunakan pelarut yang sesuai (Djamal, 2008). Selulosa merupakan suatu bahan yang terdapat pada dinding sel tanaman, bahan berkayu, rambut berbiji, kulit pohon, dan tanaman laut. Salah satu tanaman yang memiliki kandungan selulosa tinggi adalah ampas tebu. Ampas tebu memiliki kandungan selulosa sebesar 40-50% dengan struktur kristalin dan amorf (Asl *et al.*, 2017). Selulosa kristalin memiliki ikatan hidrogen pada intermolekul dan intramolekulnya (Habibi *et al.*, 2010). Selain selulosa, ampas tebu juga memiliki kandungan lain yaitu hemiselulosa 25-35% dengan struktur amorf, lignin 15-20%, dan sisanya berupa mineral, lilin, serta komponen lainnya (Asl *et al.*, 2017).

Selulosa di alam ditemukan dalam bentuk lignoselulosa. Lignoselulosa ditunjukkan pada **Gambar 5.3**. Selulosa terhubung dengan hemiselulosa melalui ikatan hidrogen. Selulosa juga terhubung dengan lignin melalui ikatan ester dan eter. Hemiselulosa dengan lignin terhubung melalui ikatan ester. Berdasarkan karakteristik komponen yang terkandung dalam ampas tebu, untuk memperoleh selulosa diperlukan perlakuan untuk membuka struktur matriks dengan membuka

celah melalui pembuangan lignin dan hemiselulosa (Zhou *et al.*, 2010).

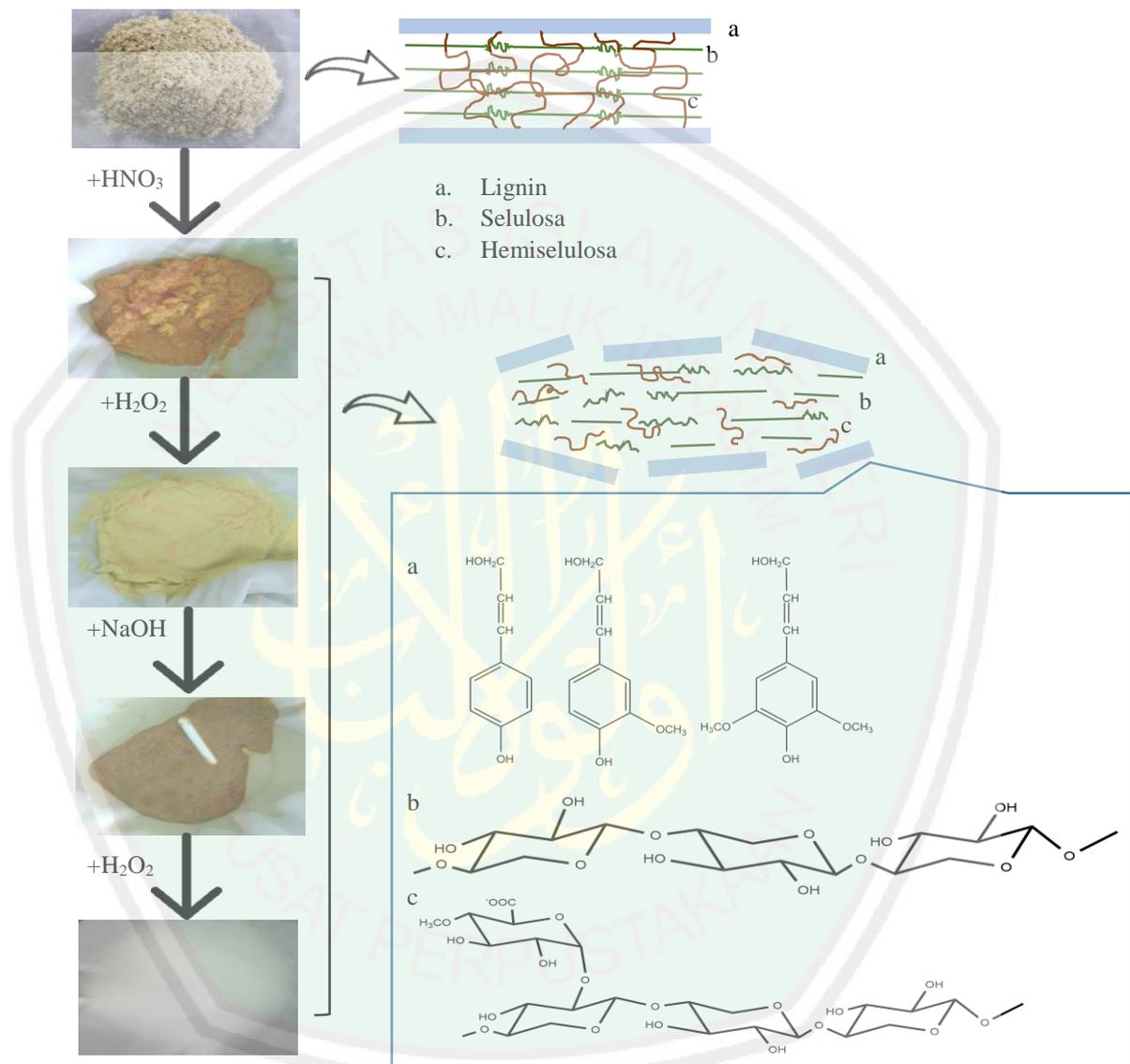


Gambar 5.3 Komponen lignoselulosa (Zhou *et al.*, 2010)

Isolasi selulosa pada penelitian ini dilakukan dengan menggunakan 4 tahap yaitu hidrolisis asam dengan HNO_3 4%, *bleaching* menggunakan H_2O_2 15%, delignifikasi dengan NaOH 2N, dan diakhiri dengan *bleaching* menggunakan H_2O_2 15%. Penambahan H_2O_2 15% dilakukan sebanyak dua kali dengan tujuan untuk memperoleh selulosa dengan warna yang sesuai dengan selulosa standar. Proses isolasi selulosa ditampilkan pada **Gambar 5.4**.

Penambahan asam nitrat dapat memutuskan ikatan *intrachain* antara hemiselulosa dengan selulosa dalam ampas tebu. Selain itu, proses hidrolisis dalam suasana asam dan panas dapat melunakkan struktur lignin yang melapisi atau memproteksi hemiselulosa sehingga diperoleh ruang pori agar asam dapat masuk untuk menghidrolisis hemiselulosa yang ditandai dengan perubahan warna dari coklat menjadi oranye (Lavarack *et al.*, 2002). Sedangkan penambahan alkali (NaOH) bertujuan untuk mengoptimalkan proses delignifikasi dengan cara pemutusan ikatan ester antara lignin dengan selulosa. Ikatan ester lignin-selulosa

bersifat lemah atau kurang stabil, sehingga mudah diganggu asam atau alkali (Subhedar and Gogate, 2013).



Gambar 5. 4 Proses isolasi selulosa

Rendemen selulosa yang diperoleh dari proses isolasi selulosa di atas sebesar 19,16% (Tabel 5.1). Selulosa yang diperoleh lebih kecil jika dibandingkan dengan pernyataan Sun (2004) yang menyebutkan bahwa rendemen selulosa berkisar 40-50%. Kemungkinan faktor yang menyebabkan ketidaksesuaian

rendemen adalah proses penyaringan yang belum sempurna karena masih banyak residu yang lolos saring.

Tabel 5. 1 Hasil rendemen isolasi selulosa

No.	Berat Ampas Tebu	Selulosa	Rendemen	SD
1.	50 gr	9,36	18,72%	±0,46
2.	50 gr	10,10	20,20%	
3.	50 gr	10,05	20,10%	
4.	50 gr	9,20	18,40%	
5.	50 gr	9,17	18,34%	
Rata-rata		9,58	19,16%	

Selulosa yang diperoleh dari proses isolasi dapat dilihat pada **Gambar 5.5**. Selulosa hasil isolasi memiliki bentuk granul berwarna putih. Setelah proses *grinding*, selulosa berbentuk serbuk berserat halus dan berwarna putih. Pemisahan antara selulosa serbuk dan selulosa serat dilakukan dengan proses pengayakan menggunakan ayakan 200 μm . Selulosa yang lolos saring berbentuk serbuk halus berwarna putih dengan kadar air sebesar 5,94%.



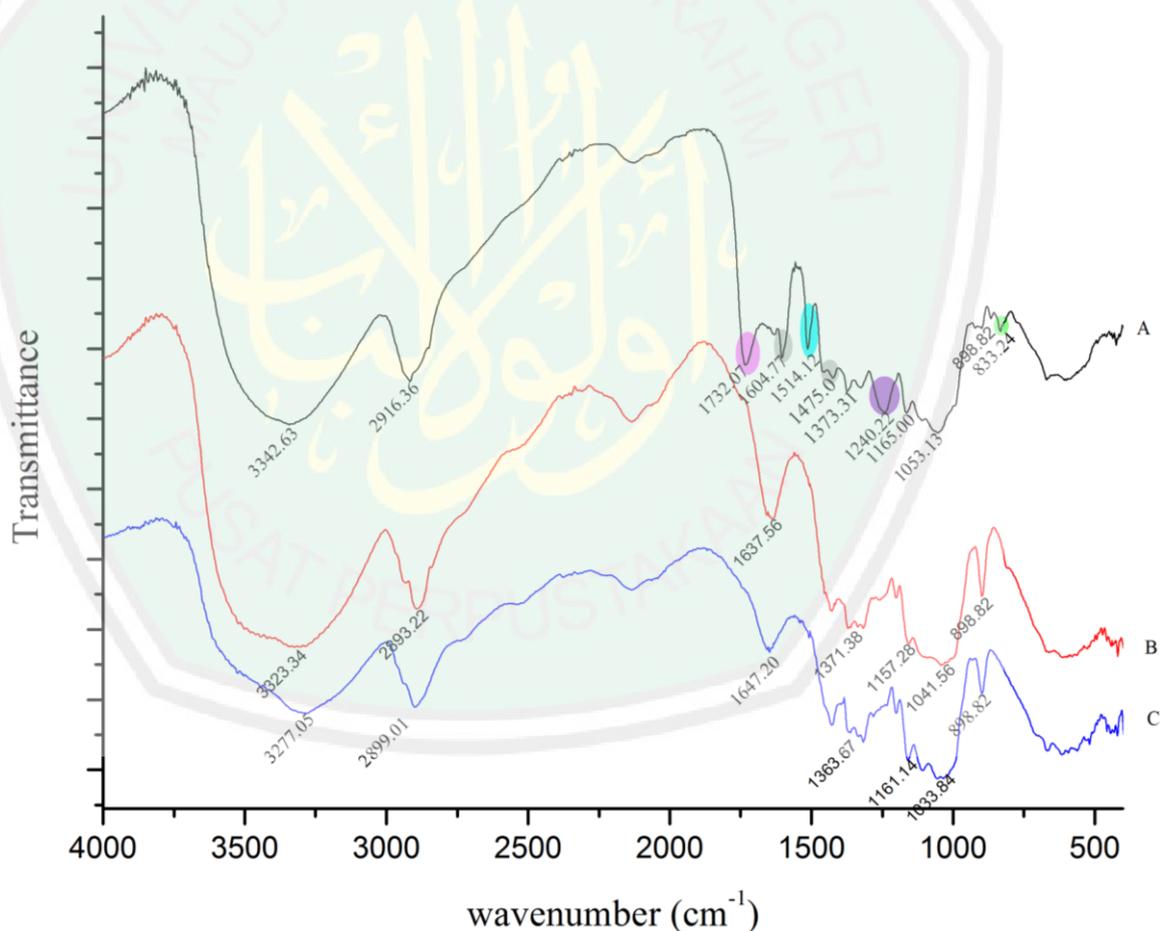
Gambar 5. 5 Hasil isolasi selulosa ampas tebu A) sebelum digrinding, B) sesudah digrinding, dan C) sesudah diayak

Selulosa yang diperoleh memiliki nilai kadar air sebesar 5,94%. Nilai kadar air tersebut memenuhi standar nilai kadar air yang ditentukan oleh Depkes RI (2014) yaitu tidak lebih dari 10%. Nilai kadar air yang sesuai menyebabkan sampel

tidak mudah untuk ditumbuhi mikroba, sehingga dapat memperpanjang umur simpan selulosa (Amanto dkk., 2015).

5.2.2 Analisis Selulosa Menggunakan FTIR

Analisis menggunakan FTIR berfungsi untuk mendeteksi gugus fungsional dari sampel (Day dan Underwood, 1999). Spektra FTIR yang diperoleh merupakan hasil pembacaan yang berasal dari serbuk ampas tebu, selulosa standar, dan selulosa ampas tebu pada daerah $4000-400\text{ cm}^{-1}$ yang ditunjukkan pada **Gambar 5.6** dan diinterpretasikan pada **Tabel 5.2**.



Gambar 5. 6 Hasil analisis gugus fungsi menggunakan FTIR A) ampas tebu, B) selulosa standar, dan C) selulosa ampas tebu

Tabel 5. 2 Analisis gugus fungsi ampas tebu, selulosa standar, dan selulosa ampas tebu

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			Range (cm ⁻¹)	Interpretasi Gugus Fungsi	Referensi
Selulosa AT	CMC-Na Standar	CMC-Na AT			
3342,63	3323,34	3277,05	3400-3200	O-H <i>stretching vibration</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
2916,96	2893,22	2899,01	3000-2850	Sp ³ C-H <i>stretching</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
1735,93	-	-	1750-1735	C=O <i>stretching</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
-	1637,56	1647,20	1650-1630	OH (air)	Troedec <i>et al.</i> , 2008
1604,77 dan 1475	-	-	Sekitar 1600 dan 1475	C=C <i>aromatic aromatic ring</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
1514,12	-	-	1600-1500	C=C <i>stretching aromatic ring</i>	Skoog <i>et al.</i> , 1998
1375,31	1371,38	1363,67	1440-1000	C-O-H <i>bending</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
1240,22	-	-	1300-1000	C-O <i>stretching vibration</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
1165,00 dan 1053,3	1157,28 dan 1041,56	1157,28 dan 1033,84	1300-1000	C-O <i>stretching vibration</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
898,82	898,82	898,82	Sekitar 850	<i>Asymmetric C-O-C stretching vibration</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
833,24	-	-	900-690	=C-H <i>stretching aromatic ring</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009

Puncak FTIR sampel yang diuji memiliki dua daerah serapan utama yaitu pada rentang 500 – 1800 cm⁻¹ dan 2750 – 3600 cm⁻¹ (Plermjai *et al.*, 2010). Spektra pada ampas tebu memiliki perbedaan dengan selulosa standar dan selulosa ampas tebu. Perbedaan tersebut ditunjukkan oleh puncak yang ditandai dengan blok warna. Perbedaan yang ditunjukkan tersebut mengindikasikan bahwa proses eliminasi lignin dan hemiselulosa telah berhasil dilakukan pada proses isolasi selulosa. Puncak 1732,07 cm⁻¹ (merah muda) menunjukkan adanya C=O *stretching vibration* yang berasal dari ester alifatik lignin (Travalini *et al.*, 2017). Puncak

1604,77 cm^{-1} dan 1475 cm^{-1} (abu-abu) menunjukkan adanya C=C *aromatic ring stretching vibration* pada lignin (Sofla *et al.*, 2016). Puncak lain yang menunjukkan adanya gugus C=C *stretching* dari cincin aromatik lignin adalah pada daerah 1514,12 cm^{-1} (biru). Selain itu, ada pula puncak pada daerah 1240,22 cm^{-1} (ungu) yang menunjukkan adanya C-O *stretching vibration* dari ester siringil pada lignin (Jufrinaldi, 2018). Perbedaan yang terakhir terletak pada puncak 833,24 cm^{-1} (hijau) yang menunjukkan adanya =C-H *stretching aromatic ring* pada lignin (Plermjai *et al.*, 2010).

Selain puncak yang hanya muncul pada ampas tebu, hasil dari analisis FTIR juga menunjukkan adanya beberapa puncak yang dimiliki oleh semua sampel (AT, selulosa standar, dan selulosa AT) yang dianalisis. Puncak tersebut berada pada daerah 3342,63 cm^{-1} , 3323,34 cm^{-1} , dan 3277,05 cm^{-1} yang menunjukkan adanya O-H *stretching vibration*. Daerah 2916,36 cm^{-1} , 2893,22 cm^{-1} , dan 2899,01 cm^{-1} yang menunjukkan adanya Sp^3 C-H *stretching*. Puncak pada daerah 1375,31, 1371,38, dan 1363,67 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan antara C-H dan C-O pada selulosa, hemiselulosa, dan lignin (Plermjai *et al.*, 2010). Munculnya puncak pada daerah 1165,0 cm^{-1} dan 1053,3 cm^{-1} ; 1157,28 cm^{-1} dan 1041,56 cm^{-1} ; dan 1157,28 cm^{-1} dan 1033,84 menunjukkan adanya *asymmetric C-O-C stretching vibration* dari cincin piranosa (Sofla *et al.*, 2016). Puncak yang dimiliki oleh ketiga sampel selanjutnya berada pada daerah 898,82 cm^{-1} yang menunjukkan adanya *asymmetric C-O-C stretching vibration* (Pavia *et al.*, 2009). Gugus dihasilkan oleh ikatan β -1,4 glikosida yang mengikat antara monomer dari selulosa maupun hemiselulosa (Plermjai *et al.*, 2010). Selain puncak yang dimiliki oleh semua sampel, hasil

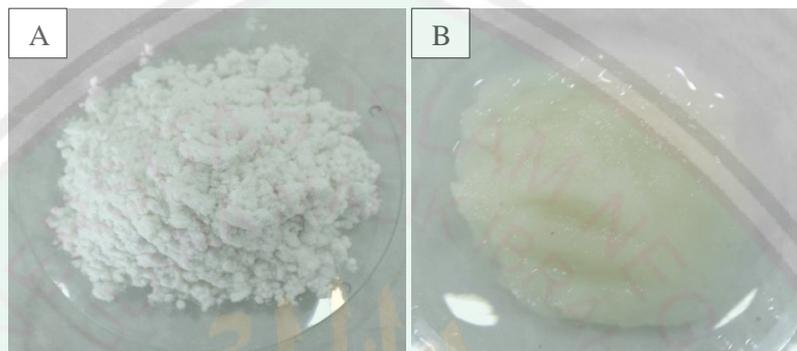
analisis FTIR juga menunjukkan adanya puncak yang hanya dimiliki oleh selulosa baik selulosa standar maupun selulosa hasil isolasi dari ampas tebu. Puncak tersebut adalah pada daerah $1637,56\text{ cm}^{-1}$ (selulosa standar) dan $1639,49\text{ cm}^{-1}$ (selulosa AT) yang menunjukkan adanya air yang diserap oleh selulosa (Troedec *et al.*, 2008).

5.2.3. Sintesis CMC-Na

Sintesis CMC-Na berarti pembentukan CMC-Na dari dua bahan atau lebih yang diberi perlakuan sedemikian rupa sehingga membentuk hasil baru yaitu CMC-Na. CMC-Na merupakan produk eter selulosa yang diperoleh dari proses alkalisasi dan eterifikasi (karboksimetilasi) (Golbaghi *et al.*, 2017 dan Shui *et al.*, 2017). Proses alkalisasi menggunakan larutan NaOH berbagai variasi konsentrasi (20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%). Sedangkan proses karboksimetilasi menggunakan NaMCA berbagai variasi jumlah (8 g, 10 g, dan 12 g). Selain kedua bahan tersebut, masih banyak bahan yang lain yang ikut berperan dalam proses sintesis CMC-Na (Asl *et al.*, 2017).

Tahap pertama dalam sintesis CMC-Na adalah Alkalisasi. Alkalisasi dilakukan dengan penambahan larutan NaOH (20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%). Selulosa sebanyak 3 g ditambah 90 mL isopropanol, dan ditambah dengan NaOH berbagai variasi, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit. Penambahan isopropanol bertujuan untuk mengoptimalkan proses selanjutnya (karboksimetilasi) (Bergh *et al.*, 2011 dan Heydarzadeh *et al.*, 2009). Penambahan NaOH pada selulosa berfungsi untuk mengaktifkan gugus-gugus hidroksil dari selulosa yang ditandai dengan pembengkakan pada selulosa dan terjadinya perubahan warna dari putih menjadi kekuningan (Nur'ain dkk., 2017).

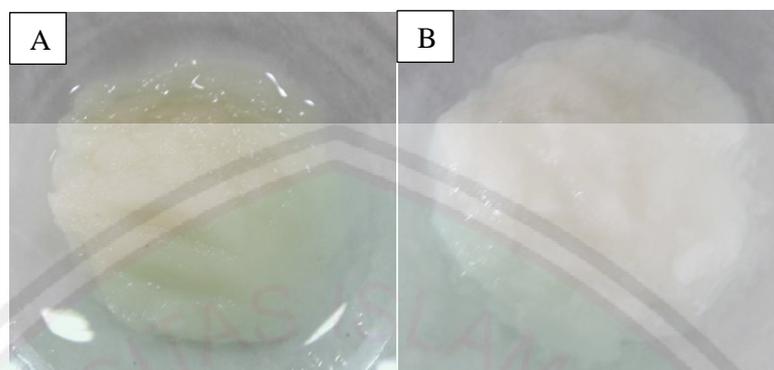
Pembengkakan terjadi karena terjadi ionisasi oleh ion Na^+ membentuk ion alkoksida RO^- , sehingga memudahkan pertukaran gugus hidroksil dengan gugus karboksil pada proses selanjutnya (Rakhmatullah, 2015). Selulosa dengan gugus hidroksil yang telah aktif (membengkak) dapat dilihat pada **Gambar 5.7**.



Gambar 5. 7 Proses sintesis CMC-Na A) selulosa dan B) selulosa setelah proses alkalisasi

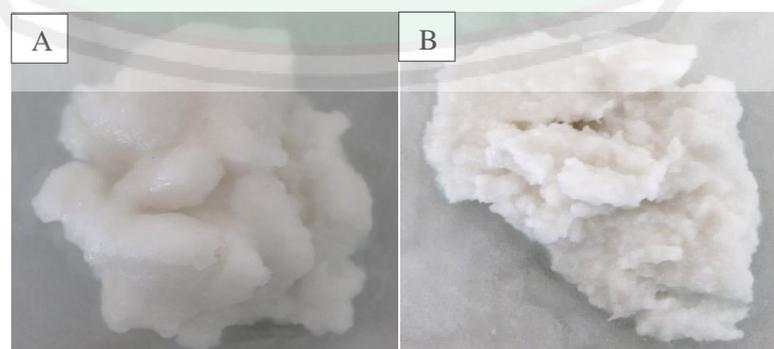
Karboksimetilasi merupakan proses lanjutan setelah proses alkalisasi. Proses karboksimetilasi merupakan proses pertukaran gugus hidroksil pada selulosa dengan gugus karboksilat dari Na MCA (Asl *et al.*, 2017). Proses karboksimetilasi dapat berlangsung menggunakan sistem air maupun sistem alkohol. Sistem alkohol dipilih karena dapat mendispersikan selulosa dengan baik. Pemilihan isopropanol sebagai sistem karena reaktivitas gugus hidroksilnya yang rendah, sehingga mengurangi reaksi antara gugus hidroksil alkohol dengan Na MCA (Bergh *et al.*, 2011). Na MCA berbagai variasi (8 g, 10 g, dan 12 g) ditambahkan setelah terjadi pengembangan selulosa. Proses karboksimetilasi dilanjutkan dengan pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* selama 150 menit pada suhu ruang dan dilanjutkan pengadukan pada suhu 55°C selama 3 jam untuk memaksimalkan proses karboksimetilasi. CMC-Na yang terbentuk dalam proses karboksimetilasi memiliki

warna yang lebih terang dibandingkan selulosa setelah proses alkalisasi. Perubahan tersebut dapat dilihat pada **Gambar 5.8**.



Gambar 5. 8 Proses sintesis CMC-Na A) selulosa setelah proses alkalisasi dan B) CMC-Na hasil karboksimetilasi

CMC-Na yang diperoleh dari hasil karboksimetilasi kemudian disaring untuk memisahkan dari sistemnya. Residu yang diperoleh selanjutnya ditambah 33,3 mL metanol 70% dan dinetralkan dengan asam asetat glasial. Setelah mencapai pH yang diinginkan (6,5-8,5), dilakukan penyaringan untuk memisahkan filtrat dengan residu. Residu kemudian dicuci menggunakan etanol dan diulangi menggunakan absolut metanol. Pencucian dimaksudkan untuk melarutkan garam yang tidak diinginkan (Asl *et al.*, 2017, Shui *et al.*, 2017, dan Golbaghi *et al.*, 2017). dan lebih bertekstur. Hasil dari CMC-Na menunjukkan perubahan warna dari putih tulang menjadi putih. Perbedaan tersebut dapat dilihat pada **Gambar 5.9**.

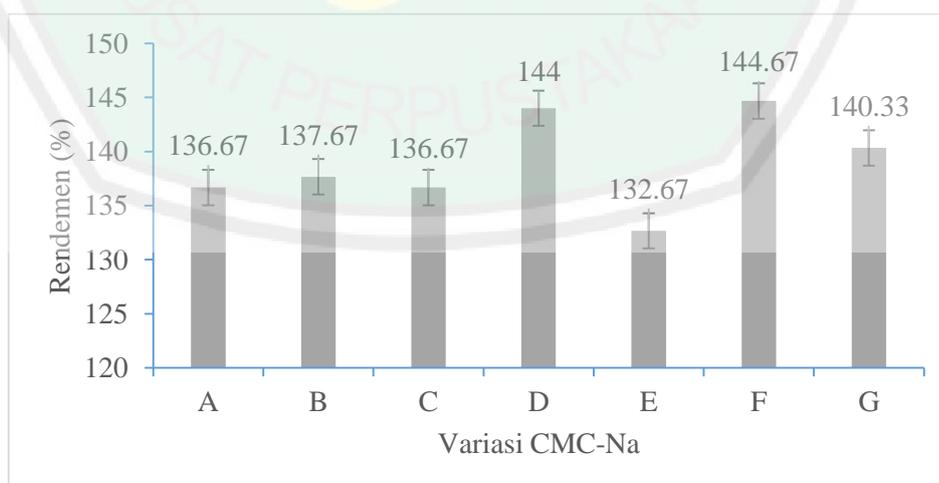


Gambar 5. 9 Proses sintesis CMC-Na A) CMC-Na sebelum dicuci dan B) CMC-Na sesudah dicuci

CMC-Na yang telah dicuci kemudian dikeringkan. Pengeringan CMC-Na menggunakan metode pengovenan pada suhu 55°C selama 12 jam. Pengeringan bertujuan untuk mengurangi kadar air pada CMC-Na yang diperoleh agar CMC-Na memiliki daya simpan yang lebih lama. Kadar air yang dianjurkan untuk CMC-Na adalah $\leq 10\%$ (Rowe *et al.*, 2009). CMC-Na hasil sintesis berbentuk serbuk dengan sedikit granul dan berwarna putih. Hasil ini sedikit berbeda dengan CMC-Na standar yang berbentuk serbuk halus dan berwarna putih tulang (putih kekuningan). Perbedaan CMC-Na standar dengan CMC-Na hasil sintesis dapat dilihat pada **Gambar 5.10**.



Gambar 5. 10 Proses sintesis CMC-Na A) CMC-Na sebelum dioven, B) CMC-Na sesudah dioven, dan C) CMC-Na standar



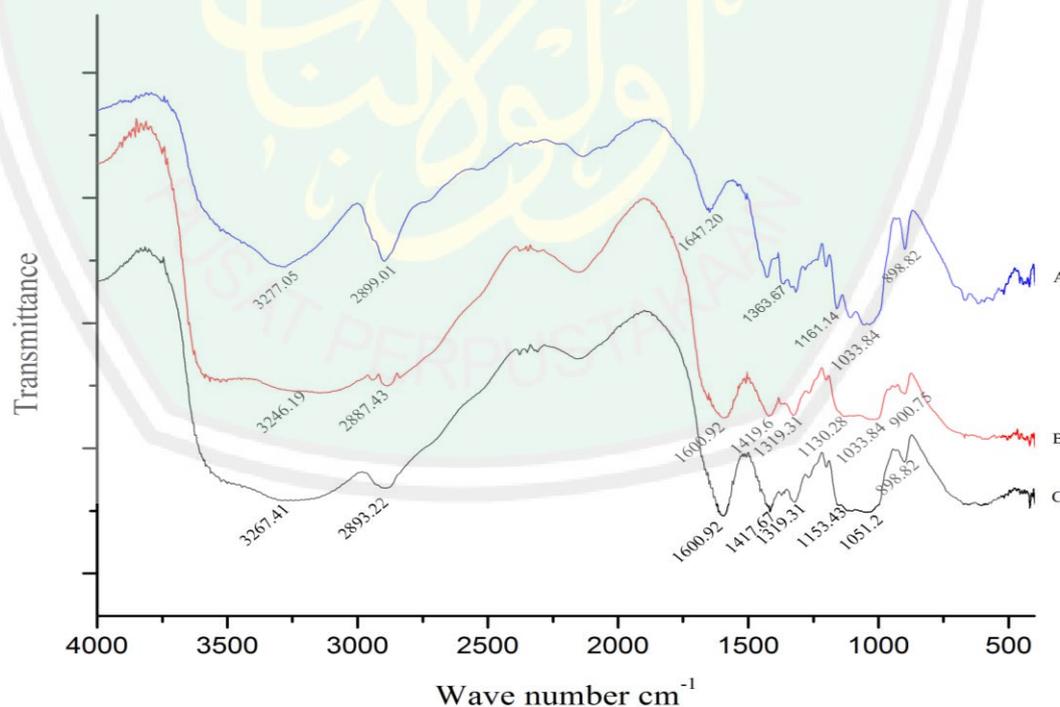
Gambar 5. 11 Rendemen CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g

Rendemen CMC-Na yang diperoleh dari berbagai variasi ditunjukkan pada **Gambar 5.11**. Hasil rendemen tertinggi diperoleh oleh CMC-Na dengan variasi NaOH 30% dan Na MCA 8 g yaitu sebesar 144,67%. Meskipun demikian, selisih antara rendemen dari berbagai variasi tidak berbeda signifikan.

5.3. Evaluasi CMC-Na

Evaluasi CMC-Na hasil sintesis dari selulosa ampas tebu dievaluasi menggunakan FTIR. Selain itu, juga dievaluasi karakteristik pada CMC-Na. Evaluasi karakteristik meliputi evaluasi: organoleptis; kelarutan; pH; kadar air; *swelling*; dan derajat substitusi (DS).

5.3.1. Evaluasi CMC-Na menggunakan FTIR



Gambar 5. 12 Hasil analisis gugus fungsi menggunakan FTIR A) selulosa ampas tebu, B) CMC-Na standar, dan C) CMC-Na ampas tebu

CMC-Na hasil sintesis dianalisis menggunakan FTIR untuk memastikan ada tidaknya perubahan gugus fungsi pada selulosa dan CMC-Na ampas tebu. Selain itu, juga untuk melihat ada tidaknya perbedaan antara CMC-Na standar dengan CMC-Na hasil sintesis. Spektra hasil analisis FTIR dapat dilihat pada **Gambar 5.12** dan diinterpretasikan pada **Tabel 5.3**.

Tabel 5.3 Analisis gugus fungsi selulosa ampas tebu, CMC-Na standar dan CMC-Na ampas tebu

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)			Range (cm ⁻¹)	Interpretasi Gugus Fungsi	Referensi
Selulosa AT	CMC-Na Standar	CMC-Na AT			
3277,05	3246,19	3267,41	3400-3200	O-H <i>stretching vibration</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
2899,01	2887,43	2893,22	3000-2850	Sp ³ C-H <i>stretching</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
1647,20	-	-	1650-1630	OH (air)	Troedec <i>et al.</i> , 2008
-	1600,92	1600,92	1640-1600	C=O <i>stretching</i>	Pecsok <i>et al.</i> , 1976
-	1419,6	1417,67	1450-1400	-CH ₂ <i>scissoring</i>	Pecsok <i>et al.</i> , 1976
1363,67	-	-	1440-1000	C-O-H <i>bending</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
-	1319,31	1319,31	1320-1210	C-O <i>stretching vibration</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
1161,14 dan 1033,84	1130,28 dan 1033,84	1153,43 dan 1051,2	1300-1000	C-O <i>stretching vibration</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009
898,82	900,75	898,82	Sekitar 850	<i>Asymmetric C-O-C stretching vibration</i>	Pavia <i>et al.</i> , 2009

Hasil dari analisis menggunakan FTIR menunjukkan bahwa terdapat beberapa gugus fungsi yang hanya terdapat pada CMC-Na standar dan CMC-Na AT. Adanya perubahan gugus fungsi pada CMC-Na menunjukkan bahwa proses sintesis CMC-Na dari ampas tebu telah berhasil dilakukan. Gugus fungsi tersebut ditunjukkan pada puncak 1600,92 cm⁻¹ pada CMC-Na standar dan AT yang

menunjukkan ada gugus karbonil (C=O). Selain itu, terdapat puncak pada daerah $1419,6 \text{ cm}^{-1}$ (CMC-Na standar) dan $1417,67 \text{ cm}^{-1}$ (CMC-Na AT) yang menunjukkan adanya gugus hidrokarbon (-CH₂). Gugus lain yang hanya muncul pada CMC-Na terletak pada puncak $1319,31 \text{ cm}^{-1}$ pada CMC-Na standar dan AT yang menunjukkan adanya gugus C-O. Ketiga gugus tersebut merupakan gambaran dari adanya garam karboksilat yang dihasilkan oleh proses karboksimetilasi dengan menambahkan Na MCA (Golbaghi *et al.*, 2017, Megawati dkk., 2017, dan Safitri dkk., 2017). Selain terdapat puncak yang berbeda dari selulosa, berhasilnya proses karboksimetilasi juga ditandai dengan pelebaran puncak pada daerah $3200\text{-}3600 \text{ cm}^{-1}$, dan juga terjadi penurunan intensitas pada puncak tersebut dari $y=82,11$ (selulosa) menjadi $y=35,79$ (CMC-Na standar) dan $y=34,20$ (CMC-Na ampas tebu) (Asl *et al.*, 2017).

Hasil dari analisis menggunakan FTIR juga menunjukkan adanya puncak yang dimiliki oleh selulosa dan CMC-Na (standard an AT). Puncak tersebut terletak pada daerah $3277,34 \text{ cm}^{-1}$, $3246,19 \text{ cm}^{-1}$, dan $3267,41 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus O-H *stretching vibration* yang berasal dari rantai siklik selulosa maupun CMC-Na (Eriningsih dkk., 2011). Puncak lain terdapat pada daerah $2899,01 \text{ cm}^{-1}$, $2887,43 \text{ cm}^{-1}$, dan $2893,22 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus C-H *stretching*. Gugus C-H ini berasal dari rantai piranosa selulosa maupun CMC-Na. Selanjutnya puncak pada daerah $1157,29 \text{ cm}^{-1}$ dan $1033,84 \text{ cm}^{-1}$; $1130,28 \text{ cm}^{-1}$ dan $1033,84 \text{ cm}^{-1}$; $1153,43 \text{ cm}^{-1}$ dan $1051,20 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya *asymmetric C-O-C stretching vibration*. Gugus berasal dari rantai piranosa selulosa dan CMC-Na (Sofla *et al.*, 2016). Selanjutnya puncak pada daerah $898,82 \text{ cm}^{-1}$,

900,75 cm^{-1} , dan 898,82 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus *asymmetric C-O-C stretching vibration*. Gugus tersebut berasal dari ikatan β -1,4 glikosida antara monomer dari selulosa maupun CMC-Na (Golbaghi *et al.*, 2016).

5.3.2. Evaluasi Karakteristik CMC-Na

5.3.2.1. Pemeriksaan Organoleptis

Pemeriksaan organoleptis bertujuan untuk melihat bentuk dan warna dari CMC-Na hasil sintesis dari selulosa ampas tebu. CMC-Na yang diperoleh berwarna putih dan berbentuk serbuk dengan sedikit granul. Penampakan CMC-Na yang diperoleh dapat dilihat pada **Gambar 5.13**.

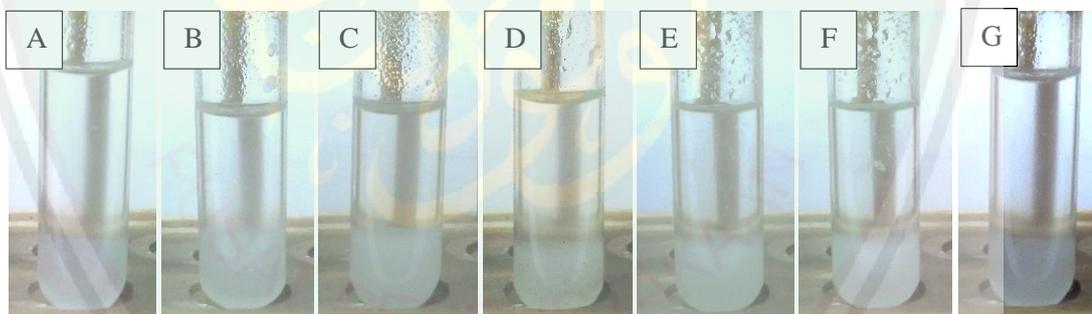


Gambar 5. 13 Penampakan CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g

5.3.2.2. Pemeriksaan Kelarutan

Uji kelarutan dilakukan menggunakan tiga pelarut dengan tingkat kepolaran yang berbeda. Uji ini bertujuan untuk mengetahui kelarutan CMC-Na pada berbagai macam pelarut polar hingga non-polar. Macam-macam pelarut yang digunakan dengan kepolaran tinggi hingga non-polar secara berturut-turut adalah akuades, etanol 96% dan dietil eter.

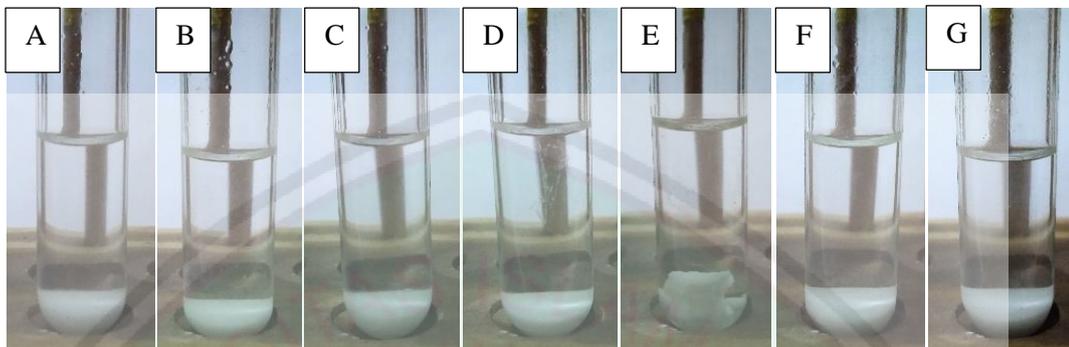
Kelarutan CMC-Na pada pelarut air dapat dilihat pada **Gambar 5.14**. CMC-Na berbagai variasi yang dilarutkan dalam air membentuk larutan koloid. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semua variasi CMC-Na dapat terdispersi dalam air. Hal ini sesuai dengan yang disyaratkan dalam Farmakope Indonesia Edisi V bahwa CMC-Na mudah terdispersi dalam air dan membentuk larutan koloidal (Depkes RI, 2014).



Gambar 5. 14 Kelarutan CMC-Na berbagai variasi terhadap pelarut polar (akuades) A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g

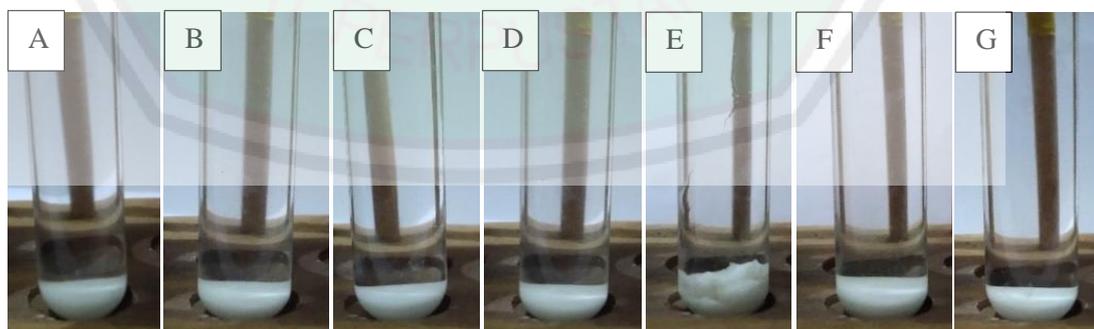
Kelarutan CMC-Na pada pelarut etanol 96% dapat dilihat pada **Gambar 5.15**. CMC-Na berbagai variasi yang dilarutkan dalam pelarut etanol 96% tetap membentuk serbuk-granul yang tidak larut. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semua variasi CMC-Na tidak dapat terlarut dalam pelarut etanol 96%. Hal

ini sesuai dengan yang disyaratkan dalam Farmakope Indonesia Edisi V bahwa CMC-Na tidak larut dalam pelarut etanol 96% (Depkes RI, 2014).



Gambar 5. 15 Kelarutan CMC-Na berbagai variasi terhadap pelarut semi polar (etanol 96%) A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g

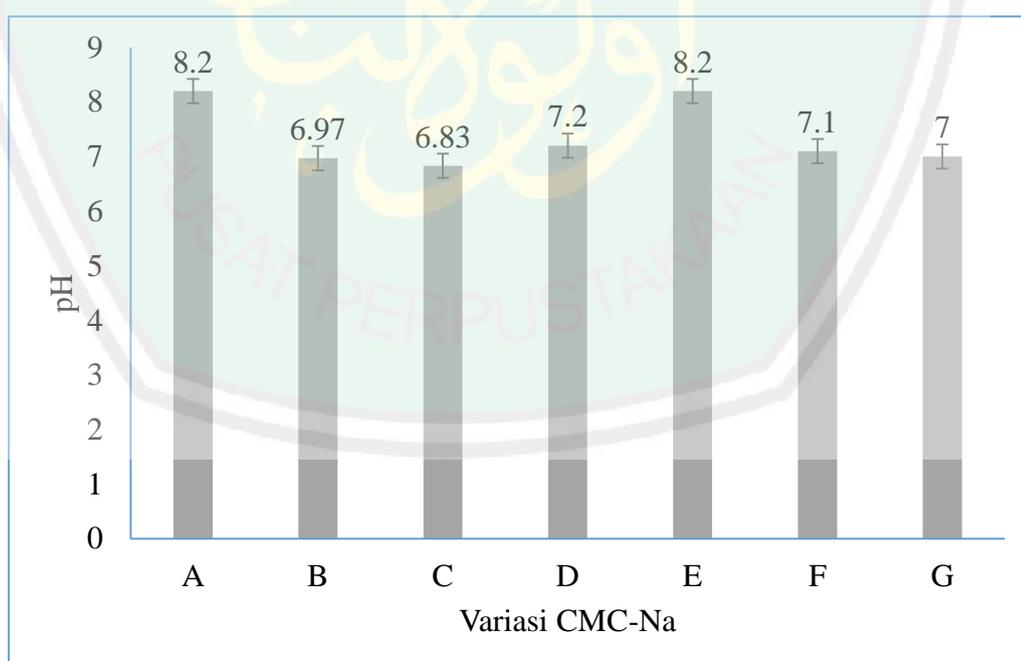
Kelarutan CMC-Na pada pelarut dietil eter dapat dilihat pada **Gambar 5.16**. CMC-Na berbagai variasi yang dilarutkan dalam pelarut dietil eter tetap membentuk serbuk-granul yang tidak larut. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa semua variasi CMC-Na tidak dapat terlarut dalam pelarut dietil eter. Hal ini sesuai dengan yang disyaratkan dalam Farmakope Indonesia Edisi V bahwa CMC-Na tidak larut dalam pelarut eter (Depkes RI, 2014).



Gambar 5. 16 Kelarutan CMC-Na berbagai variasi terhadap pelarut nonpolar (dietil eter) A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g

5.3.2.3. Pemeriksaan pH

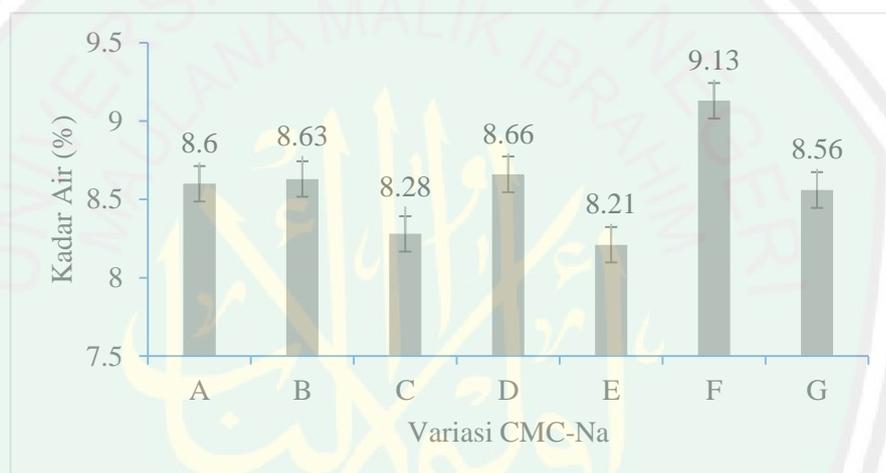
Pemeriksaan nilai pH dilakukan pada larutan CMC-Na berbagai variasi dengan konsentrasi 1% menggunakan pH meter. Pemeriksaan nilai pH bertujuan untuk mengetahui apakah CMC-Na yang diperoleh aman digunakan sebagai bahan baku. Selain itu, jika nilai pH dari CMC-Na terlalu rendah (<3), CMC-Na akan mengendap (Megawati dkk., 2017). Nilai pH pada CMC-Na dikatakan aman jika sesuai dengan yang dipersyaratkan oleh Farmakope Indonesia Edisi V yaitu yaitu 6,5-8,5 (Kemenkes RI, 2014). Hasil pemeriksaan pH menunjukkan bahwa semua variasi CMC-Na memiliki nilai pH dalam rentang 6,5-8,5, maka nilai pH tersebut telah memenuhi persyaratan dan aman untuk digunakan sebagai bahan baku pembuatan cangkang kapsul. Nilai pH pada seluruh variasi CMC-Na dapat dilihat pada **Gambar 5.17**.



Gambar 5. 17 Nilai pH CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g

5.3.2.4. Pemeriksaan Kadar Air

Pemeriksaan kadar air dilakukan pada semua variasi CMC-Na. Kadar air yang disyaratkan adalah <10% (Depkes RI, 2014). Berdasarkan persyaratan tersebut, kadar air CMC-Na semua variasi memiliki kadar air sesuai dengan yang disyaratkan. Nilai kadar air yang sesuai menyebabkan sampel tidak mudah untuk ditumbuhi mikroba, sehingga memperpanjang umur simpan CMC-Na (Amanto dkk., 2015). Nilai kadar air dapat dilihat pada **Gambar 5.18**.



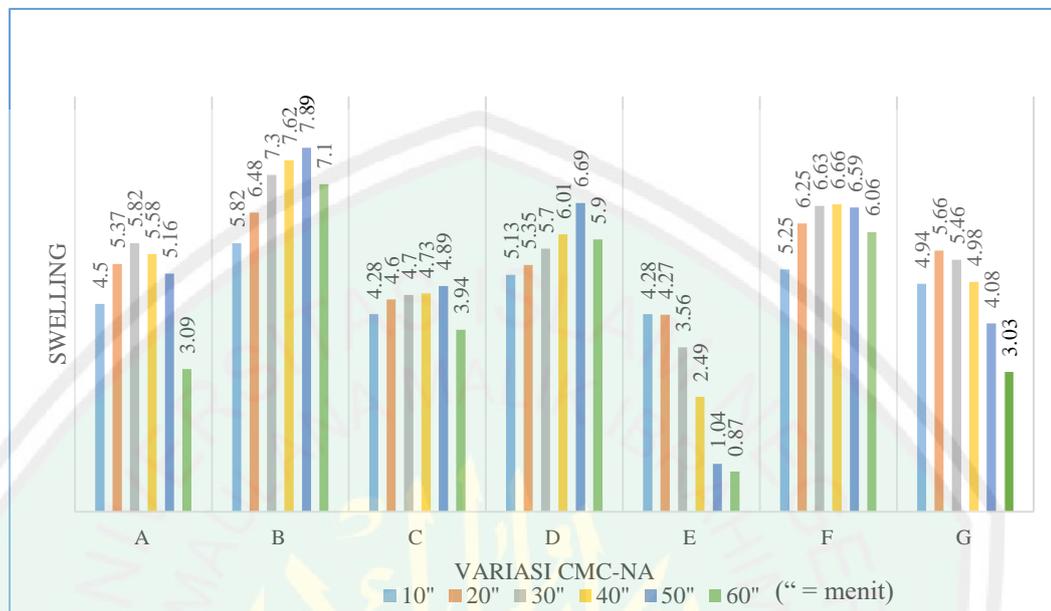
Gambar 5. 18 Kadar air CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g

5.3.2.6. Pemeriksaan *Swelling*

Swelling adalah kemampuan mengembang CMC-Na dalam media air yang ditandai dengan pertambahan berat. Berdasarkan hasil uji, terdapat perbedaan daya *swelling* pada variasi CMC-Na ampas tebu. Masing-masing variasi memiliki waktu optimal yang berbeda. Setelah melewati waktu optimal, CMC-Na mengalami penurunan berat. Penurunan berat disebabkan oleh terjadinya difusi CMC-Na yang

sudah terdifusi melalui pori-pori wadah yang digunakan (Agnihotri *et al.*, 2004).

Hasil pemeriksaan *swelling* dapat dilihat pada **Gambar 5.19**.



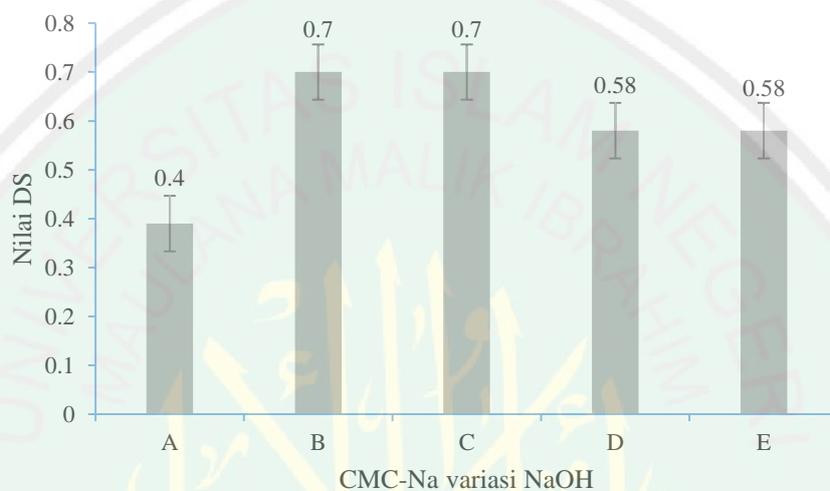
Gambar 5. 19 *Swelling* CMC-Na berbagai variasi A) 20% dan 10 g, B) 25% dan 10 g, C) 30% dan 10 g, D) 35% dan 10 g, E) 40% dan 10 g, F) 30% dan 8 g, dan G) 30% dan 12 g

5.3.2.7. Pemeriksaan Derajat Substitusi (DS)

Derajat substitusi (DS) merupakan perbandingan antara jumlah gugus hidroksil yang tersubstitusi oleh gugus karboksi dari Na MCA yang digunakan (Asl *et al.*, 2017). Nilai DS berbanding lurus dengan kelarutan CMC-Na. Semakin tinggi nilai DS semakin tinggi pula kelarutan CMC-Na pada pelarut polar (Ferdiansyah dkk., 2016).

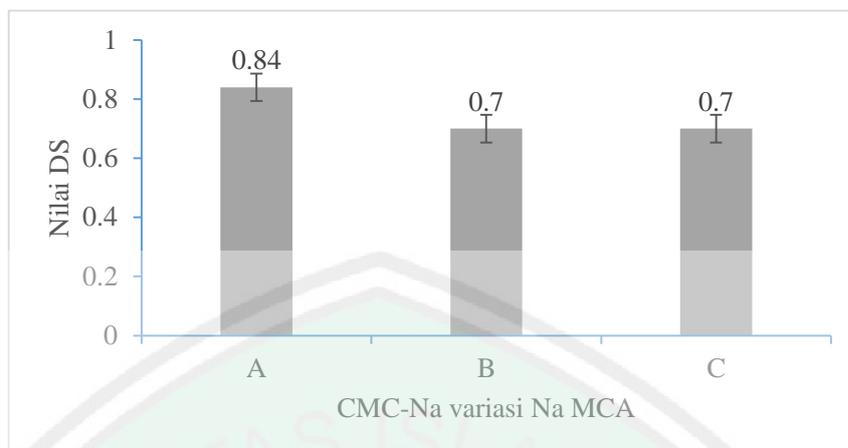
Pemeriksaan Derajat Substitusi (DS) menggunakan metode titrasi asam basa. Sebelum dititrasi, CMC-Na dicuci menggunakan asam (HNO_3 2M) untuk memastikan bahwa gugus karboksil dari CMC-Na telah terbebas dari ion (Huang *et al.*, 2016). Setelah itu CMC-Na disaring dan dioven pada suhu 60°C untuk

menghilangkan sisa HNO_3 . Kemudian CMC-Na ditambah dengan akuades dan 0,3N NaOH, kemudian dititrasi menggunakan 0,3N HCl sebagai titran (Salama *et al.*, 2018). Nilai DS CMC-Na dengan variasi konsentrasi NaOH dapat dilihat pada **Gambar 5.20**. Sedangkan nilai DS CMC-Na dengan variasi jumlah Na MCA dapat dilihat pada **Gambar 5.21**.



Gambar 5. 20 Nilai DS CMC-Na berbagai variasi konsentrasi NaOH A) 20%, B) 25%, C) 30%, D) 35%, dan E) 40%

Berdasarkan **Gambar 5.20**, dapat dilihat bahwa nilai DS mengalami peningkatan pada konsentrasi NaOH 25%. Namun, peningkatan konsentrasi NaOH tidak selalu diikuti dengan peningkatan nilai DS. Hal ini dapat dilihat pada penurunan DS saat konsentrasi 35%. Penurunan DS akibat peningkatan konsentrasi NaOH disebabkan oleh kelebihan NaOH. NaOH yang berlebih menyebabkan reaksi antara NaOH dengan Na MCA pada tahap karboksimetilasi sehingga menghasilkan produk samping berupa natrium glikolat dan NaCl (Wijayani dkk., 2005). Nilai DS yang memenuhi kriteria SNI (0,7-1,2) diperoleh dengan menggunakan konsentrasi NaOH sebesar 25% dan 30%.



Gambar 5. 21 Nilai DS CMC-Na berbagai variasi penambahan Na MCA A) 8 g, B) 10 g, dan C) 12 g

Penambahan Na MCA menjadi faktor lain yang berpengaruh terhadap proses substitusi selulosa (Pribadi, 1985). Seiring bertambahnya jumlah Na MCA, akan memudahkan dan mempercepat proses difusi Na MCA. Namun, berdasarkan hasil pada **Gambar 5.21**, nilai DS CMC-Na mengalami penurunan seiring bertambahnya jumlah Na MCA. Hal ini dikarenakan semakin banyak produk samping yang dibentuk (Wijayani dkk., 2005). Nilai DS yang diperoleh oleh semua variasi jumlah Na MCA memenuhi kriteria SNI yaitu sebesar 0,7-1,2 (Fadillah, 2018).

Nilai DS yang $<0,4$ menyebabkan CMC-Na bersifat *swellable* tetapi tidak mampu terdispersi dalam air DS (Ferdiansyah dkk., 2017). Hasil uji nilai DS menunjukkan bahwa CMC-Na seluruh variasi memiliki nilai DS $\geq 0,4$ yaitu dalam rentang 0,4-0,84. Hal ini menunjukkan bahwa CMC-Na dapat terdispersi dalam air sesuai dengan hasil uji kelarutan yang ditunjukkan pada **Gambar 5.14**.

Semakin tinggi nilai DS pada CMC-Na, maka polaritas CMC-Na semakin meningkat sehingga nilai *swelling* yang dihasilkan semakin tinggi (Ferdiansyah

dkk., 2016). Namun hasil uji *swelling* menunjukkan bahwa nilai *swelling* tertinggi diperoleh oleh CMC-Na yang memiliki nilai DS sebesar 0,7 pada variasi NaOH 25% dan Na MCA 10 g. Hal ini dapat diperkirakan karena bentuk dari CMC-Na yang dihasilkan. Menurut Indriyati (2016), struktur yang seragam dengan pori-pori kecil memungkinkan memiliki daya serap dan retensi air yang lebih baik dibandingkan dengan struktur kasar dengan pori-pori besar. Seperti yang terlihat pada **Gambar 5.13**, CMC-Na variasi NaOH 25% dan Na MCA 8 g memiliki bentuk yang lebih seragam.

5.4. Pembuatan Cangkang Kapsul

Cangkang kapsul yang digunakan di masyarakat terbuat dari gelatin (Depkes RI, 2014). Gelatin merupakan suatu protein yang diperoleh dari proses hidrolisis kulit dan tulang hewan (Rachmania dkk., 2013). *Gelatin Manufacturers Institute of America* (GMIA) mencatat bahwa gelatin yang beredar di masyarakat pada tahun 2012, 90% diperoleh dari bagian tulang dan kulit babi (GMIA, 2012). Sebagaimana diketahui bahwa babi merupakan binatang yang diharamkan bagi umat islam seperti disebutkan dalam hadist:

عَنْ أَبِي هُرَيْرَةَ أَنَّ رَسُولَ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ قَالَ إِنَّ اللَّهَ حَرَّمَ الْخَمْرَ وَتَمَنَّهَا وَحَرَّمَ الْمَيْتَةَ وَتَمَنَّهَا وَحَرَّمَ الْخِنْزِيرَ وَتَمَنَّهُ

Artinya: “Dari Abu Hurairah bahwasanya Rasulullah shallallahu ‘alaihi wa sallam bersabda: “Sesungguhnya Allah telah mengharamkan khamr dan hasil penjualannya dan mengharamkan bangkai dan hasil penjualannya serta mengharamkan babi dan hasil penjualannya.” (HR. Abu Daud).

Oleh sebab itu, dilakukan inovasi pembuatan cangkang kapsul berbahan dasar *Carboxymethyl cellulose* (CMC-Na) hasil sintesis dari selulosa ampas tebu. CMC-Na yang digunakan dalam formulasi cangkang kapsul adalah CMC-Na variasi NaOH 30% dan Na MCA 8 g karena memiliki nilai derajat substitusi (DS) optimal sebesar 0,84. Selain nilai DS yang optimal, variasi ini juga memenuhi evaluasi karakteristik CMC-Na yang telah dilakukan. Hasil evaluasi organoleptis, kelarutan, pH, kadar air, dan *swelling* secara berturut-turut adalah berbentuk serbuk berwarna putih, larut dalam air dan tidak larut dalam etanol 96% dan dietil eter, memiliki pH sebesar 7,1, kadar air sebesar 9,3, dan menyerap optimal pada menit ke 40 dengan ratio sebesar 6,66.

Cangkang kapsul *carboxymethyl cellulose* (CMC-Na) diformulasikan dengan menambahkan PEG-400 sebagai *plasticizer*. Penambahan *plasticizer* berfungsi untuk mengurangi kekakuan dari polimer sehingga dapat meningkatkan fleksibilitas dari cangkang kapsul yang dihasilkan (Paramawati, 2001). Penurunan kekuatan polimer disebabkan oleh berkurangnya ikatan hidrogen internal pada ikatan intermolekuler (Harahap, 2009). PEG-400 dipilih dalam formulasi karena dapat menyerap kelembapan dari cangkang kapsul. Konsentrasi PEG-400 yang digunakan sebanyak 5%. PEG-400 yang diperbolehkan pada sediaan parenteral adalah <30% (Rowe *et al.*, 2009). Keseluruhan formulasi dapat dilihat pada **Tabel 5.4**.

Tabel 5. 4 Formulasi cangkang kapsul CMC-Na

Nama Bahan	Fungsi	Kadar (%)
CMC-Na ampas tebu	Bahan dasar kapsul	5%
PEG-400	<i>Plasticizer</i>	5%
Akuades	Pelarut	90%

Cangkang kapsul diproduksi dengan melarutkan CMC-Na ampas tebu menggunakan air panas. Setelah larut, larutan tersebut ditambah dengan PEG-400 hingga tercampur homogen. Setelah itu, kapsul dicetak manual dan dioven selama 24 jam pada suhu 50°C (Mupalla *et al.*, 2014).

Cangkang kapsul yang dihasilkan berwarna putih transparan dengan berat rata-rata sebesar 0,135 g. Cangkang kapsul memiliki permukaan yang halus seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 5.22**.



Gambar 5. 22 Cangkang kapsul dari CMC-Na ampas tebu

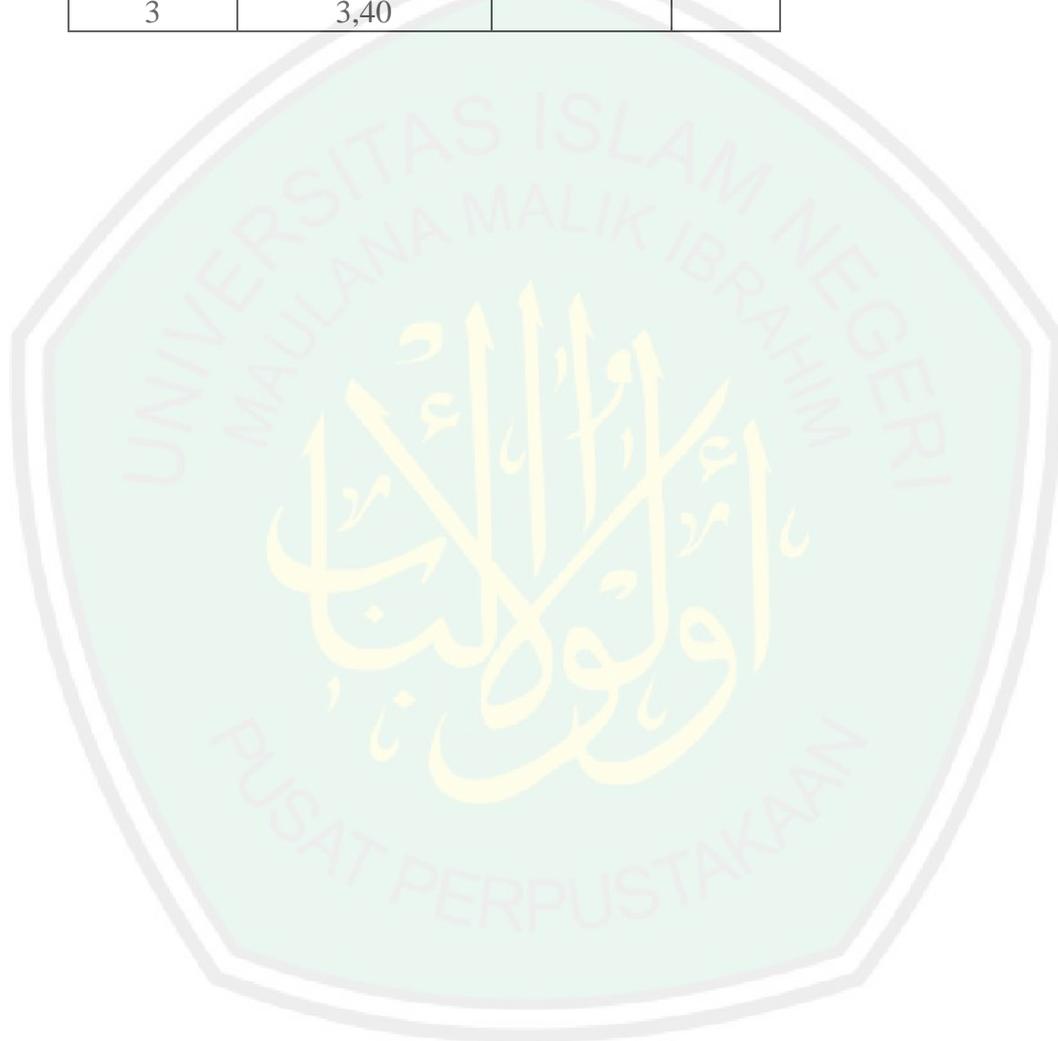
5.5. Uji Disintegrasi Cangkang Kapsul

Uji disintegrasi cangkang kapsul bertujuan untuk mengetahui waktu hancur cangkang kapsul. Uji disintegrasi dilakukan pada media air dengan suhu $37^{\circ}\pm 2^{\circ}\text{C}$ menyesuaikan dengan suhu tubuh. Sebanyak enam cangkang diujikan untuk mengetahui waktu hancur dari cangkang tersebut, kemudian direplikasi sebanyak tiga kali. Hasil uji disintegrasi menunjukkan bahwa cangkang kapsul CMC-Na

ampas tebu memiliki waktu hancur sesuai dengan yang disyaratkan yaitu <15 menit (Depkes RI, 2014). Waktu hancur cangkang kapsul ditunjukkan pada **Tabel 5.5**.

Tabel 5. 5 Waktu hancur cangkang kapsul

Replikasi	Waktu Hancur	Rata-rata	SD
1	3,37	3,36	±0,04
2	3,31		
3	3,40		



BAB VI

PENUTUP

6.1. Kesimpulan

Setelah melakukan serangkaian penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

1. Peningkatan konsentrasi NaOH dan jumlah NA MCA yang diberikan pada proses alkalisasi dan karboksimetilasi menyebabkan kenaikan pada nilai DS CMC Na yang diperoleh. Namun setelah mencapai nilai optimal, peningkatan konsentrasi NaOH dan jumlah Na MCA menyebabkan penurunan nilai DS.
2. Berdasarkan uji disintegrasi, CMC-Na AT dapat digunakan sebagai bahan baku alternatif pembuatan cangkang kapsul karena memiliki waktu hancur sesuai dengan yang disyaratkan yaitu selama 3,36 menit.

6.2. Saran

Bagi peneliti selanjutnya agar mendapat hasil optimal, penulis menyarankan untuk:

1. Saat proses penyaringan selulosa menggunakan saringan dengan ukuran $<106 \mu\text{m}$, sehingga rendemen yang diperoleh lebih banyak lagi.
2. Saat proses pengeringan (selulosa dan CMC-Na) menggunakan *freeze drying* untuk memperoleh tampilan yang sesuai dengan standar.

DAFTAR PUSTAKA

- [Depkes RI] Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 1979. *Farmakope Indonesia III*. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- [Depkes RI] Departemen Kesehatan Republik Indonesia. 2014. *Farmakope Indonesia V*. Jakarta: Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- [GMIA] Gelatin Manufacturers Institute of America. 2012. *Gelatin Handbook*. USA: Gelatin Manufacturers Institute of America.
- Agnihotri, S. A., Malikarjuna, N. N., dan Aminabhavi, T. M. 2004. Recent Advances on Chitosan-based-micro and Nanoparticles in Drug Delivery. *Journal of Controlled Release*. Vol. 100, No. 1.
- Alsona'ni. *Sulubus Salam* (Dar Ibn Hazm, 2013).
- Al-Qardhawi Yusuf. 1993. *Al Halal Wa al Haram Fi al Islam*. Kairo: Maktabah Wahbah.
- Amanto, B. S., Siswanti, dan Atmaja, A. 2015. Kinetika Pengeringan Temu Giring (*Curcuma heyneana* Valetton & van Zijp) menggunakan *Cabiner Dryer* dengan Perlakuan Pendahuluan *Blanching*. *Jurnal Teknologi Hasil Pertanian*. Vol. 8, No. 2.
- Anah, L. dan Astrini, N. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Hidrogel Super Absorben Polimer (SAP) Berbasis Selulosa Menggunakan *Crosslinking Agent Water-soluble Carbodiimide* (WSC). *Jurnal Selulosa*. Vol. 5, No. 1.
- Ansel, H. C. 1989. *Pengantar Bentuk Sediaan Farmasi*. Jakarta: UI Press.
- Asl, S. A., Mousavi, M., dan Labbafi, M. 2017. Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose from Sugarcane Bagasse. *Journal of Food Processing and Technology*. Vol. 8, No. 8.
- Bhatt, B. 2007. *Pharmaceutical Technology Capsule*. Delhi institute of Pharmaceutical Science and Research: New Delhi.
- Bergander, A., dan Salmen, L. 2002. Cell wall properties and their effects on the mechanical properties of fibers. *Journal of Materials Science*. Vol. 37, No. 1.
- Bergh, M. 2011. Absorbent Cellulose Based Fibers Investigation of Carboxylation and Sulfonation of Cellulose [Master's Thesis]. Goteborg (SE): Chalmers University of Technology.

- Bismarck, A., Mishra, S., dan Lampke, T. 2005. *Plant Fibers as Reinforcement for Green Composites*. In: Mohanty, A.K., Misra, M., and Drzal, L.T. (Ed.), *Natural Fibers, Biopolymer, and Biocomposites*. Boca Raton: CRC Press Tailor and Francis group.
- Day JR dan Underwood. 1999. *Analisis Kimia Kuantitatif Edisi Keenam*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Diniatik. 2015. Penentuan Kadar Flavonoid Total Ekstrak Etanolik Daun Kepel (*Stelochocharpus burahol* (Bl.) Hook L & Th.) dengan metode Spektrofotometri. *Kartika-Jurnal Imiah Farmasi*. Vol. 3, No. 1.
- Djamal, Rusdi. 2008. *Prinsip-prinsip Dasar Isolasi dan Identifikasi*. Padang: Universitas Baiturrahmah.
- Eriningsih, R., Yulina, R., Mutia, R. 2011. Pembuatan Karboksimetil Selulosa dari Limbah Tongkol Jagung untuk Pengental pada Proses Pengecapan Tekstil. *Arena Tekstil*. Vol. 26, No. 2.
- Fadillah N. 2018. Pembuatan Natrium Karboksimetil Selulosa (Na-MCA) dari Kulit Kapuk Randu (*Ceiba pentandra* L. Gaertn) dengan Variasi Asam Trikloroasetat dan Suhu [Skripsi]. Makassar: Jurusan Kimia Fakultas Sain dan Teknologi Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.
- Fan, M., Dai, D., Huang, B. 2012. Fourier Transform - Materials Analysis: Fourier Transform Infrared Spectroscopy for Natural Fibres. InTech.
- Fengel, D. dan Wegener G. 1995. *Kayu: Kimia Ultrastruktur dan Reaksi*. Terjemahan oleh Sastrohamidjojo, H. Yogyakarta: Universitas Gajah Mada Press.
- Ferdiansyah, M. K., Marseno, D. W., dan Pranoto, Y. 2016. Kajian Karakteristik Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Pelepah Kelapa Sawit sebagai Upaya Diversifikasi Bahan Tambahan Pangan Halal. *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan*. Vol. 5, No. 4.
- Ferdiansyah, M. K., Marseno, D. W., dan Pranoto, Y. 2017. Optimasi Sintesis Karboksi Metil Selulosa (CMC) dari Pelepah Kelapa Sawit Menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM). *Agritech*. Vol. 37, No. 2.
- Ferisa, R., Diar, H. E., dan Hilda, A. W. 2017. Karakterisasi Tepung Pektin Albedo Semangka (*Citrullus lanatus* (Thunberg) Matsum. & Nakai) sebagai Alternatif Bahan dalam Pembuatan Cangkang Kapsul. *Prosiding Farmasi*. Vol. 3, No. 2.

- Fessenden, R. J. dan Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik edisi III*. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Fitriyani, L. 2012. *Pengolahan Tanaman Tebu*. Bandar Lampung: Politeknik Negeri Lampung.
- Golbaghi, L., Khamforoush, M., dan Hatami, T. 2017. Carboxymethyl Cellulose Production from Sugarcane Baggase with Steam Explosion Pulping: Experimental, Modeling, and Optimization. *Carbohydrate Polymers*. Vol 174.
- Habibi, Y., Lucia, L. A., and Rojas, O. J. 2010. Cellulose Nanocrystals: Chemistry, Self-Assembly, and Applications. *American Chemical Society*. 110 p. 3479-3500.
- Harahap, A.P. 2009. Pelapisan Melon Menggunakan Film Edibel dari Pati Ubi Kayu dengan Penambahan Sorbitol sebagai Zat Pemlastis [Skripsi]. Medan: Departemen Teknologi Hasil Pertanian Fakultas Pertanian Universitas Sumatera Utara.
- Heydarzadeh, H. D., Najafpour, G. D., and Nazari-Moghaddam, A. A. 2009. Catalyst-free Conversion of Alkali Cellulose to Fine Carboxymethyl Cellulose at Mild Condition. *World Applied Science Journal*. Vol. 6, No. 4.
- Hidayat, R. S. dan Napitupulu, R. M. 2015. *Kitab Tumbuhan Obat*. Jakarta: Agriflo (Penebar Swadaya Grup).
- Hilda Lelya. 2013. Pandangan Sains Terhadap Haramnya Lemak Babi. *Logaritma*. Vol. 1. No. 1.
- Hoefler C Andrew., *Sodium Carboxymethyl Cellulose, Chemistry, Functionality, and Applications*, Food Ingredients Group, Hercules Incorporated, Wilmington, Delaware 19808, <http://www.herc.com/foodgums/index.htm>, diakses 25 Januari 2019.
- Huang, C. M. Y., Chia, P. X., Lim, C. S. S., and Nai, J. Q. 2016. Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose from Various Agricultural Waste. Faculty of Applied Sciences, UCSI University, 56000 Cheras, Kuala Lumpur, Malaysia.
- Ibn Taimiyyah, *Majmu' Fataawa Ibn Taimiyyah*, (Madinah: Dar Wafaa Littibaah Wannasyir Wattauzi', 2008).
- Indarti, D. dan Putra, R. K. 2016. *Outlook Tebu*. Jakarta: Pusat Data dan Sistem Informasi Pertanian Sekretariat Jendral-Kementrian Pertanian 2016.

- Indriyati, W., Musfiroh, I., Kusmawanti, R., Sriwidodo, S., Hasanah, A. N. 2016. Karakterisasi Carboxymethyl Cellulose Sodium (Na-CMC) dari Selulosa Enceng Gondok (*Eichornia crassipes* (Mart.) Solms.) yang Tumbuh di Daerah Jatinangor dan Lembang. *IJPST*. Vol. 3, No. 3.
- James. 2004. *Sugarcane Second Edition*. Blackwell Publishing Company, Inggris.
- Jones, B, E. 2004. *Pharmaceutical Capsules 2nd edition*. Edited by Podczek, F., Jones, B, E. Pharmaceutical Press. London.
- Jufrinaldi. 2018. Isolasi Selulosa dari Bagas Tebu melalui Pemanasan Iradiasi Gelombang Mikro. *Jurnal Ilmiah Teknik Kimia UNPAM*. Vol. 2, No. 2.
- Kathpalia, H., Sharma, K., dan Doshi, G. 2014. Recent Trend in Hard Gelatin Capsule Delivery System. *Journal of Advanced Pharmacy Education dan Research*. Vol. 4, No. 2.
- Lavack, B. P., Griffin, G. J., and Rodman, D. 2002. The Acid Hydrolysis of Sugarcane Bagasse Hemicellulose to Produce Xylose, Arabinose, Glucose, and Other Products. *Biomass and Bioenergy*. Vol. 23.
- Macuja, J. C. O., Ruedas, L. N., dan Espana, R. C. N. 2015. Utilization of Cellulose from *Luffa cylindrica* Fiber as Binder in Acetaminophen Tablets. *Advances in Environmental Chemistry*.
- Mahato, R. I., dan Narang, A. S. 2012. *Pharmaceutical Dosage Forms and Drug Delivery*. New York: CRC Press.
- Materia Medika. 2018. *Hasil Uji Determinasi Tebu*. Batu: Materia Medika.
- Megawati, Fitriyanti, J. S., dan Syatriani. 2017. Sintesis Natrium Karboksimetil Selulosa (Na.CMC) dari Selulosa Hasil Isolasi dari Batang Alang-alang (*Imperata cylindrica* L.). *Journal of Pharmaceutical and Medicinal Sciences*. Vol. 2, No. 1.
- Miller, J. D. dan Gilbert, R. A. 2006. *Sugarcane Botany: A Brief View*. Agronomy Departement, Florida Cooperative Extension Service. Institute of Food and Agricultural Science. University of Florida.
- Mupalla, S. R., Kanatt, S. R., Chawla, S. P., dan Sharma, A. 2014. Carboxymethyl Cellulose-polyvinyl Alcohol Films with Clove Oil for Active Packaging of Ground Chicken Meat. *Food Packaging and Shelf Life*. Vol. 2.
- Muslim, Abi Husain, *Sahih Muslim*, (Dar Ihya', 2006).

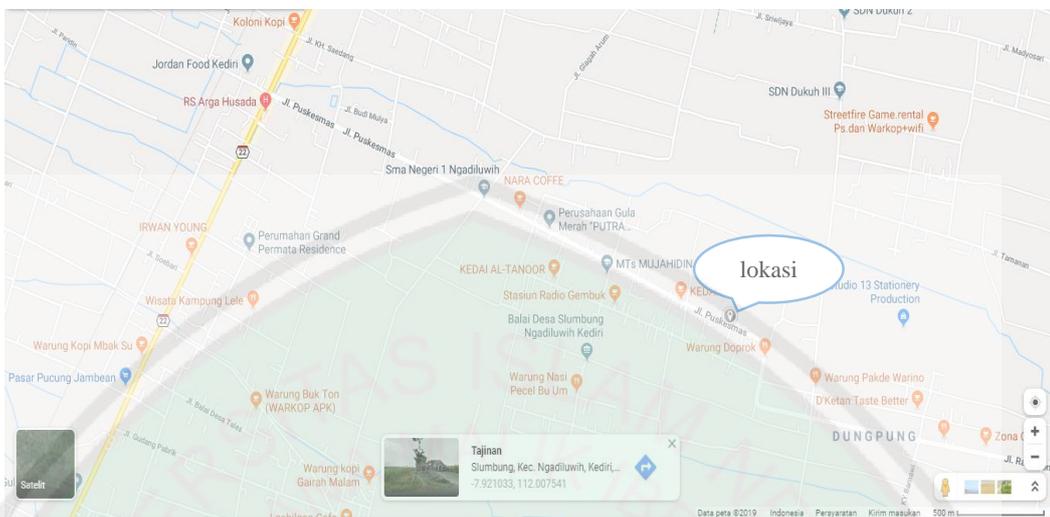
- Nur'ain, Nurhaeni, dan Ridhay, A. 2017. Optimasi Kondisi Reaksi untuk Sintesis Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Batang Jagung (*Zea mays L.*). *Kovalen*. Vol. 3, No. 2.
- Nuringtyas, T. R. 2010. *Karbohidrat*. Gajah Mada University Press, Yogyakarta.
- Olesen, P. dan Plackett, D. 1999. *Perspectives on the Performance of Natural Plant Fibres*. In: *Natural Fibres Performance Forum*, Copenhagen.
- Pavia, D. L., Lampman, G. M and Kriz, G. S. 2001. *Introduction for Spectroscopy. Third edition*. United state: Brooks Cole/Thomson.
- Pavia, D. L., Lampman, G. M and Kriz, G. S. 2009. *Introduction for Spectroscopy. Fourth edition*. United state: Brooks Cole/Thomson.
- Pecsok, R. L. 1976. *Modern Methodes of Chemical Analysis*. USA: John Wiley and Sons.
- Pitaloka, A. B., Hidayah, N. A., Saputra, A. H., dan Nasikin, M. 2015. Pembuatan CMC dari Selulosa Enceng Gondok dengan Media Reaksi Campuran Larutan Isopropanol-Isobutanol untuk Mendapatkan Viskositas dan Kemurnia Tinggi. *Jurnal Integrasi Proses*. Vol. 5, No. 2.
- Plermjai, K., Boonyarattanakalin, K., Mekprasart, W., Pavasupree, S., Phoothinkong, W., and Pecharapa, W. 2018. Extraction and Characterization of Nanocellulose from Sugarcane Bagasse by Ball-milling-assisted Acid Hydrolysis. *AIP Conference Proceeding*.
- Pratama, R. D., Farid, M., dan Nurdiansah, H. 2017. Pengaruh Proses Alkalisasi terhadap Morfologi Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit untuk Bahan Penguat Komposit Absorpsi Suara. *Jurnal Teknis ITS*. Vol. 6, No. 2.
- Rachmania, R. A., Nisma, F., dan Mayangsari. 2013. Ekstraksi Gelatin dari Tulang Ikan tenggiri Melalui Proses Hidrolisis Menggunakan Larutan Basa. *Media Farmasi*. Vol. 10, No. 2.
- Rakhman, F. A. dan Darni, Y. Tanpa tahun. Aplikasi Edible Filme dari Rumput Laut *Euchemma cottoni* dan Pati Sorgum dengan *Plasticizer* Gliserol dan *Filler* CaCO₃ Sebagai Bahan Pembuat Cangkang Kapsul. *Jurnal Kelitbangan*. Vol. 5, No. 2.
- Rakhmatullah Rhama. 2015. Pembuatan Karboksimetil Selulosa daro Selulosa Mikrobial (*Nata De Cassava*) [Skripsi]. Bogor: Departemen Teknologi Industri Pertanian Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor
- Riswiyanto. 2010. *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.

- Rohman, A., Kuwat, T., Retno, S. Susmindari, Yuny E., and Tigokow. 2012. Fourier Transform Infrared Spectroscopy Applied for Rapid Analysis of Lord in Palm Oil. *International Food Research Journal*. Vol. 19, No. 3.
- Rokhman, H., Taryono, Supriyanta. 2014. Jumlah Angka dan Rendemen Enam Klon Tebu (*Saccharum officinarum* L.) Asal Bibit Bagal, Mata Ruas Tuanggal, dan Mata Tunas Tunggal. *Vegetalika*. Vol. 3, No. 3.
- Rowe, R. C., Sheskey P. J., Quinn M. E. 2009. *Handbook of Pharmaceutical Excipients 6th ed.* London: Pharmaceutical Press.
- Rowell, H. J. S., dan Rowell, J. S. 2000. *Characterization and Factors Effecting Fiber Properties in: Natural Polymer and Agrofibre Based Composite*. Sao Carlos, Brazil: Embrapa Instrumentação Agropecuária.
- Safitri, D., Rahim, E. A., Prismawiryanti., dan Sikanna, R. 2017. Sintesis Karboksimetil Selulosa (CMC) dari Kulit Durian (*Durio zibethinus*). *Kovalen*. Vol. 3, No. 1.
- Salama, A., Etri, S., Mohamed, S. A. A., and Mohamed, E. 2018. Carboxymethyl Cellulose Prepared from Mesquite Tree: New Source for Promising Nanocomposite Materrials. *Carbohydrate Polymers*.
- Schaude, C., Fröhlich, E., Meindl, C., Attard, J., Binder, B., Mohr, G. J. 2017. The Development of Indicator Cotton Swabs for the Detection of pH in Wounds. *Sensors*. Vol 17.
- Skoog, D. A., Holler, F. J., and Nieman, T. A., 1998. *Principles of Instrumental Analysis. Third ed.* New York. Saunders College Publishing.
- Sofla, M. Rahimi Kord, Rown R. J. B., Tsuzuki, T., and Ramey, T. J. 2016. A Comparison of Cellulose Nanocrystal and Cellulose Nanofibres extracted from bagasse using acid and ball milling method. *Advance in Natural Science*. Vol 7.
- Subdirektorat Statistik Impor. 2016. *Buletin Statistik Perdagangan Luar Negeri Desember 2016*. Jakarta: Badan Pusat Statistik.
- Subdirektorat Statistik Tanaman Perkebunan. 2015. *Statistik Tebu Indonesia*. Jakarta: Badan Pusat Statistik.
- Subhedar, P. B. and Gogate P. R. 2013. Alkaline and Ultrasound Assisted Alkaline Pretreatment fo Intensification of Delignification Process from Sustainable Raw-material. *Ultrasonics Sonochemistry*. Vo. 21.

- Shui, T., Feng, S., Chen, G., Li, A., Yuan, Z., Shui, H., Kuboki, T., and Xu, C. (Charles). 2017. Syntesis of Sodium Carboxymethyl Cellulose Using Bleached Crude Cellulose Fractionated from Cornstalk. *Biomass and Bioenergy*. Vol. 105.
- Sumada, K., Tamara, P.E., dan Alqani, F. 2011. Kajian Proses Isolasi α -selulosa dari Limbah Batang Tanaman Manihot esculenta Crantz yang Efisien. *Jurnal Teknik Kimia*. Vol. 5, No. 2.
- Summerscales, J., Dissanayake, N. P. J, Virk, A. S., dan Hall, W. 2010. A review of bast fibres and their composites. Part 1 – Fibres as reinforcements. *Composites: Part A* 41.
- Sun, J., Sun, X., Zhao, H., and Sun, R. 2004. Isolation and Characterization of Cellulose from Sugarcane Bagasse. *Polymer Degrad Stab*. Vol. 84.
- Supranto, S., Tawfiequrrahman A., dan Yunanto, D. E. 2015. Sugarcane Baggase Conversion to High Refined Cellulose Using Nitric Acid, Sodium Hydroxide, and Hydrogen Peroxide as the Delignificating Agent. *Journal of Angineering Science and Technology*. No. 1.
- Suprioto, F. 2018. Pengembangan *Edible Film* Komposit Pektin/Kitosan dengan Polietilen Glikol (PEG) sebagai *Plasticizer*. *Skripsi*. Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- Supriyadi, A. 1992. *Rendemen Tebu*. Yogyakarta: Kanisius.
- Suryabrata, S. 2011. *Metodologi Penelitian Pendidikan Kompetensi dan Praktiknya*. Jakarta: PT Bumi Aksara.
- Syahputra, A. S., Munarti, dan Saputra, D. P. O. 2011. Pengolahan Limbah Pabrik Gula. *Makalah Pengolahan Limbah Kimia*. Jurusan Kimia. Fakultas Matematika Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Haluoleo. Kendari.
- Syamsuni, H. A. 2006. *Ilmu Resep*. Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran EGC.
- Travalini, A. P., Prestes, E., Phineiro, L. A., and Demiate, I. M. 2017. Extraction and Characterization of Nanocrystalline Cellulose from Cassava Bagasse. *J. Polym Environ*.
- Troedec, M. L., Sedan, D., Peyratout, C., Bonnet, J. P., Smith, A., Guinebretiere, R., Gloaguen, V., and Krausz, P. 2008. Influence of Various Chemical Treatment on the Composition and Structure of Hemp Fibers. *Composites: Part A* 39.

- Tufan, M., Uraz, E., Tosun, C., dan Gercel, H. 2016. Synthesis and Characterization of Carboxymethyl Cellulose Film from Pistachio Shells. *International Journal of Advances in Science Engineering and Technology*. Vol. 4, No. 1.
- Wijayani, A., Ummah, K., dan Tjahjani, S. 2005. Characterization of Carboxy Methyl Cellulose (CMC) From *Eichhornia crassipes* (Mart) Solms. *Indo. J. Chem.* Vol. 5, No. 3.
- Wijayanti, W. A. 2008. *Pengelolaan Tanaman Tebu (Saccharum officinarum L.) Di Pabrik Gula Tjoekir PTPN X, Jombang, Jawa Timur; Studi Kasus Pengaruh Bongkar Ratoon Terhadap Peningkatan Produktivitas Tebu*. Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Yudo, H. dan Jatmiko, S. 2008. Analisis Teknis Kekuatan Mekanis Material Komposit Berpenguat Serat Ampas Tebu (*Baggase*) Ditinjau dari Kekuatan Tarik dan Impak. *Kapal*. Vol. 5, No. 2.
- Yuwono, S. S. dan Waziroh, E. 2017. *Teknologi Pengolahan Pangan Hasil Perkebunan*. Malang: Universitas Brawijaya Press.
- Yuwono, S.S. 2015. darsatop.lecturer.ub.ac.id Tanaman Tebu (*Saccarum officinarum*) diakses tanggal 5 Desember 2018 pukul 15.16 WIB.
- Zhou, Y., Stuart-Williams, H., Farquhar, G. D., and Hocart, C. H. 2010. The Use of Natural Abundance Stable Isotopic Ratio to Indicate the Presence of Oxygen-containing Chemical Linkages Between Cellulose and Lignin in Plant Cell Walls. *Phytochemistry*. Vol. 71.
- Zugenmaier, P. 2008. *Cristalline Cellulose and Drivates*. Heidelberg: Spinger-Verlag.

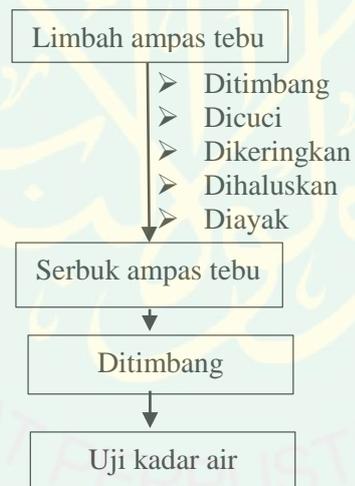
Lampiran 1. Lokasi Pengambilan Ampas Tebu dan Gambar Ampas Tebu



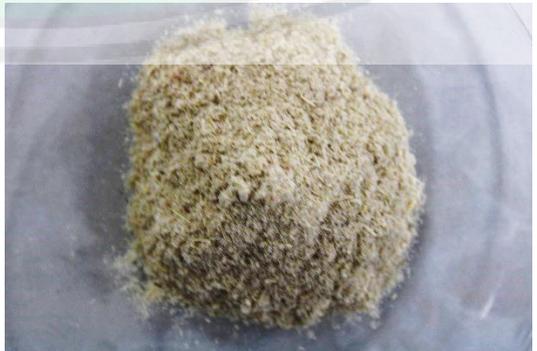


Lampiran 2. Preparasi Ampas Tebu

A. Skema Preparasi Ampas Tebu



B. Rendemen Ampas Tebu

Bahan Baku	Berat	Gambar
Ampas Tebu Basah	13,75 Kg	
Serbuk Ampas Tebu Kering	4,9125 Kg	
Rendemen	35,72%	

C. Uji Determinasi



PEMERINTAH PROVINSI JAWA TIMUR
DINAS KESEHATAN
UPT MATERIA MEDICA BATU
Jalan Lahor No.87 Telp/Fax (0341) 593396. Batu
KOTA BATU

65313

Nomor : 074 / 261A / 102.7 / 2018
Sifat : Biasa
Perihal : **Determinasi Tanaman Tebu**

Memenuhi permohonan saudara :

Nama : ANIQOTUN NISAK
NIM : 14670019
Instansi : JURUSAN FARMASI, UIN MALIKI MALANG

1. Perihal determinasi tanaman tebu

Kingdom : Plantae (Tumbuhan)
Subkingdom : Tracheobionta (Tumbuhan berpembuluh)
Super Divisi : Spermatophyta (Menghasilkan biji)
Divisi : Magnoliophyta (Tumbuhan berbunga)
Kelas : Liliopsida (berkeping satu / monokotil)
Sub Kelas : Commelinidae
Ordo : Poales
Famili : Poaceae (suku rumput-rumputan)
Genus : Saccharum
Spesies : *Saccharum officinarum* L.
Nama Umum : Indonesia: Tebu; Inggris: sugar cane.
Kunci Determinasi : 1b-2b-3b-4b-6b-7b-9b-10b-11b-12b-13b-14b-16a-239a-240b-241b-242a-1b-4b-5.

2. Morfologi

Tanaman tebu mempunyai batang yang tinggi, tidak bercabang dan tumbuh tegak. Tanaman yang tumbuh baik, tinggi batangnya dapat mencapai 3-5 meter atau lebih. Pada batang terdapat lapisan lilin yang berwarna putih dan keabu-abuan. Lapisan ini banyak terdapat sewaktu batang masih muda. Ruas-ruas batang dibatasi oleh buku-buku yang merupakan tempat duduk daun. Pada ketiak daun terdapat sebuah kuncup yang biasa disebut "mata tunas". Bentuk ruas batang dan warna batang tebu yang bervariasi merupakan salah satu ciri dalam pengenalan varietas tebu. Tebu memiliki daun tidak lengkap, karena hanya terdiri dari helai daun dan pelepah daun saja. Daun berkedudukan pada pangkal buku. Panjang helaian daun antara 1-2 meter, sedangkan lebar 4-7 cm, dan ujung daunnya meruncing. Pelepah tumbuh memanjang menutupi ruas. Pelepah juga melekat pada batang dengan posisi duduk berselang seling pada buku dan melindungi mata tunas.

3. Nama Simplisia : Sacchari officinarum Cauli / Batang tebu.

4. Kandungan : Saccharant dan vitamin B2 (riboflavin), protein, magnesium, karbohidrat, serat, gula, kalsium dan potassium.

5. Penggunaan : Penelitian.

6. Daftar Pustaka

- Anonim. <http://www.plantamor.com/index.php?plant=1100>, diakses tanggal 4 Desember 2010.
- Syamsuhidayat, Sri Sugati dan Johny Ria Hutapea. 1991. *Inventaris Tanaman Obat Indonesia I*. Departemen Kesehatan Republik Indonesia: Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan.
- Van Steenis, CGGJ. 2008. *FLORA*. Pradnya Paramita, Jakarta..

Demikian surat keterangan determinasi ini kami buat untuk dipergunakan sebagaimana mestinya.

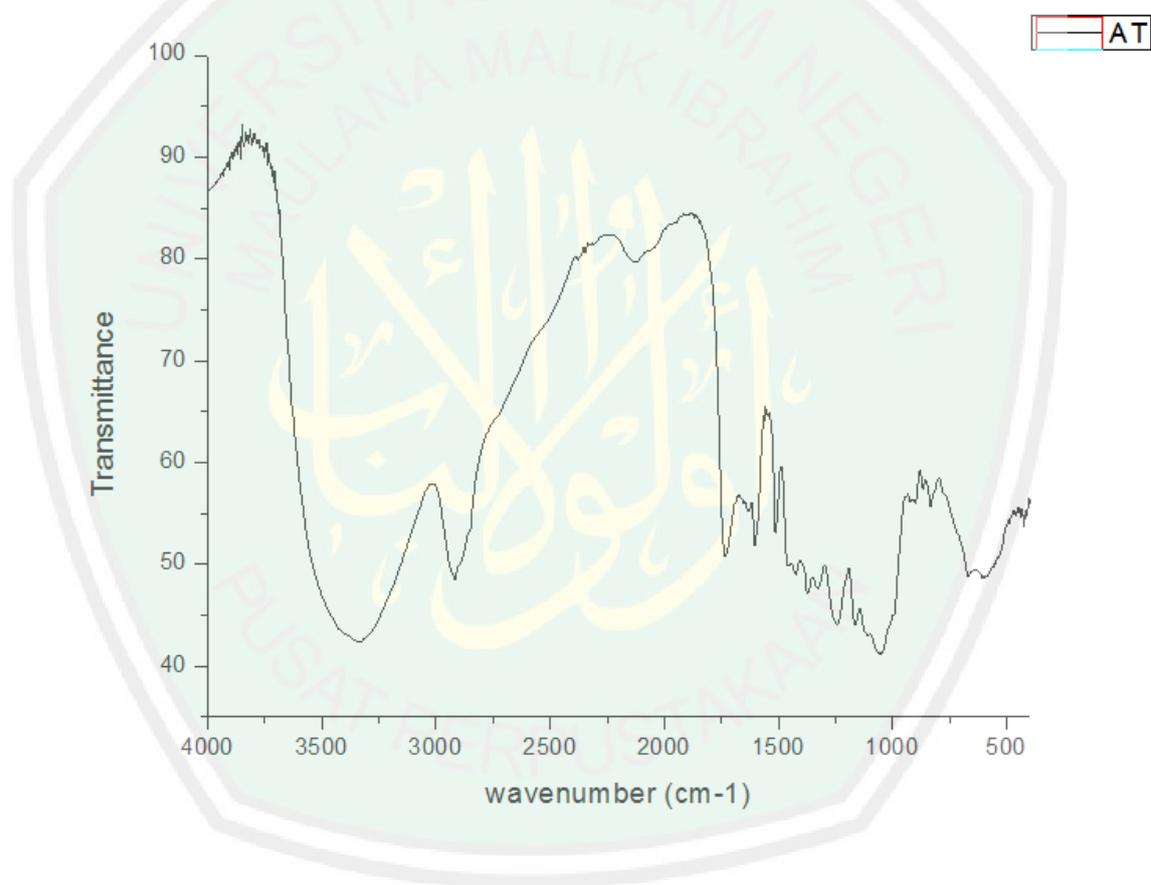
Batu, 12 Juli 2018
Kepala UPT Materia Medica Batu



D. Uji Kadar Air Ampas Tebu

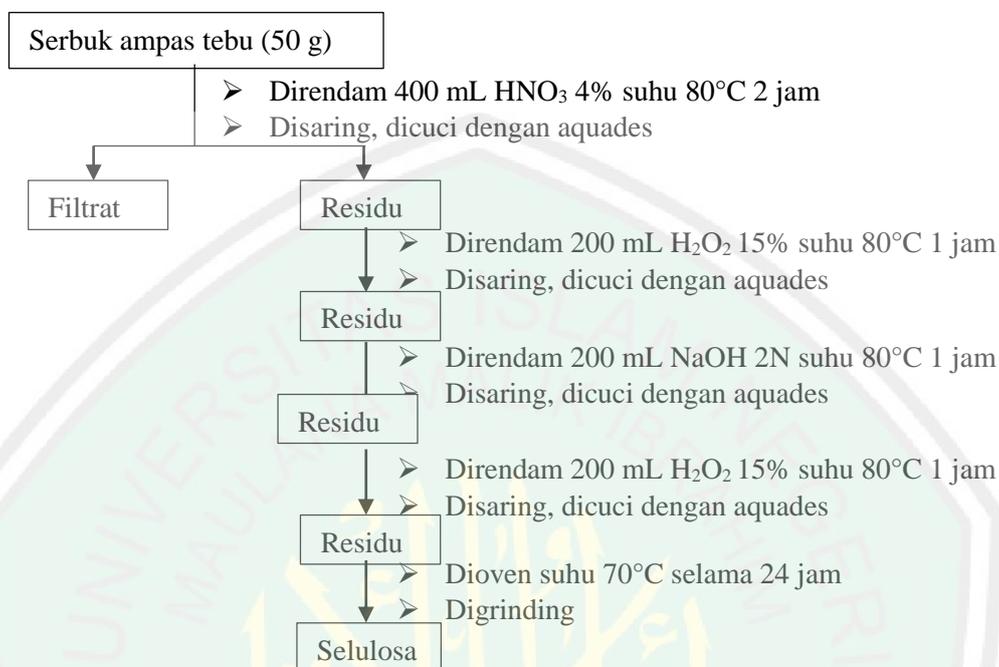
No.	Tanggal	Kadar Air			Rerata	SD
		1	2	3		
1.	31 Okt 2018	6.88	6.92	6.73	6.84	± 0.100167
2.	14 Nov 2018	6.56	6.75	6.53	6.61	± 0.119304
3.	31 Nov 2018	6.76	6.89	6.84	6.83	± 0.065574
4.	14 Des 2018	6.48	6.99	6.45	6.64	± 0.30348
5.	31 Des 2018	6.89	6.74	6.46	6.70	± 0.218251

E. Analisis FTIR Ampas Tebu



Lampiran 3. Proses Isolasi Selulosa

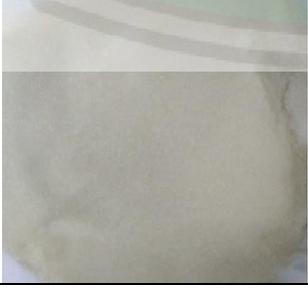
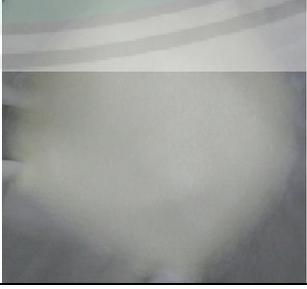
A. Skema Isolasi Selulosa



B. Rendemen Selulosa

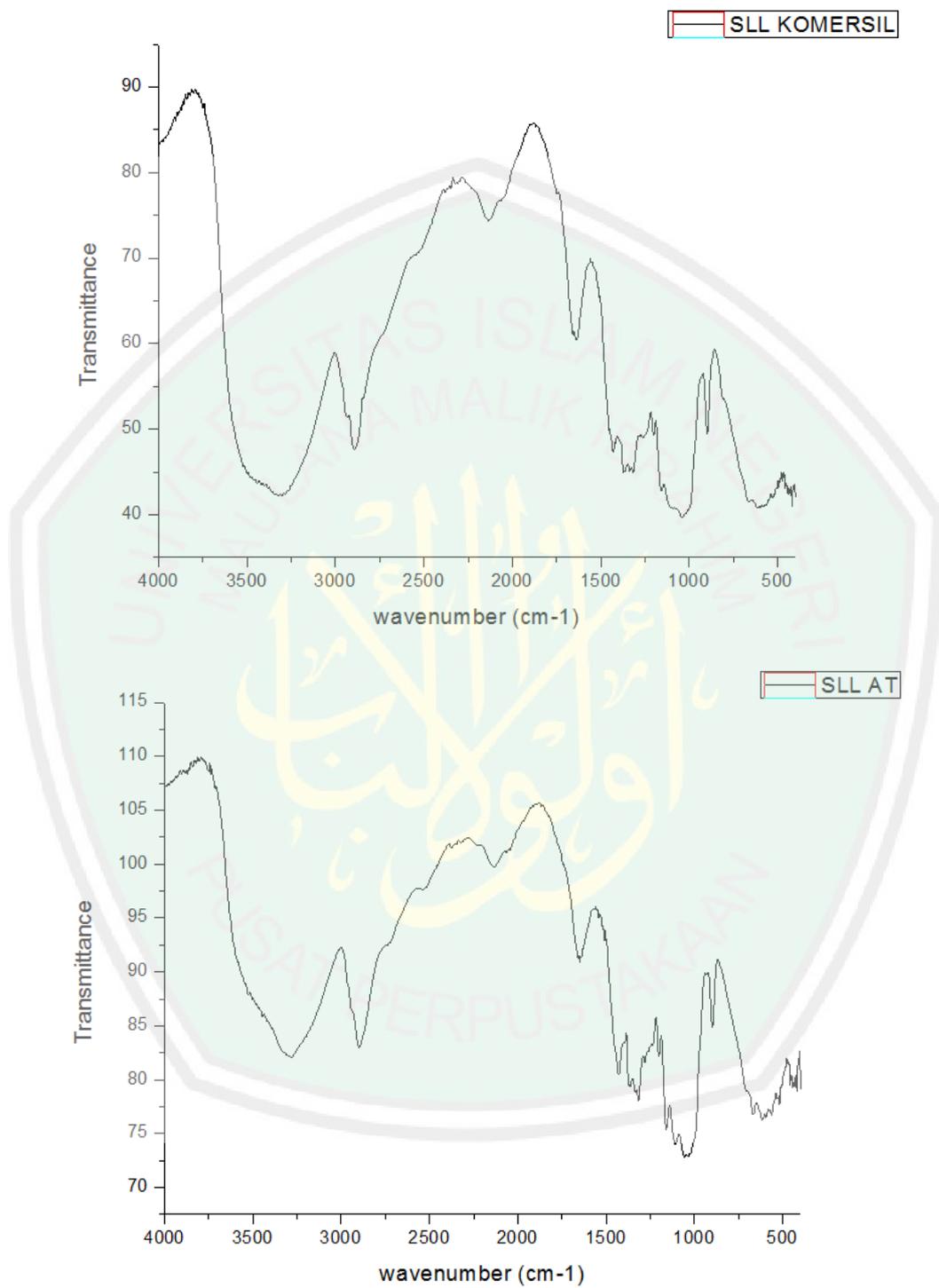
No.	Berat Ampas Tebu	Selulosa	Rendemen
1.	50 gr	9,36	18,72%
2.	50 gr	10,10	20,20%
3.	50 gr	10,05	20,10%
4.	50 gr	9,20	18,40%
5.	50 gr	9,17	18,34%
Rata-rata		9,58	19,16%

Lampiran 4. Gambar Proses Isolasi Selulosa

No.	Proses Isolasi Selulosa	
1.	Hidrolisis	
	Sebelum Dicuci	Sesudah Dicuci
		
2.	Bleaching	
	Sebelum Dicuci	Sesudah Dicuci
		
3.	Delignifikasi	
	Sebelum Dicuci	Sesudah Dicuci
		
4.	Bleaching	
	Sebelum Dicuci	Sesudah Dicuci
		
5.	Pengeringan	
	Sebelum dioven	Sesudah dioven dan digrinding



Lampiran 5. Analisis FTIR Selulosa Ampas Tebu



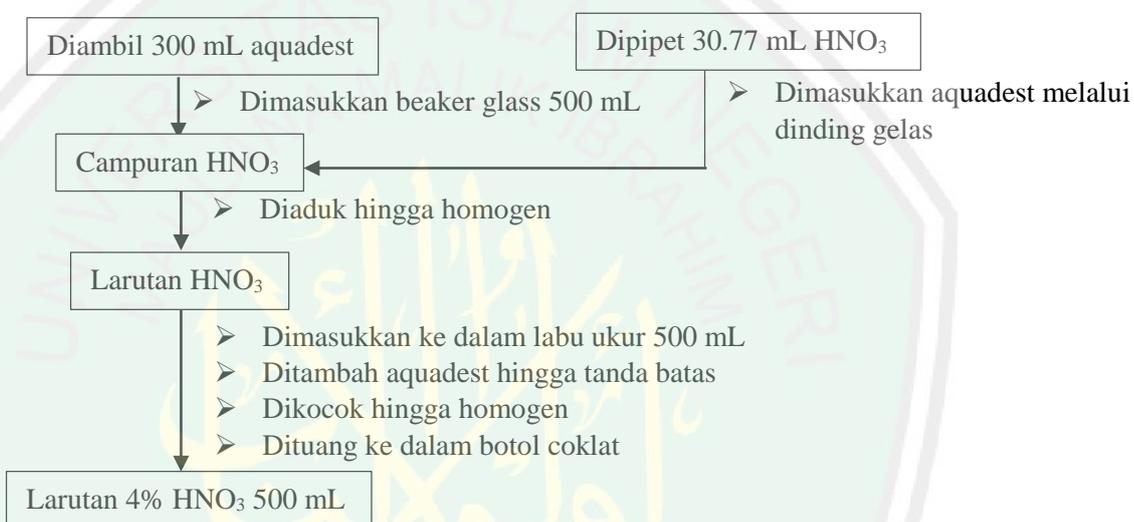
Lampiran 7. Perhitungan dan Pembuatan Larutan Isolasi Selulosa**A. Pembuatan 4% HNO₃ 500 mL**

$$m_1 \times v_1 = m_2 \times v_2$$

$$65\% \times X = 4\% \times 500 \text{ mL}$$

$$X = \frac{4\% \times 500 \text{ mL}}{65\%}$$

$$X = 30.77 \text{ mL}$$

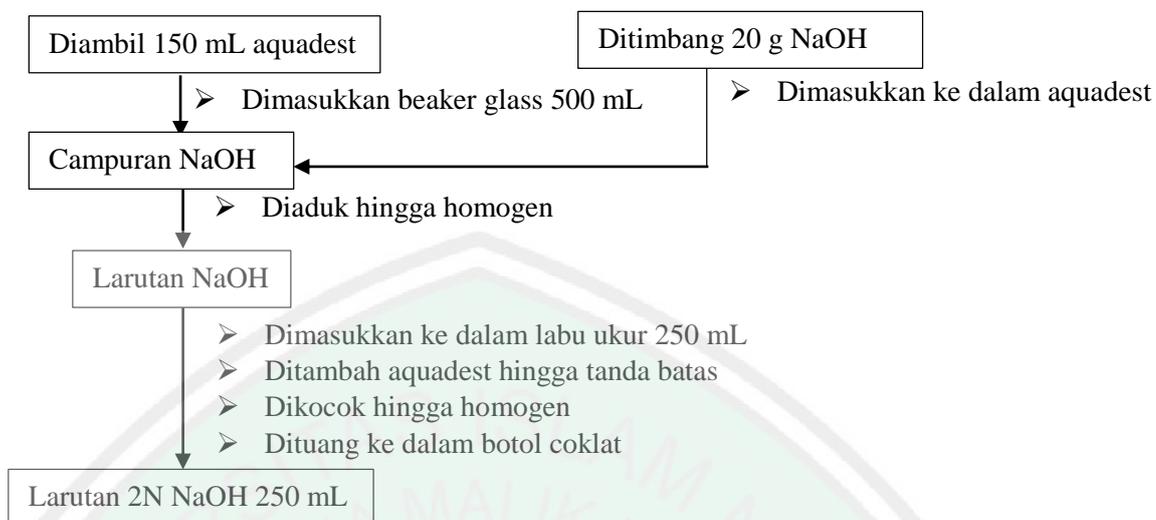
**B. Pembuatan 2N NaOH 250 mL**

$$N = \frac{m}{Mr} \times \frac{n}{Vol}$$

$$2N = \frac{m}{40} \times \frac{1}{0.25 \text{ L}}$$

$$m = \frac{2 \times 40 \times 0.25}{1}$$

$$m = 20 \text{ g}$$



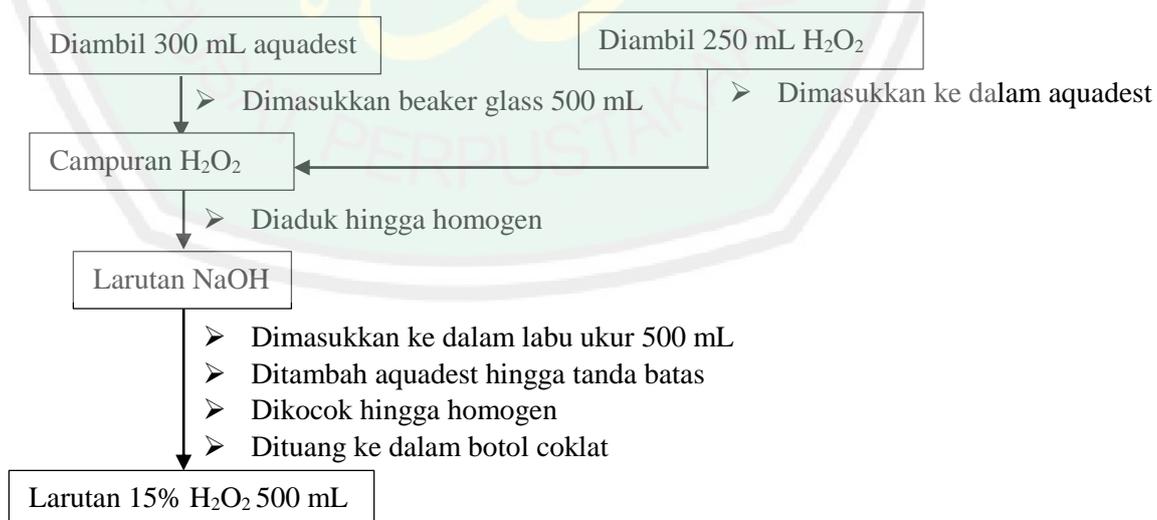
C. Pembuatan 15% H₂O₂ 500 mL

$$m_1 \times v_1 = m_2 \times v_2$$

$$30\% \times X = 15\% \times 500 \text{ mL}$$

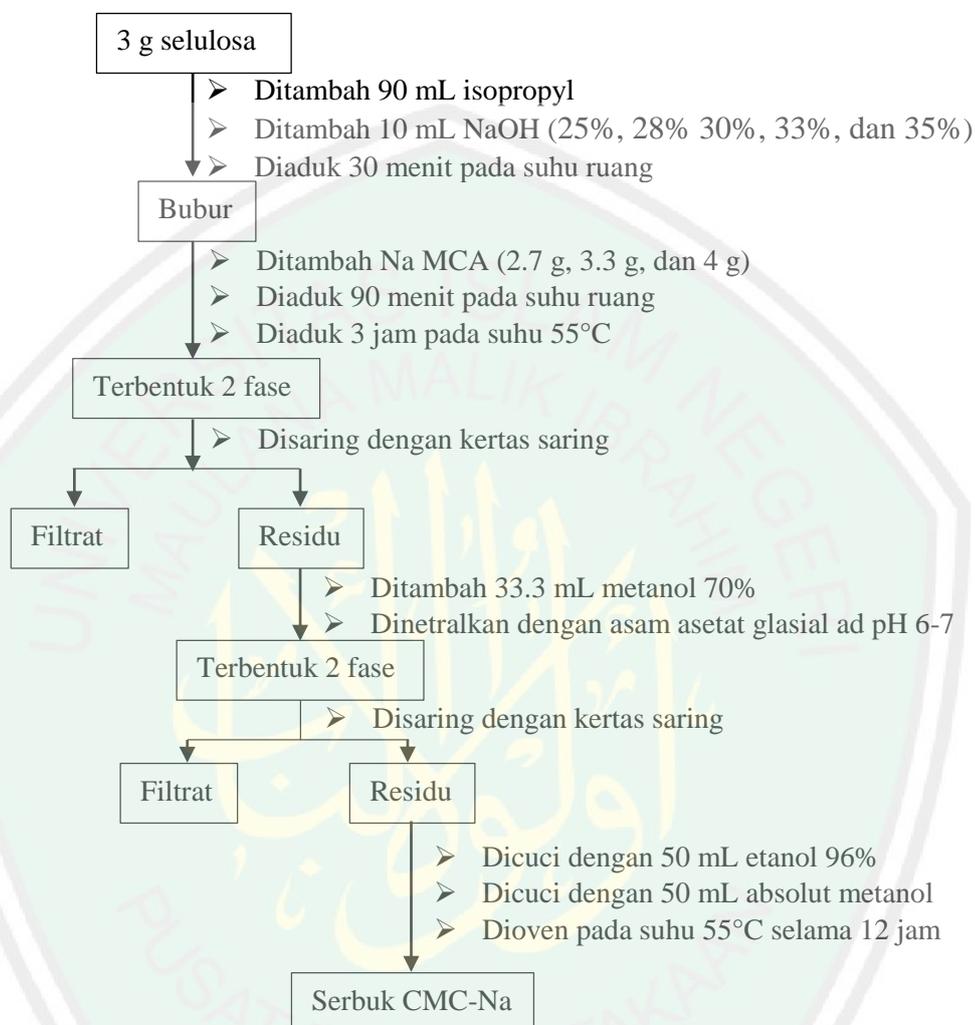
$$X = \frac{15\% \times 500 \text{ mL}}{30\%}$$

$$X = 250 \text{ mL}$$

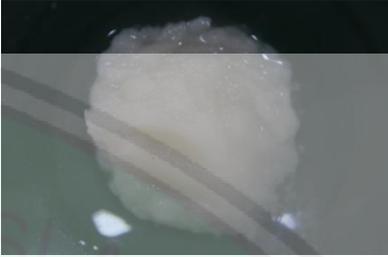
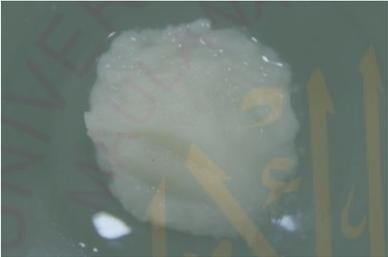


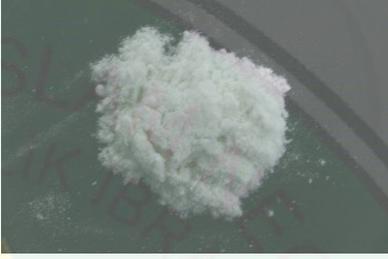
Lampiran 8. Proses Sintesis CMC-Na

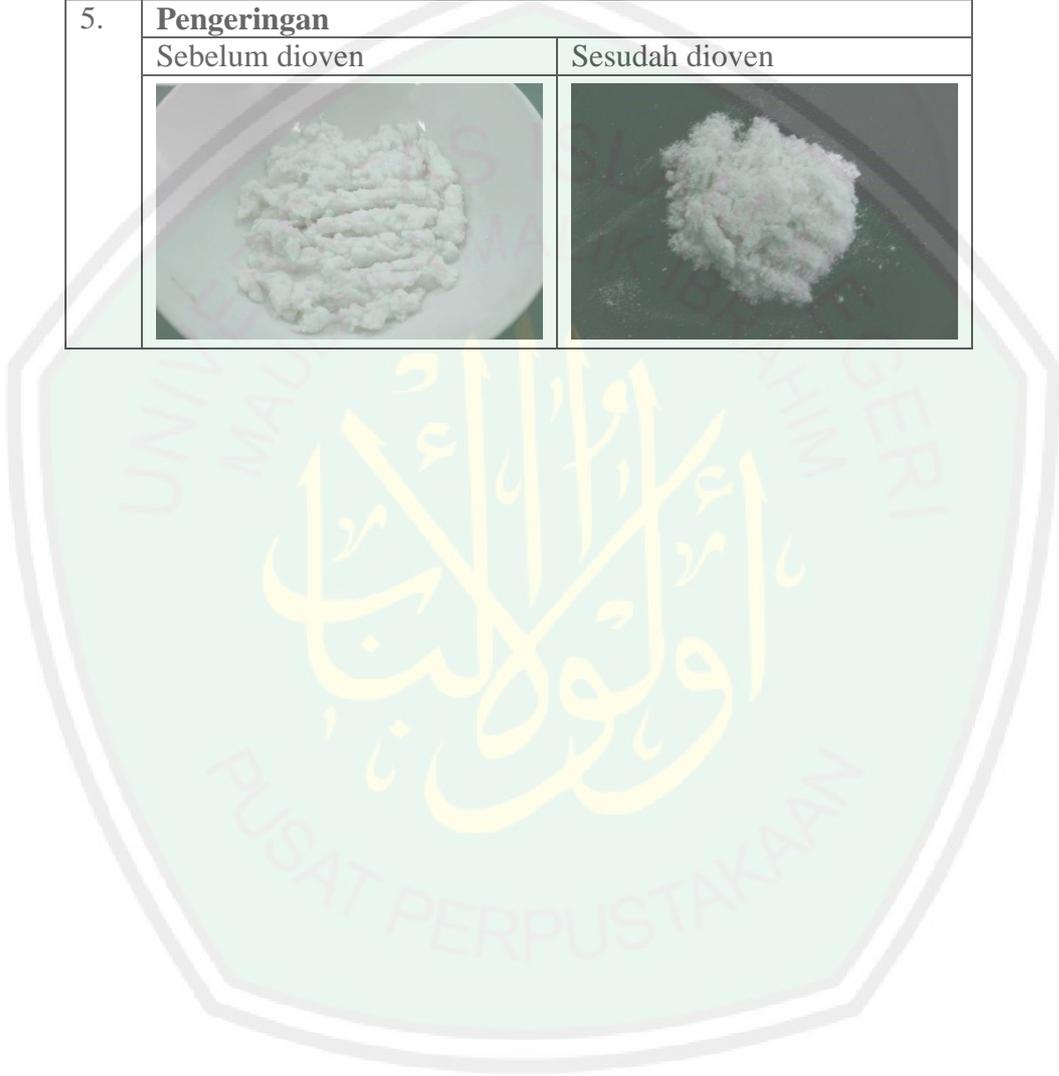
A. Skema Sintesis CMC-Na



Lampiran 9. Gambar Proses Sintesis CMC-Na

No.	Proses Sintesis CMC-Na	
1.	Alkalisasi (NaOH 20%, 25%, 30%, 35%, dan 40%)	
	Sebelum Alkalisasi	Sesudah Alkalisasi
		
2.	Karboksimetilasi (Na MCA 8 g, 10 g, dan 12 g)	
	Sebelum Karboksimetilasi	Sesudah Karboksimetilasi
		
3.	Penetralkan	
	Sebelum Dinetralkan	Sesudah Dinetralkan
		
4.	Pencucian	
	Dicuci dengan Etanol 96%	
		
Dicuci dengan Metanol		

		
5.	Pengeringan	
	Sebelum dioven	Sesudah dioven
		



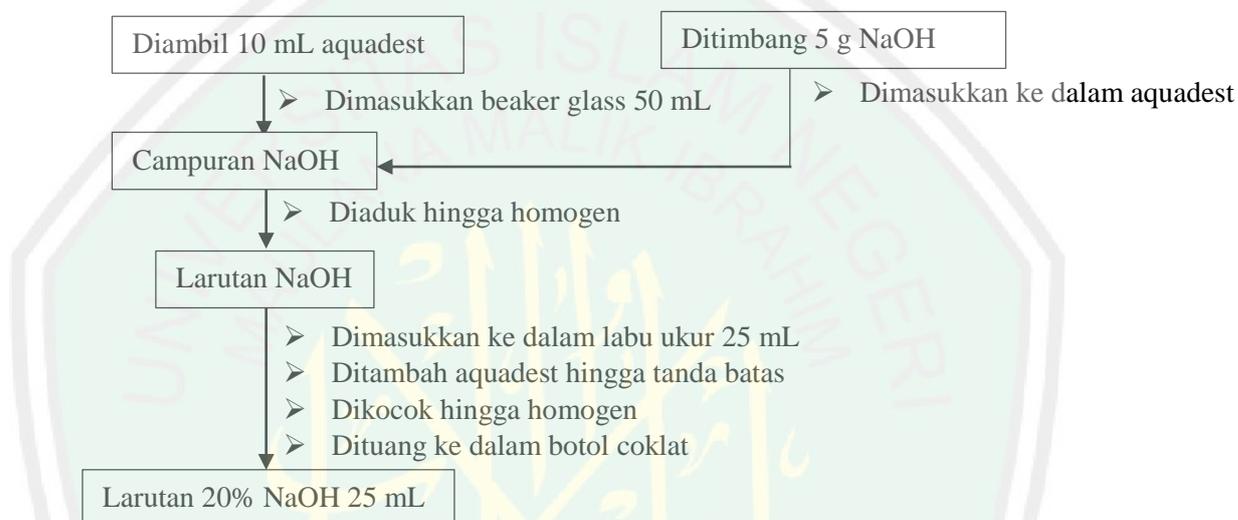
Lampiran 10. Perhitungan Reagen Sintesis CMC-Na

A. Pembuatan 20% NaOH 25 MI

$$\frac{20 \text{ g}}{100 \text{ mL}} = \frac{x}{25 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{20 \text{ g} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$x = 5 \text{ g}$$

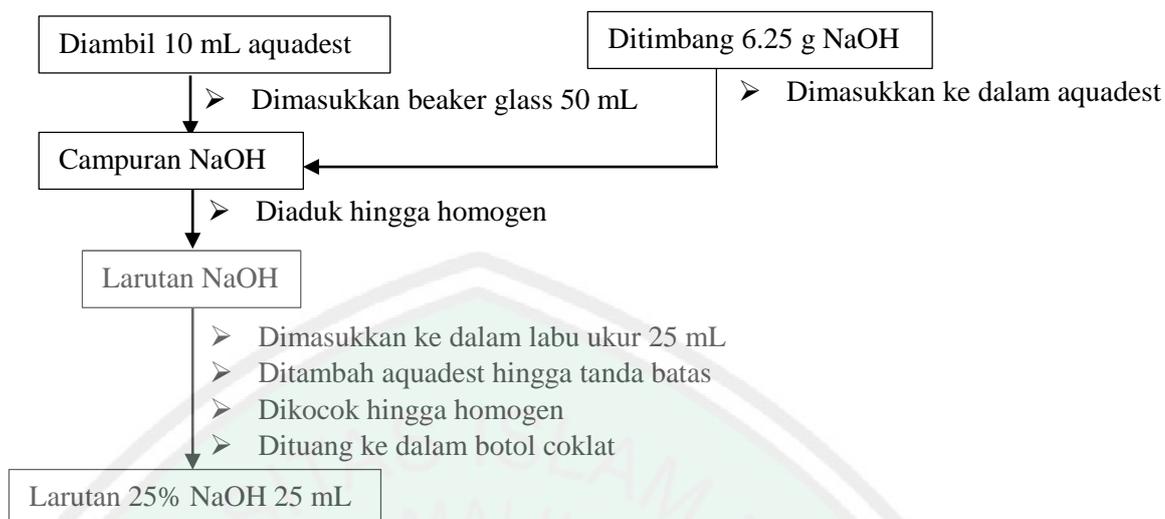


B. Pembuatan 25% NaOH 25 mL

$$\frac{25 \text{ g}}{100 \text{ mL}} = \frac{x}{25 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{25 \text{ g} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$x = 6.25 \text{ g}$$

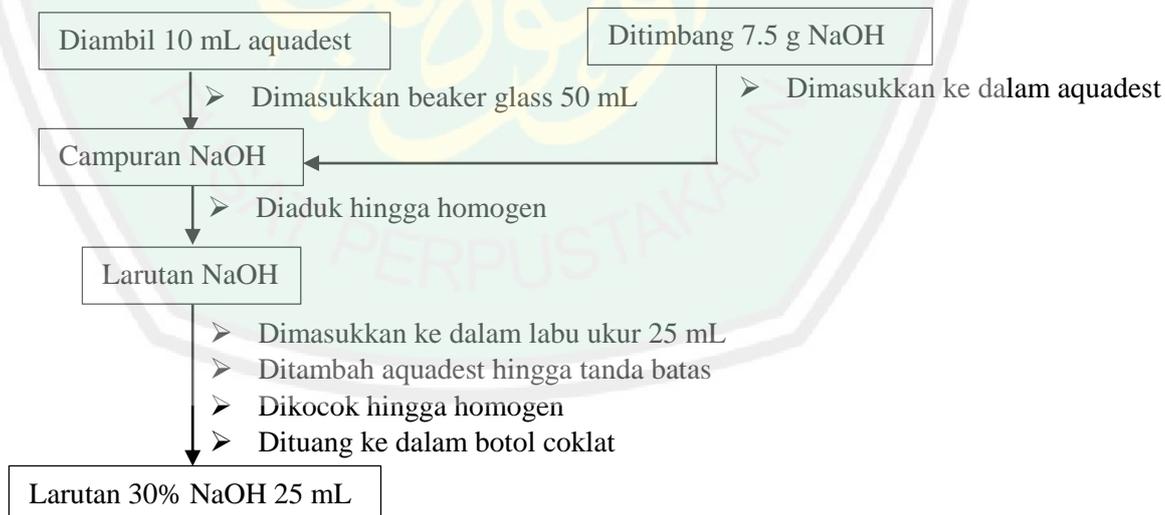


C. Pembuatan 30% NaOH 25 mL

$$\frac{30 \text{ g}}{100 \text{ mL}} = \frac{x}{25 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{30 \text{ g} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$x = 7.5 \text{ g}$$

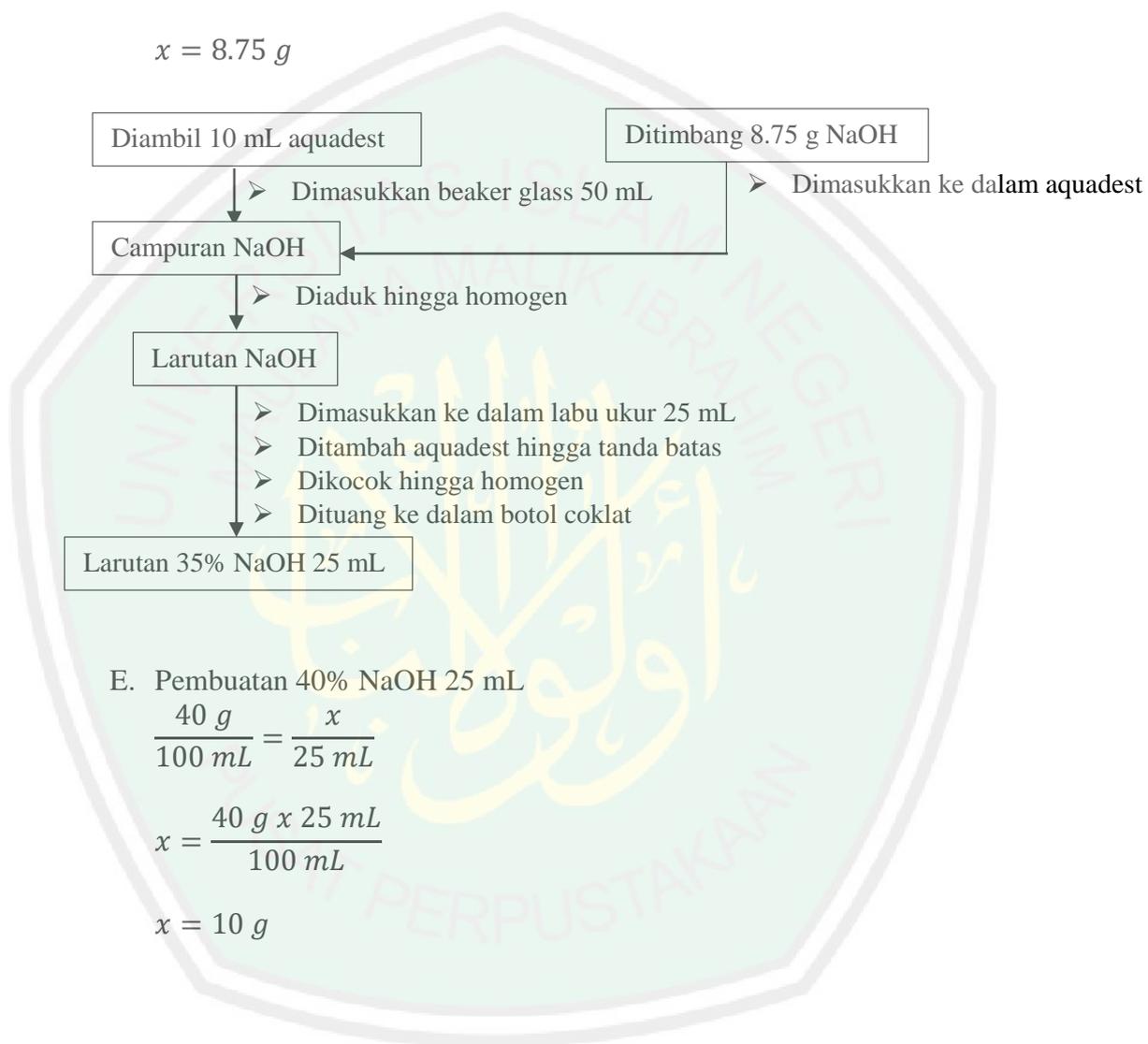


D. Pembuatan 35% NaOH 25 mL

$$\frac{35 \text{ g}}{100 \text{ mL}} = \frac{x}{25 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{35 \text{ g} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$x = 8.75 \text{ g}$$

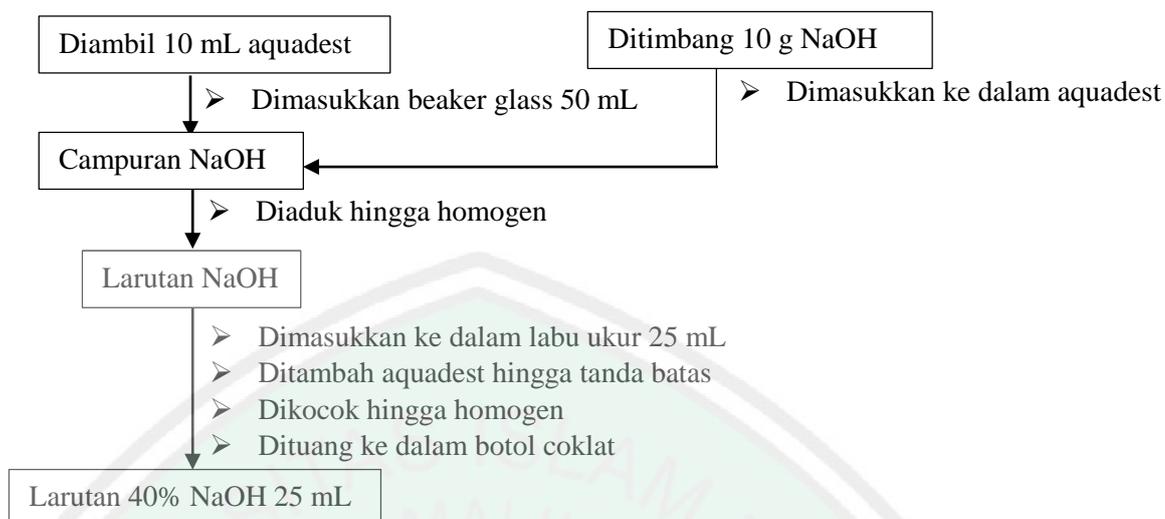


E. Pembuatan 40% NaOH 25 mL

$$\frac{40 \text{ g}}{100 \text{ mL}} = \frac{x}{25 \text{ mL}}$$

$$x = \frac{40 \text{ g} \times 25 \text{ mL}}{100 \text{ mL}}$$

$$x = 10 \text{ g}$$



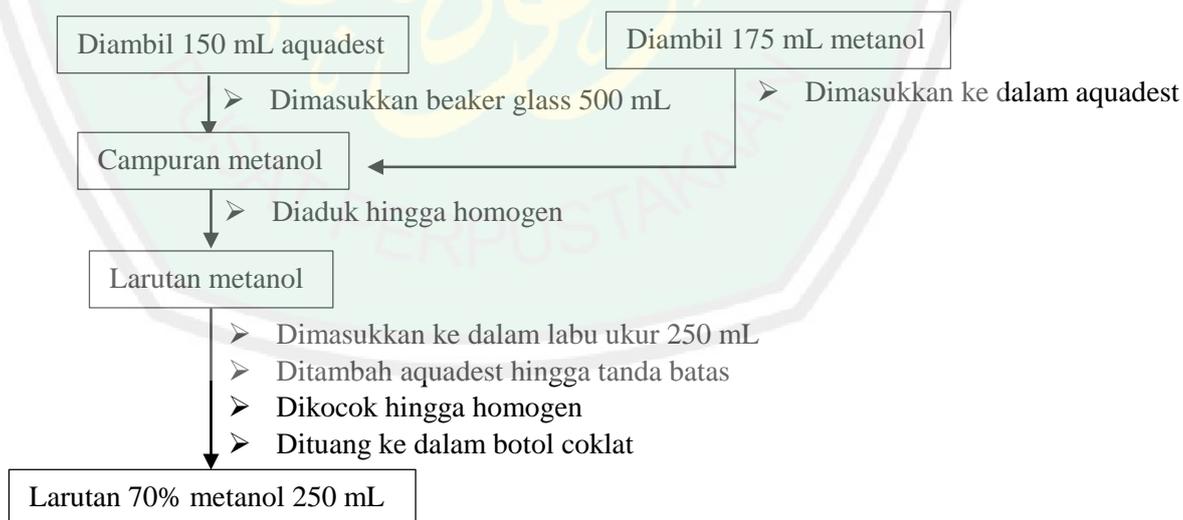
F. Pembuatan 70% metanol 250 mL

$$M1 \times V1 = M2 \times V2$$

$$100\% \times X = 70\% \times 250 \text{ mL}$$

$$X = \frac{70\% \times 250 \text{ mL}}{100\%}$$

$$X = 175 \text{ mL}$$

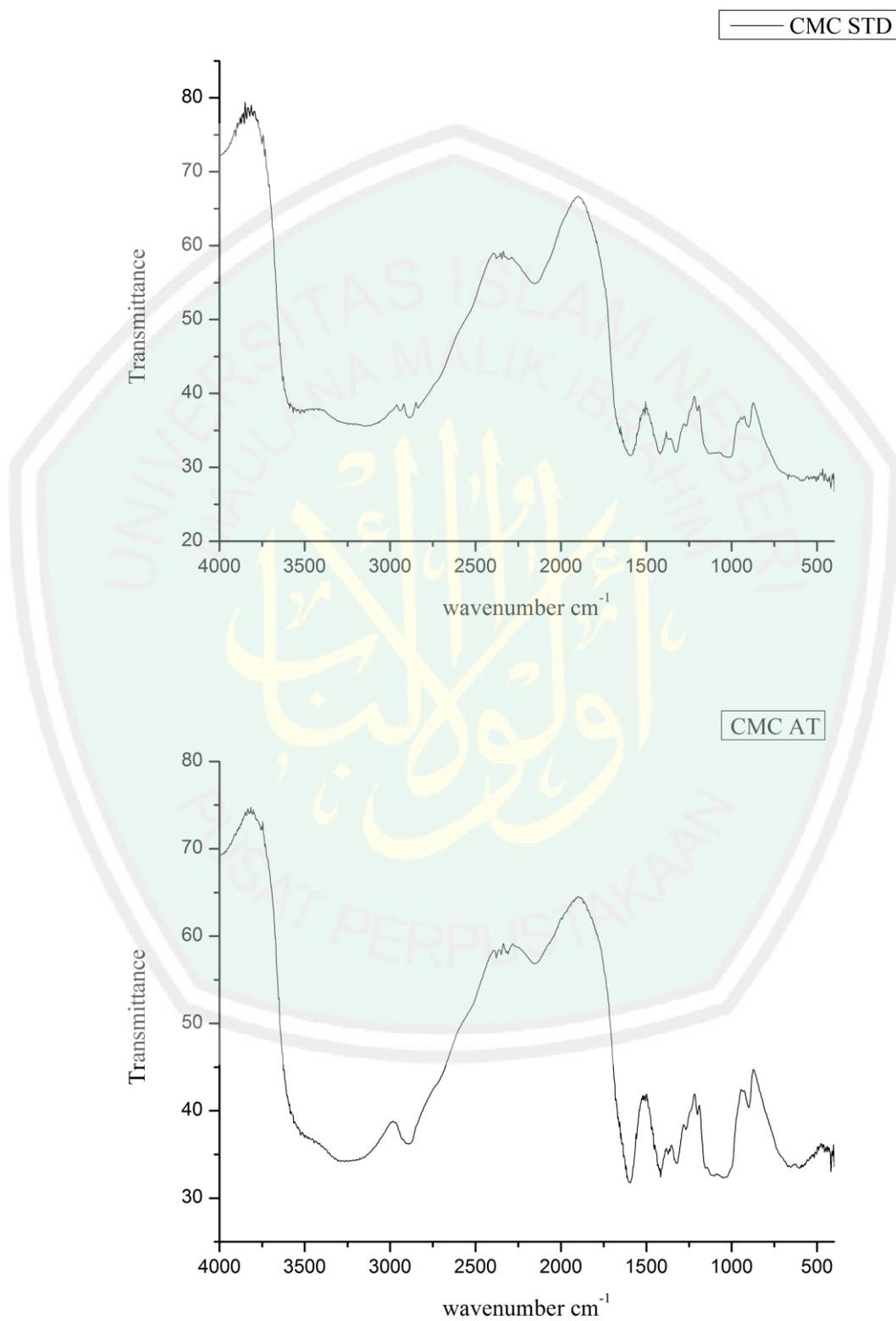


Lampiran 11. Rendemen CMC-Na

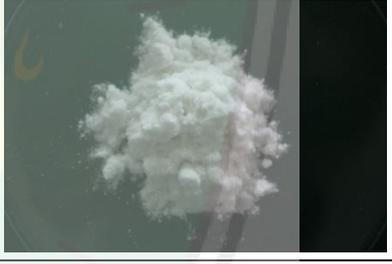
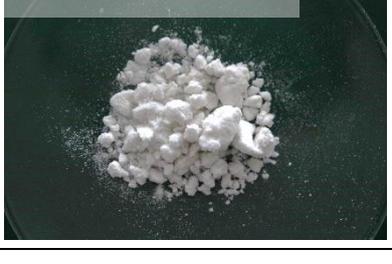
No.	Variasi CMC-Na		Rendemen			Rerata	SD
	%NaOH	ΣNa MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	4.0619	4.1376	4.1132	4.10	±0.038638
2.	25%	10 g	4.1376	4.2713	3.9673	4.13	±0.152367
3.	30%	10 g	3.9799	4.1169	4.1453	4.10	±0.088443
4.	35%	10 g	4.1132	4.429	4.431	4.32	±0.182907
5.	40%	10 g	4.2713	3.8252	3.8581	3.98	±0.248603
6.	30%	8 g	4.3449	4.3451	4.3449	4.34	±0.000115
7.	30%	12 g	3.9673	4.3368	4.3368	4.21	±0.213331

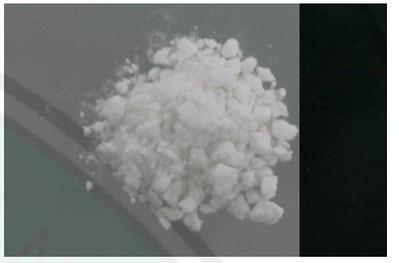


Lampiran 12. Hasil FTIR CMC-Na



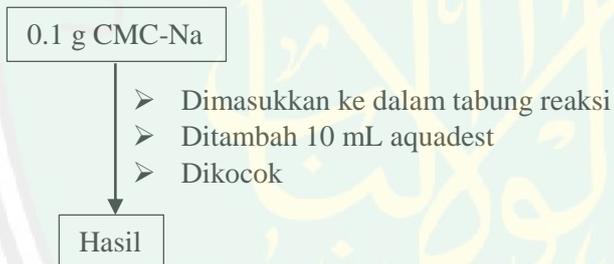
Lampiran 13. Uji Karakterisasi CMC-Na Ampas Tebu**A. Organoleptis**

No.	Variasi CMC-Na		Bentuk	Warna	Gambar
	%NaOH	Σ Na MCA			
1.	20%	10 g	Serbuk	Putih	
2.	25%	10 g	Serbuk	Putih	
3.	30%	10 g	Serbuk	Putih	
4.	35%	10 g	Serbuk	Putih	
5.	40%	10 g	Granul	Putih	

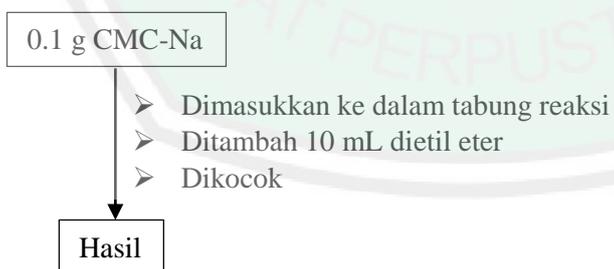
6.	30%	8 g	Serbuk	Putih	
7.	30%	12 g	Serbuk	Putih	

B. Uji Kelarutan

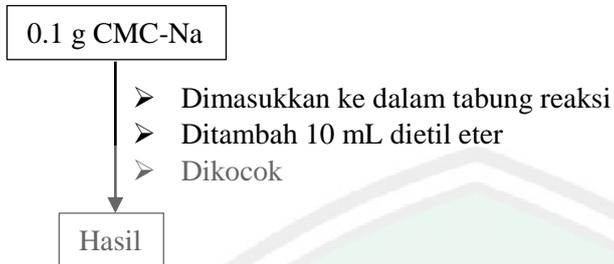
a. Kelarutan pada Aquadest



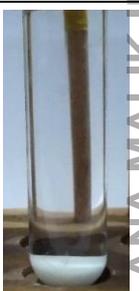
b. Kelarutan pada Etanol



c. Kelarutan pada Dietil Eter



No	variasi		Kelarutan					
	NaOH	Na-MCA	Air	Gambar	Etanol	Gambar	Dietil eter	gambar
1.	20%	10 g	Larut membentuk koloid		Tidak larut		Tidak larut	
2.	25%	10 g	Larut membentuk koloid		Tidak larut		Tidak larut	
3.	30%	10 g	Larut membentuk koloid		Tidak larut		Tidak larut	

4.	35%	10 g	Larut membentuk koloid		Tidak larut		Tidak larut	
5.	40%	10 g	Larut membentuk koloid		Tidak larut		Tidak larut	
6.	30%	8 g	Larut membentuk koloid		Tidak larut		Tidak larut	
7.	30%	12 g	Larut membentuk koloid		Tidak larut		Tidak larut	

C. Uji pH

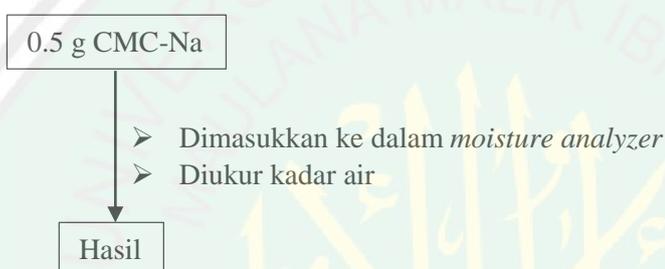
0.5 g CMC-Na

- Dimasukkan ke dalam beaker glass 100 mL
- Ditambah 50 mL aquadest
- Diaduk
- Diukur menggunakan pH meter

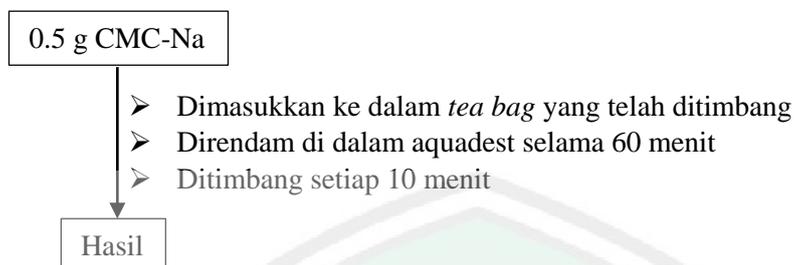
Hasil

No.	Variasi CMC-Na		pH			Rerata	DS
	%NaOH	ΣNa MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	8.2	8.2	8.2	8.2	0
2.	25%	10 g	6.9	7	7	6.97	0.057735
3.	30%	10 g	6.9	6.8	6.8	6.83	0.057735
4.	35%	10 g	7.2	7.2	7.2	7.20	0
5.	40%	10 g	8.2	8.2	8.2	8.20	0
6.	30%	8 g	7.1	7.1	7.1	7.10	0
7.	30%	12 g	7	7	7	7.00	0

D. Uji Kadar Air



No.	Variasi CMC-Na		Kadar Air (%)			Rerata (%)	DS
	%NaOH	ΣNa MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	8.5	8.68	8.61	8.60	0.090738
2.	25%	10 g	8.38	8.76	8.76	8.63	0.219393
3.	30%	10 g	8.35	8.1	8.4	8.28	0.160728
4.	35%	10 g	8.99	8.28	8.71	8.66	0.357631
5.	40%	10 g	7.99	8.17	8.46	8.21	0.237136
6.	30%	8 g	9.06	9.3	9.04	9.13	0.144684
7.	30%	12 g	8.73	8.58	8.37	8.56	0.180831

E. Uji *Swelling*

a. Hasil 10 menit

No.	Variasi CMC-Na		Berat (g)			Rerata (g)	SD
	%NaOH	ΣNa MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	4.5574	4.5288	4.4142	4.50	±0.075782
2.	25%	10 g	5.8562	5.8332	5.7572	5.82	±0.051811
3.	30%	10 g	4.2988	4.2786	4.2596	4.28	±0.019603
4.	35%	10 g	5.1456	5.1262	5.1092	5.13	±0.018213
5.	40%	10 g	4.2992	4.2744	4.263	4.28	±0.018509
6.	30%	8 g	5.272	5.2484	5.2198	5.25	±0.02614
7.	30%	12 g	4.9584	4.934	4.9194	4.94	±0.019704

b. Hasil 20 menit

No.	Variasi CMC-Na		Berat (g)			Rerata (g)	SD
	%NaOH	ΣNa MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	5.4154	5.3614	5.3344	5.37	±0.041243
2.	25%	10 g	6.5	6.4766	6.4522	6.48	±0.023902
3.	30%	10 g	4.6814	4.6594	4.4624	4.60	±0.120592
4.	35%	10 g	5.3862	5.3464	5.308	5.35	±0.039102
5.	40%	10 g	4.3034	4.2786	4.241	4.27	±0.031418
6.	30%	8 g	6.587	6.503	6.4844	6.52	±0.054664
7.	30%	12 g	5.685	5.6604	5.6356	5.66	±0.0247

c. Hasil 30 menit

No.	Variasi CMC-Na		Berat (g)			Rerata (g)	SD
	%NaOH	Σ Na MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	5.856	5.818	5.7788	5.82	± 0.038602
2.	25%	10 g	7.3276	7.3012	7.2584	7.30	± 0.034922
3.	30%	10 g	4.7254	4.7026	4.6668	4.70	± 0.029539
4.	35%	10 g	5.7252	5.6976	5.667	5.70	± 0.029113
5.	40%	10 g	3.583	3.5712	3.5394	3.56	± 0.022552
6.	30%	8 g	6.7406	6.567	6.5789	6.63	± 0.096975
7.	30%	12 g	5.016	4.9834	4.95	4.98	± 0.033001

d. Hasil 40 menit

No.	Variasi CMC-Na		Berat (g)			Rerata (g)	SD
	%NaOH	Σ Na MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	5.6004	5.584	5.5644	5.58	± 0.018024
2.	25%	10 g	7.643	7.6166	7.5964	7.62	± 0.023369
3.	30%	10 g	4.7488	4.7212	4.7076	4.73	± 0.020993
4.	35%	10 g	6.0744	5.9932	5.9712	6.01	± 0.054356
5.	40%	10 g	2.5544	2.4882	2.4418	2.49	± 0.056589
6.	30%	8 g	6.7624	6.567	6.4288	6.59	± 0.167615
7.	30%	12 g	5.4912	5.461	5.4278	5.46	± 0.031712

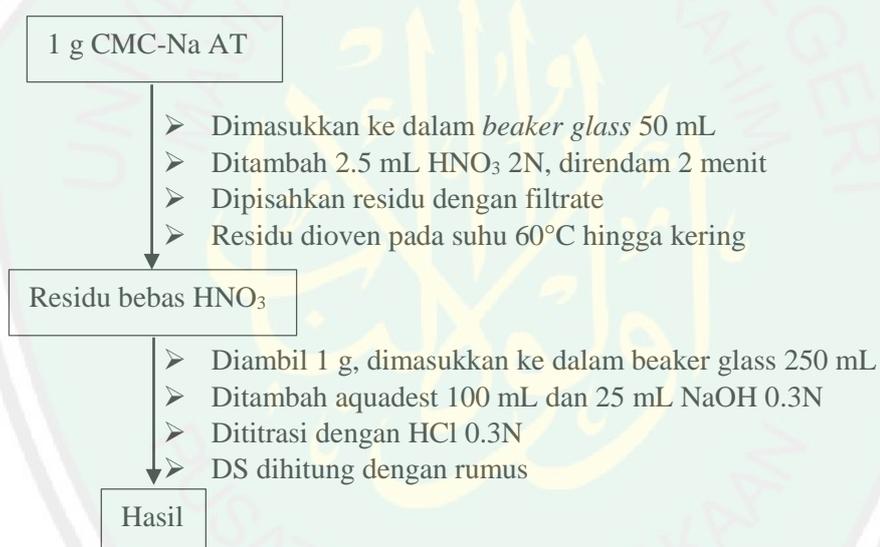
e. Hasil 50 menit

No.	Variasi CMC-Na		Berat (g)			Rerata (g)	SD
	%NaOH	Σ Na MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	5.198	5.1604	5.122	5.16	± 0.038001
2.	25%	10 g	7.9246	7.8922	7.8648	7.89	± 0.029935
3.	30%	10 g	4.9096	4.8904	4.8662	4.89	± 0.021748
4.	35%	10 g	6.7742	6.6786	6.626	6.69	± 0.075133
5.	40%	10 g	1.0746	1.0306	1.0114	1.04	± 0.032401
6.	30%	8 g	6.6892	6.6644	6.6308	6.66	± 0.02931
7.	30%	12 g	4.1066	4.0874	4.0576	4.08	± 0.02469

f. Hasil 60 menit

No.	Variasi CMC-Na		Berat (g)			Rerata (g)	SD
	%NaOH	ΣNa MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	3.1	3.0876	3.079	3.09	±0.010557
2.	25%	10 g	7.1124	7.0966	7.0816	7.10	±0.015402
3.	30%	10 g	3.948	3.9362	3.9234	3.94	±0.012303
4.	35%	10 g	5.9156	5.906	5.8882	5.90	±0.013903
5.	40%	10 g	0.878	0.8656	0.8522	0.87	±0.012903
6.	30%	8 g	6.0856	6.0468	6.0332	6.06	±0.027191
7.	30%	12 g	3.0412	3.0278	3.0178	3.03	±0.011741

F. Uji Derajat Substitusi



$$A = \frac{BC - DE}{F}$$

$$DS = \frac{0.162 A}{1 - 0.058 A}$$

Keterangan:

A= miliequivalen asam yang diperlukan per gram sampel

B= volume NaOH (mL) yang ditambahkan

C= normalitas NaOH (N)

D= volume HCl (mL) yang dibutuhkan dalam titrasi

E= normalitas HCl (N)

F= banyaknya CMC-Na AT yang digunakan (g)

162= berat molekul unit anhydroglukosa dari selulosa (g)

58= kenaikan anhydroglukosa untuk setiap gugus karboksimetil yang tersubstitusi.

No.	Variasi CMC-Na		Derajat Substitusi			Rerata	SD
	%NaOH	Σ Na MCA	1	2	3		
1.	20%	10 g	0.4	0.4	0.4	0.4	0
2.	25%	10 g	0.7	0.7	0.7	0.7	0
3.	30%	10 g	0.7	0.7	0.7	0.7	0
4.	35%	10 g	0.58	0.58	0.58	0.58	0
5.	40%	10 g	0.58	0.58	0.58	0.58	0
6.	30%	8 g	0.84	0.84	0.84	0.84	0
7.	30%	12 g	0.7	0.7	0.7	0.7	0

Lampiran 14. Uji Disintegrasi Cangkang Kapsul CMC-Na

