

KARAKTERISASI MIKROKRISTALIN SELULOSA DARI KULIT JAGUNG PULUT (*Zea mays* L. Var *Ceratina* Kulesh)

1|Surya Ningsi, 2|Nining Iklasita, 3|Munifah Wahyuddin, 4|Syamsuri Syakri

Email Korespondensi : surya.ningsi@uin-alauddin.ac.id

Jurusan Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan UIN Alauddin Makassar

Abstract : *Corn husk is a part of the plant that has a high cellulose fiber content, which is around 44.08%, so it is potentially to be used as a source of raw material of microcrystalline cellulose. The purpose of this research was to synthesize and determine the characteristics of microcrystalline cellulose produced from corn husk. The making of microcrystalline cellulose was carried out in two stages, namely delignification using NaOH solvent with five variations of concentration (7,5%, 10%, 12,5%, 15% and 17,5%) and hydrolyzed using 2,5 N HCl. Characteristic test for microcrystalline cellulose included organoleptic, pH, flow time and stationary angle, FTIR, and XRD. The results showed that microcrystalline cellulose produced from corn husk had characteristics such as fine powder, white and odorless, pH was 7.0, flow time was 0.3 g/sec, a stationary angle was 54°, FTIR analysis showed a typical peak of cellulose namely 3411,05 for O-H and 2900,61 for C-H, with a crystallinity degree was 79%.*

Keywords : *Microcrystalline Cellulose; Corn husk, Zea mays L*

Abstrak : Kulit jagung merupakan bagian tanaman yang memiliki kandungan serat selulosa yang tinggi yaitu sekitar 44,08%, sehingga sangat berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber bahan baku mikrokristalin selulosa. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mensintesis dan menentukan karakteristik mikrokristalin selulosa yang dihasilkan dari kulit jagung. Pembuatan mikrokristalin selulosa dilakukan dengan dua tahap yaitu delignifikasi menggunakan pelarut NaOH dengan lima variasi konsentrasi (7,5%, 10%, 12,5%, 15% dan 17,5%) dan dihidrolisis menggunakan HCl 2,5 N. Uji karakteristik mikrokristalin selulosa meliputi organoleptis, pH, waktu alir dan sudut diam, FTIR, dan XRD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa mikrokristalin selulosa yang dihasilkan dari kulit jagung memiliki karakteristik berupa serbuk halus, berwarna putih dan tidak berbau, pH 7,0, waktu alir 0,3 g/detik, sudut diam 54°, analisis FTIR memperlihatkan puncak khas selulosa yaitu 3411,05 untuk O-H dan 2900,61 untuk C-H, dengan derajat kristalinitas 79%.

Kata Kunci : Mikrokristalin Selulosa; Kulit Jagung, *Zea mays* L

PENDAHULUAN

Indonesia termasuk dalam delapan negara terbesar penghasil jagung di dunia. Data Badan Pusat Statistik (BPS) menunjukkan bahwa produksi jagung di Indonesia pada tahun 2015 mencapai 19,6 juta ton dan Sulawesi Selatan menempati urutan ketiga sebagai provinsi penghasil jagung terbanyak setelah Jawa Timur dan Jawa Tengah. Produksi jagung di Sulawesi Selatan terus mengalami peningkatan dari 1,25 juta ton pada tahun 2013 menjadi 1,52 juta ton pada tahun 2015 (Statistik, 2020). Jagung pulut merupakan jenis jagung yang banyak dikembangkan di Kawasan Timur Indonesia seperti Sulawesi secara keseluruhan, Lombok, Sumbawa Besar, Mataram, Bima, Seram, Kupang, dan Ambon (Maruapey, 2012; Suarni et al., 2019).

Penggunaan sumber bahan tambahan farmasi dari sumber alami seperti tumbuhan, hewan dan limbah pertanian banyak digunakan sebagai alternatif pengganti bahan sintesis. Limbah adalah bahan yang dihasilkan dari bahan utama yang tidak digunakan lagi dan dimaksudkan untuk dibuang (Uwaezuoke et al., 2014). Hasil bulir jagung yang dimanfaatkan dalam bidang pangan hanya mewakili 5% dari keseluruhan tanaman jagung, sedangkan 95% sisa dari tanaman jagung masuk dalam kategori limbah alami yaitu batang, daun, kulit dan tongkol jagung (Faesal, 2013).

Kulit jagung merupakan limbah pertanian yang memiliki kandungan serat selulosa yang tinggi. Komposisi kimia kulit jagung meliputi 15% lignin; 5,09% abu; 4,57% alkohol-sikloheksan; dan 44,08% selulosa (Fagbemigun et al., 2014). Kadar selulosa yang tinggi membuat kulit jagung sangat berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai sumber bahan baku mikrokristalin selulosa. Dalam literatur, mikrokristalin selulosa dapat dihasilkan dari berbagai macam sumber. Beberapa contoh tanaman yang telah diteliti sebagai sumber bahan



baku potensial penghasil mikrokristalin selulosa adalah kulit kacang tanah, jerami, ampas tebu, tongkol jagung, bambu, sekam padi, kertas bekas, kertas saring, dan limbah kapas (Trache et al., 2016). Mikrokristalin selulosa merupakan bahan baku impor yang banyak digunakan sebagai eksipien (bahan tambahan) dalam pembuatan sediaan farmasi (Hening Pratiwi, 2015). Mikrokristalin selulosa adalah bahan tambahan yang penting dalam bidang Farmasi sebagai bahan pengikat dalam pembuatan tablet secara cetak langsung. Mikrokristalin selulosa mempunyai kemampuan pengikatan yang baik, sensitivitas yang baik sebagai pelicin, sensitif sebagai pengikat, dan daya kohesif kuat (Trache et al., 2016; Z Hindi, 2017; Yugatama, 2015). Saat ini hampir 96% bahan baku obat yang digunakan di industri farmasi di Indonesia masih diimpor (Kemenkes RI, 2017). Pemanfaatan limbah kulit jagung sebagai sumber bahan baku mikrokristalin selulosa diharapkan dapat mewujudkan kemandirian obat di dalam negeri.

METODE PENELITIAN

Jenis dan Pendekatan Penelitian

Jenis penelitian ini adalah penelitian kuantitatif dan pendekatan penelitian yang digunakan adalah eksperimen laboratorium, dengan membandingkan karakteristik/spesifikasi kelompok sampel dengan syarat mutu yang telah ditetapkan.

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik, oven, *magnetic stirrer*, *hot plate*, *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR), XRD. Bahan yang digunakan adalah kulit jagung pulut, NaOH, HCl, H₂SO₄, Avicel PH 101, dan aquadest.

Sintesis Mikrokristalin Selulosa

Proses Delignifikasi

Sampel kulit jagung disortasi kering lalu dicuci menggunakan air mengalir untuk selanjutnya dikeringkan. Kulit jagung digiling dan diayak dengan mesh 40. Serbuk kulit jagung sebanyak 100 gram direndam dengan larutan NaOH selama 24 jam. Digunakan variasi konsentrasi NaOH yaitu 7,5%, 10%, 12,5%, 15% dan 17,5%. Setelah 24 jam rendaman disaring, kemudian endapan dicuci dengan air hingga pH air hasil cucian berkisar antara 6-7.

Analisis Kadar Selulosa

Penetapan kadar selulosa dengan menggunakan metode Chesson. Mula-mula ditimbang 1 gram sampel kering (berat a), kemudian ditambahkan 80 ml H₂SO₄ 1 N, lalu dididihkan diatas *hot plate* selama 1 jam. Setelah dididihkan, kemudian didinginkan, disaring, dan residu dicuci sampai netral dengan air panas ±300 ml. Residu yang didapatkan kemudian dikeringkan hingga beratnya konstan pada suhu 105°C dan kemudian ditimbang (berat b). Residu kering ditambahkan 75 ml H₂SO₄ 72% dan didiamkan pada suhu kamar selama 4 jam. Kemudian larutan ditambahkan air 50 ml dan dipanaskan diatas *waterbath* suhu 100°C selama 1 jam. Residu disaring dan dicuci dengan aquadest sampai netral (±400 ml). Residu kemudian dipanaskan dengan oven suhu 105°C sampai beratnya konstan dan ditimbang (berat c). Selanjutnya diabukan dan ditimbang (berat d). Kadar selulosa dinyatakan dalam rumus:

$$\% \text{ Kadar selulosa} = \frac{(c-d)}{a} \times 100\%$$

Proses Hidrolisis

Endapan hasil delignifikasi direndam dalam larutan HCl 2,5 N dan diaduk selama 10 menit hingga terbentuk suspensi, suspensi mikrokristalin selulosa dicuci dengan air hingga air cucian memiliki pH 6-7. Mikrokristalin selulosa dikeringkan pada suhu 50°C dan diayak dengan mesh 100.

Karakterisasi Mikrokrystalin Selulosa

Pengamatan Organoleptis

Pengamatan organoleptis terhadap mikrokrystalin selulosa meliputi bentuk, warna dan bau.

Pengukuran pH

Sebanyak 2 gram serbuk diaduk dengan 100 ml aquadest selama 5 menit dan diukur pHnya dengan pH meter.

Pengukuran Waktu Alir dan Sudut Diam

Granul sebanyak 100 gram dimasukkan ke dalam corong dimana bagian bawah corong ditutup. Waktu alir adalah waktu yang diperlukan oleh granul untuk mengalir mulai dari dibukanya penutup bawah corong sampai habis. Sudut diam diukur dari kerucut yang dibentuk oleh massa granul, dengan rumus:

$$\tan \alpha = \frac{(\text{tinggi kerucut } (h))}{\text{jari-jari kerucut } (r)}$$

Karakterisasi Fourier Transform Infra-Red (FTIR)

Serbuk mikrokrystalin selulosa diperiksa sifat fisikokimianya dengan spektrofotometer FTIR dan ditentukan puncak dan korelasinya dengan gugus-gugus standar.

Karakterisasi X-Ray Diffraction (XRD)

Karakterisasi XRD didalam penelitian ini dilakukan dengan 2θ yang berkisar antara $0-90^\circ$ (Steven et al., 2014).

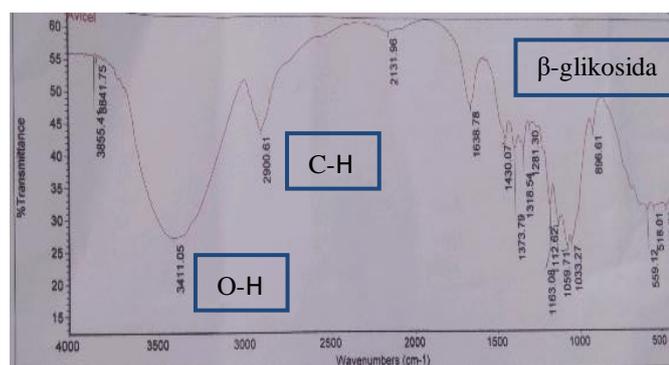
HASIL PENELITIAN

Tabel 1. Hasil analisis kadar selulosa

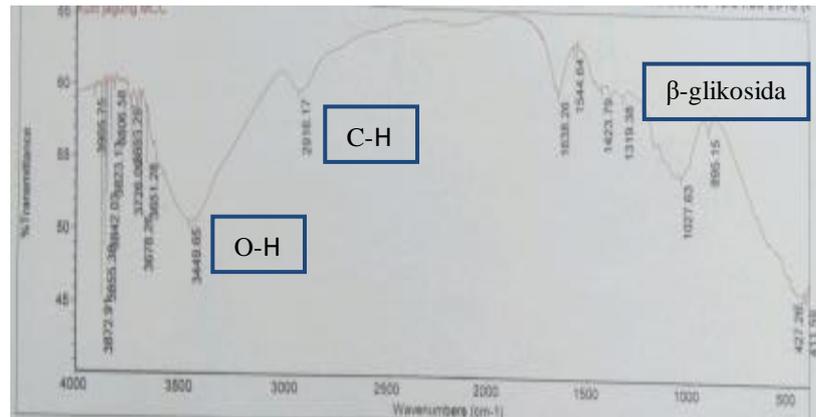
No	Konsentrasi NaOH (%)	Kadar Selulosa
1	7,5	20,9 %
2	10	26,2 %
3	12,5	32 %
4	15	39,5 %
5	17,5	37,4 %

Tabel 2. Hasil pengamatan karakteristik mikrokrystalin selulosa

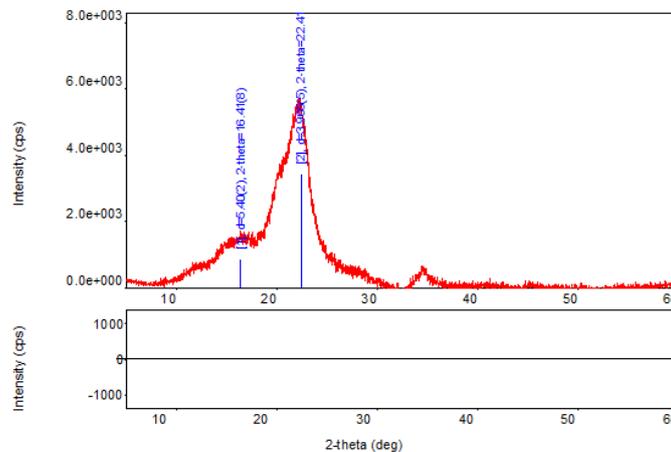
No	Karakteristik	Hasil
1.	Organoleptis (warna, bentuk, bau)	Putih, serbuk halus, tidak berbau
1.	pH	7,0
2.	Waktu alir	0,3 g/detik
3.	Sudut diam	54°
4	Kristalinitas	79%



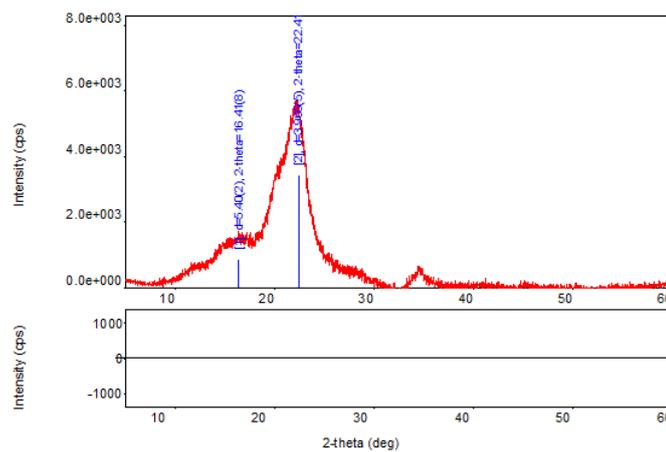
Gambar 1. Hasil FTIR Mikrokrystalin Selulosa dari Kulit



Gambar 2. Hasil FTIR Mikrokrystalin Selulosa Komersil (Avicel PH 101)



Gambar 3. Hasil XRD Mikrokrystalin Selulosa dari Kulit Jagung Pulut



Gambar 3. Hasil XRD Mikrokrystalin Selulosa Komersil (Avicel PH 101)

DISKUSI

Pembuatan mikrokrystalin selulosa dimulai dengan melakukan ekstraksi selulosa dari kulit jagung melalui proses delignifikasi. Proses ini dilakukan dengan menggunakan larutan basa, yaitu NaOH. Penggunaan pelarut alkali kuat dalam melarutkan selulosa dapat menghasilkan selulosa yang hampir murni yang disebut α-selulosa. Semakin tinggi kadar α-selulosa yang

diperoleh maka semakin tinggi tingkat kemurnian mikrokristalin selulosa yang dihasilkan. Proses delignifikasi bertujuan untuk menghilangkan lignin pada kulit jagung. Adanya struktur lignin yang masih terdapat pada sampel dapat menghambat penetrasi asam pada proses hidrolisis. Struktur lignin dapat dirusak dengan menggunakan larutan ini pada bagian kristalin dan amorf, serta dapat memisahkan sebagian hemiselulosa. Padatan selulosa dan hemiselulosa kemudian dipisahkan dari larutan lignin dengan filtrasi menggunakan kain saring, lalu dicuci menggunakan akuades hingga pH netral untuk membersihkan larutan NaOH yang masih menempel pada sampel (Coniwanti, 2015; Prasetya Jemmy A. et al., 2016).

Pada proses delignifikasi digunakan larutan NaOH pada berbagai konsentrasi (7,5%, 10%, 12,5%, 15% dan 17,5%) untuk menentukan konsentrasi optimum yang dapat menghasilkan kadar selulosa tertinggi dari kulit jagung. Dari hasil yang diperoleh (tabel 1) memperlihatkan bahwa seiring dengan bertambahnya konsentrasi larutan NaOH yaitu 7,5% hingga 15%, terjadi peningkatan kadar selulosa, tetapi kemudian terjadi penurunan kadar selulosa pada konsentrasi selanjutnya yaitu 17,5%. Hal ini dapat disebabkan karena pemakaian konsentrasi NaOH yang tinggi dapat mengakibatkan hancurnya kisi selulosa akibat pengembangan yang terlalu kuat (Sumada et al., 2011).

Kadar selulosa yang optimal pada proses delignifikasi diperoleh pada pemakaian larutan NaOH 15% yaitu sebesar 39,5%. Selulosa inilah yang selanjutnya digunakan untuk tahap selanjutnya untuk dihidrolisis dengan menggunakan HCl 2,5 N. Selama proses hidrolisis terjadi pemisahan secara parsial pada penyusun mikrofibril selulosa dimana bentuk amorf akan putus dan meninggalkan bentuk kristalin sehingga dihasilkan mikrokristalin selulosa (Widia & Wathoni, 2014).

Mikrokristalin selulosa yang diperoleh selanjutnya dikarakterisasi (dapat dilihat pada tabel 2) meliputi organoleptis, pH, waktu alir dan sudut diam, FTIR, dan XRD. Hasil pengamatan organoleptis memperlihatkan bahwa mikrokristalin dari kulit jagung memiliki bentuk berupa serbuk halus, berwarna putih dan tidak berbau. Mikrokristalin selulosa dari kulit jagung memiliki pH 7,0. Pengujian waktu alir dan sudut diam dilakukan untuk mengukur kemampuan alir hubungannya dengan kohesi antarpartikel. Hasil pengujian memperlihatkan bahwa mikrokristalin selulosa dari kulit jagung memiliki waktu alir 0,3 g/detik (sangat kohesif), dan sudut diam 54° (aliran buruk). Hal ini sesuai dengan karakteristik mikrokristalin selulosa yang tertera pada literatur (Raymond C. Rowe, 2012). Mikrokristalin selulosa banyak digunakan dalam pembuatan tablet dengan metode granulasi basah dan kempa langsung karena berfungsi sebagai pengisi, pengikat, dan sekaligus penghancur, serta memiliki daya kohesif yang kuat (Sumaiyah et al., 2016; Trache et al., 2016; Z Hindi, 2017; Hening Pratiwi, 2015).

Hasil pemeriksaan FTIR (gambar 1 dan 2) memperlihatkan spektrum IR mikrokristalin selulosa dari kulit jagung terletak pada bilangan gelombang yang mirip dengan Avicel PH-101. Hasil spektrum dengan pita serapan selulosa pada panjang gelombang 3500-3250 cm^{-1} mengindikasikan adanya ikatan -OH dari α -selulosa. Pada pita serapan 2905-2901 cm^{-1} menunjukkan adanya C-H alifatik yang menguatkan adanya α -selulosa. Pita serapan 899-670 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C-O-C dan 800-900 cm^{-1} menunjukkan ikatan glikosidik yang merupakan karakteristik dari mikrokristalin selulosa (Kharismi et al., 2018).

Hasil pemeriksaan XRD memperlihatkan derajat kristalinitas dari suatu sampel. Mikrokristalin selulosa merupakan serbuk yang disusun atas dua fasa yaitu amorf dan kristal dengan kemurnian dan kristalinitas yang tinggi yaitu sebesar 55%-85% (Steven et al., 2014). Hasil pemeriksaan XRD mikrokristalin selulosa dari kulit jagung memperlihatkan puncak tajam pada 2θ yaitu 22,41° (fase kristal) dan puncak yang lebar pada 2θ yaitu 16,41° (fase amorf) (Kharismi et al., 2018). Hasil ini memiliki kemiripan dengan Avicel PH-101, dapat dilihat pada gambar 3 dan 4. Berdasarkan hasil pemeriksaan XRD mikrokristalin selulosa kulit jagung memiliki kristalinitas yang tinggi yaitu sebesar 79%.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang dilakukan dapat disimpulkan bahwa mikrokristalin selulosa yang disintesis dari kulit jagung pulut memiliki karakteristik berupa serbuk halus, berwarna putih dan tidak berbau, pH 7,0, waktu alir 0,3 g/detik, sudut diam 54°, analisis FTIR memperlihatkan puncak khas selulosa yaitu 3411,05 untuk O-H dan 2900,61 untuk C-H, dengan derajat kristalinitas 79%.

DAFTAR PUSTAKA

- Coniwanti, P. (2015). Pembuatan Natrium Karboksimetil Selulosa (Na-CMC) dari Selulosa Limbah Kulit Kacang (*Arachis hypogea* L.). *Jurnal Teknik Kimia*, 21(4), 57–64.
- Faesar, F. (2013). Pengolahan limbah tanaman jagung untuk pakan ternak sapi potong. *Seminar Nasional Inovasi Teknologi Pertanian*, 19, 181–190.
- Fagbemi, T. K., Fagbemi, O. D., Otitoju, O., Mgbachiuzor, E., & Igwe, C. C. (2014). Pulp and paper-making potential of corn husk. *International Journal of AgriScience*, 4(44), 209–213.
- Hening Pratiwi, L. I. A. Y. L. M. (2015). Uji Karakteristik Mikrokristalin Selulosa dari Nata De Soya sebagai Eksipien Tablet. *Farmasains*, 2(6), 269–274.
- Kharismi, R. R. A. Y., Sutriyo, & Suryadi, H. (2018). Preparation and characterization of microcrystalline cellulose produced from betung bamboo (*dendrocalamus asper*) through acid hydrolysis. *Journal of Young Pharmacists*, 10(2), s79–s83. <https://doi.org/10.5530/jyp.2018.2s.15>
- Maruapey, A. (2012). Produksi Produksi Berbagai Jagung Pulut. *Jurnal Ilmiah Agribisnis Dan Perikanan*, 5(2), 33–45.
- Prasetya Jemmy A., I., Dewantara Putra, , Permata Sari Arsana, D., & Merlina Prabayanti, N. (2016). Studi Karakteristik Farmasetis Mikrokristalin Selulosa dari Jerami Padi Varietas Lokal Bali. *Indonesian Journal of Materials Science*, 17(3).
- Raymond C. Rowe, et al. (2012). *Handbook of Pharmaceutical Excipients* (7th ed.). Pharmaceutical Press.
- RI, D. K. dan A. K. (2017). *Fasilitas Pengembangan dan Peningkatan Kapasitas Produksi Bahan Baku Obat dan Bahan Baku Obat Tradisional*. 12.
- Statistik, B. P. (2020). *No Title*. <https://www.bps.go.id/linkTableDinamis/view/id/868>
- Steven, . M., & Suratman, R. (2014). PEMBUATAN MIKROKRISTALIN SELULOSA ROTAN MANAU (*Calamus manan* sp.) SERTA KARAKTERISASINYA. *Jurnal Selulosa*, 4(02), 89–96. <https://doi.org/10.25269/jsel.v4i02.84>
- Suarni, S., Aqil, M., & Subagio, H. (2019). POTENSI PENGEMBANGAN JAGUNG PULUT MENDUKUNG DIVERSIFIKASI PANGAN / Potency of Waxy Corn Development to Support Food Diversification. *Jurnal Penelitian Dan Pengembangan Pertanian*, 38(1), 1. <https://doi.org/10.21082/jp3.v38n1.2019.p1-12>
- Sumada, K., Erka Tamara, P., & Alqani, F. (2011). Kajian Proses Isolasi A -Selulosa Dari Limbah Batang Tanaman Manihot Esculenta Crantz Yang Efisien. *Jurnal Teknik Kimia*, 5(2), 434–438.
- Sumaiyah, Wirjosentono, B., & Karsono. (2016). Utilization of microcrystalline cellulose of sugar palm bunches (*Arengapinnata* (wurmb) merr.) as excipients tablet direct compression. *International Journal of PharmTech Research*, 9(7), 130–139.
- Trache, D., Hussin, M. H., Hui Chuin, C. T., Sabar, S., Fazita, M. R. N., Taiwo, O. F. A., Hassan, T. M., & Haafiz, M. K. M. (2016). Microcrystalline cellulose: Isolation, characterization and bio-composites application—A review. *International Journal of Biological Macromolecules*, 93, 789–804. <https://doi.org/10.1016/j.ijbiomac.2016.09.056>
- Uwaezuoke, O. J., Bamiro, O. A., Ngwuluka, N. C., Ajalla, O. T., & Okinbaloye, A. O. (2014). Comparative evaluation of the disintegrant properties of rice husk cellulose, corn starch and Avicel® in metronidazole tablet formulation. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 4(12), 112–117. <https://doi.org/10.7324/JAPS.2014.41219>
- Widia, I., & Wathoni, N. (2014). Review artikel selulosa mikrokristal: isolasi, karakterisasi dan

- aplikasi dalam bidang farmasetik. *Jurnal Farmaka*, 15(2), 127-143.
- Z Hindi, S. S. (2017). Microcrystalline Cellulose: The Inexhaustible Treasure for Pharmaceutical Industry. *Nanoscience and Nanotechnology Research*, 4(1), 17-24. <https://doi.org/10.12691/nnr-4-1-3>