

## KARAKTERISASI Na-CMC HASIL SINTESIS DARI TANAMAN ECENG GONDOK MENGGUNAKAN ASAM SUKSINAT SEBAGAI PENGIKAT SILANG

Fenadya Rahayu Agustriono, Ida Musfiroh

Program Studi Profesi Apoteker, Fakultas Farmasi Universitas Padjadjaran  
Jl. Raya Bandung Sumedang km 21 Jatinangor 45363  
[Fenadyarahayu17@gmail.com](mailto:Fenadyarahayu17@gmail.com)

### ABSTRAK

Eceng gondok (*Eichhornia crassipes* (Mart.) Solms.) merupakan gulma perairan yang keberadaannya melimpah dan memiliki kandungan selulosa tinggi yang membuat tanaman ini berpotensi digunakan sebagai bahan baku pembuatan natrium karboksimetil selulosa (Na-CMC). Tujuan penelitian ini adalah untuk mengetahui karakteristik Na-CMC yang disintesis dari selulosa eceng gondok dengan tiga jenis pelarut berbeda yaitu isopropil alkohol, isobutil alkohol, dan pelarut campuran isobutil alkohol-isopropil alkohol (1:4) serta mengetahui karakteristik Na-CMC hasil sintesis dari selulosa eceng gondok yang dicrosslink dengan asam suksinat. Penelitian ini meliputi isolasi  $\alpha$ -selulosa, sintesis Na-CMC melalui tahap alkalisasi dan karboksimetilasi, proses ikat silang Na-CMC dengan *crosslinker* asam suksinat dan karakterisasi Na-CMC berdasarkan Farmakope Indonesia, SNI, dan JECFA. Karakterisasi yang dilakukan meliputi pemerian, kelarutan, *foam test*, uji pengendapan, pH, dan susut pengeringan. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa Na-CMC hasil sintesis memenuhi seluruh persyaratan. Kata kunci: Sintesis, eceng gondok, pelarut campuran, Na-CMC, asam suksinat

### ABSTRACT

*Water hyacinth (Eichhornia crassipes (Mart.) Solms.) is an aquatic weed which has high cellulose content so it could potentially be used as raw material for Na-CMC synthesis. This study aimed to determine the characteristics of Na-CMC synthesized by isopropyl alcohol, isobutyl alcohol, and mixture solvent of isobutyl alcohol-isopropyl alcohol (1:4) and characteristics of Na-CMC crosslinked by succinic acid. This study involved isolating  $\alpha$ -cellulose, synthesis of Na-CMC through alkalization and carboxymethylation, crosslinking Na-CMC by succinic acid and characterization of Na-CMC based on Pharmacopoeia Indonesia, SNI and JECFA. The results showed that Na-CMC synthesis product has met all the requirements.*

*Keywords: Synthesis, water hyacinth, mixture solvent, Na-CMC, succinic acid.*

### PENDAHULUAN

Natrium karboksimetil selulosa (Na-CMC) merupakan salah satu senyawa turunan karboksimetil selulosa (CMC) yang populer dan banyak digunakan. Dalam

dunia farmasi, Na-CMC digunakan untuk bahan penyalut, bahan pengikat dan penghancur pada tablet, agen pensuspensi, serta stabilisator. Selain itu, Na-CMC merupakan pilihan utama untuk formulasi sediaan topikal dan sediaan oral karena

sifatnya yang dapat meningkatkan viskositas (Rowe *et al.*, 2009). Berdasarkan kegunaannya ini, Na-CMC menjadi senyawa yang diminati dan banyak diteliti.

Sintesis Na-CMC telah dipelajari sejak bertahun-tahun yang lalu. Sintesis Na-CMC dengan memanfaatkan limbah-limbah pun terus dikembangkan. Pada awalnya, Na-CMC banyak disintesis dari selulosa kayu. Hal ini disebabkan kandungan selulosa pada kayu biasanya cukup tinggi, yaitu sekitar 42-47% (Dumanauw, 1990). Namun, tak hanya dari kayu, sekarang ini telah banyak dikembangkan sintesis Na-CMC berbahan dasar bukan kayu, melainkan limbah-limbah agrikultural seperti eceng gondok.

Eceng gondok merupakan gulma air yang telah populer paling merepotkan karena mudah sekali tumbuh dan berkembang (Ndimele *et al.*, 2011). Namun, eceng gondok ternyata mempunyai kandungan selulosa cukup tinggi yakni 66,87% (Musfiroh *et al.*, 2013). Selain itu, pemanfaatan tanaman ini belum maksimal sehingga tanaman ini sangat potensial untuk dijadikan bahan baku dalam sintesis Na-CMC.

Penelitian yang dilakukan oleh Pitaloka dkk. (2015) melaporkan bahwa penggunaan pelarut campuran isobutil alkohol-isopropil alkohol dapat memperbaiki karakter serbuk Na-CMC yang dihasilkan. Selain itu, karakter Na-

CMC juga dapat diperbaiki dengan menggunakan agen pengikat silang (*crosslinker*). Hashem *et al.* (2013) menggunakan asam suksinat, asam malat dan asam sitrat sebagai *crosslinker* dalam sintesis Na-CMC dan dilaporkan bahwa asam suksinat memiliki hasil yang paling maksimal diantara ketiganya. Oleh karena itu, pada penelitian ini akan dilakukan pengembangan metode sintesis Na-CMC dari tanaman eceng gondok dengan menggunakan pelarut campuran isobutil alkohol-isopropil alkohol dan asam suksinat sebagai *crosslinker*.

## **BAHAN DAN METODE**

### **Bahan**

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah eceng gondok yang diperoleh dari Lembang, Jawa Barat, aquades, natrium hidroksida (NaOH) (Bratachem), natrium hipoklorit (NaOCl) (Bratachem), isopropil alkohol (Bratachem), natrium monokloroasetat (NaCH<sub>2</sub>COOCl) (Sigma Aldrich), metanol (Bratachem), etanol (Bratachem), asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH) (Merck), isobutil alkohol (Merck), barium klorida (Merck), dan asam suksinat (Merck).

### **Preparasi Bahan Baku Eceng Gondok**

Bahan baku eceng gondok dibersihkan, dipotong-potong menjadi bagian-bagian kecil dan dikeringkan

dengan cara dijemur di bawah sinar matahari selama 5-7 hari kemudian dihancurkan hingga menjadi serbuk kasar. Serbuk eceng gondok dikeringkan kembali menggunakan oven pada suhu 95°C selama 12 jam. Setelah itu, dilakukan pengayakan dengan menggunakan ayakan *mesh* 50.

### **Isolasi $\alpha$ -Selulosa dari Eceng Gondok**

Serbuk eceng gondok dididihkan dalam air panas kemudian disaring dan dipisahkan bagian yang larut dan tidak larut. Bagian yang tidak larut dididihkan dengan natrium hidroksida (NaOH) 30% selama 1 jam dan dipisahkan lagi dengan cara penyaringan. Residu yang diperoleh dicuci dengan akuades sampai pH 6-7. Residu yang sudah bersih dimasukkan ke dalam gelas kimia dan ditambahkan larutan pemutih natrium hipoklorit (NaOCl), kemudian diaduk rata. Hasilnya dibiarkan selama 4 jam pada suhu kamar. Residu disaring dan dicuci dengan akuades sampai bau klorin hilang dan dikeringkan pada oven 50°C. Residu yang diperoleh disebut sebagai  $\alpha$ -selulosa.

### **Sintesis Natrium Karboksimetil Selulosa (Na-CMC)**

Selulosa eceng gondok disuspensikan dalam tiga jenis pelarut berbeda, yaitu isopropil alkohol, isobutil alkohol, dan pelarut campuran isopropil alkohol- isobutil alkohol (4:1) dengan pengaduk mekanik pada temperatur ruang

kemudian pada masing-masing suspensi ditambahkan NaOH 40%. Campuran diaduk selama 90 menit, kemudian dilakukan penambahan 5 gram natrium monokloroasetat (ClCH<sub>2</sub>COONa) secara perlahan-lahan selama 30 menit dan temperatur diatur pada suhu 55°C selama 3,5 jam. Metanol 70% dan asam asetat 90% ditambahkan ke dalam reaktor setelah 3,5 jam. Na-CMC didapatkan dengan menyaring residu sebanyak 6 kali dengan etanol dan dicuci kembali dengan metanol murni. Na-CMC yang didapatkan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 60°C (Latif *et al.*, 2007).

### **Crosslinking Na-CMC dengan Asam Suksinat**

Sebanyak 3 g Na-CMC hasil sintesis ditambahkan 1,5 g asam suksinat dan dilarutkan dalam 20 mL akuades sambil diaduk terus-menerus hingga menghasilkan campuran yang homogen. Campuran yang terbentuk kemudian dituang ke atas teflon, dikeringkan di dalam oven pada suhu 55 °C hingga kering dan selanjutnya diblender hingga halus.

### **Karakterisasi Na-CMC**

Karakterisasi Na-CMC hasil sintesis dan *crosslinking* dilakukan menurut SNI 06-3736-1995 mengenai cara uji natrium karboksimetil selulosa teknis, *The Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives* (JECFA), dan Farmakope

Indonesia. Pemeriksaan karakteristik Na-CMC yang dilakukan meliputi pemeriksaan organoleptis, kelarutan, *foam test*, pembentukan endapan, pH, dan susut pengeringan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Isolasi $\alpha$ -selulosa dari Eceng Gondok

Isolasi  $\alpha$ -selulosa dari eceng gondok dilakukan dengan tiga tahap, yaitu pre-hidrolisis, proses delignifikasi menggunakan natrium hidroksida (NaOH) 30%, kemudian dilanjutkan proses pemutihan (*bleaching*) menggunakan natrium hipoklorit (NaOCl). Rata-rata rendemen hasil isolasi  $\alpha$ -selulosa dari eceng gondok yang diperoleh dari Lembang, Jawa Barat, sebesar 19,87% dari 40 gram simplisia eceng gondok.

### Sintesis Natrium Karboksimetil Selulosa (Na-CMC)

Sintesis Na-CMC terdiri dari dua tahapan reaksi, yaitu alkalisasi dan karboksimetilasi. Pelarut yang digunakan meliputi isopropil alkohol, isobutil alkohol, dan pelarut campuran isopropil alkohol-isobutil alkohol (4:1). Pelarut yang digunakan merupakan pelarut dengan kepolaran yang berbeda. Pelarut dengan polaritas yang relatif kecil dapat meningkatkan laju reaksi pembentukan Na-CMC (Pitaloka *et al.*, 2015).

Konsentrasi NaOH dan jumlah natrium monokloroasetat yang digunakan pada proses sintesis Na-CMC berpengaruh pada kualitas Na-CMC yang akan dihasilkan. Konsentrasi NaOH yang terlalu rendah pada proses alkalisasi akan membatasi konversi selulosa menjadi alkali selulosa yang selanjutnya berpengaruh pada proses karboksimetilasi. Namun, konsentrasi NaOH yang terlalu tinggi dapat pula menyebabkan Na-CMC yang terbentuk terdegradasi oleh NaOH yang berlebihan. NaOH juga dapat bereaksi dengan natrium monokloroasetat dan meningkatkan pembentukan produk samping natrium glikolat dan natrium klorida. Semakin banyak jumlah natrium monokloroasetat yang digunakan akan menyebabkan semakin banyak pula gugus fungsi dalam Na-CMC yang tersubstitusi dengan gugus karboksimetil (Ismail *et al.*, 2010).

Rendemen Na-CMC yang dihasilkan dengan pelarut isopropil alkohol, isobutil alkohol dan campuran isopropil alkohol-isobutil alkohol berturut-turut adalah 111,97%, 83,35% dan 100,6%. Hasil rendemen terkecil yang diperoleh adalah rendemen Na-CMC hasil sintesis dengan pelarut isobutil alkohol. Hal ini disebabkan karena faktor sterik dari isobutil alkohol yang memiliki tiga gugus metil pada karbon primer (Pitaloka *et al.*, 2013).

### ***Crosslinking* Na-CMC dari Selulosa Eceng Gondok dengan Asam Suksinat**

Reaksi *crosslinking* antara Na-CMC dan asam suksinat menghasilkan suatu senyawa ester yang terbentuk antara gugus hidroksil yang dimiliki oleh polimer-polimer Na-CMC dengan dua buah gugus karboksilat pada asam suksinat. Rendemen hasil *crosslinking* Na-CMC dengan pelarut isopropil alkohol, isobutil alkohol dan campuran isopropil alkohol-isobutil alkohol berturut-turut adalah 114,3%, 131,57%, dan 120,06%. Seluruh Na-CMC hasil *crosslink* memiliki rendemen di atas 100%. Hal ini menunjukkan bahwa Na-CMC telah *tercrosslink* dengan asam suksinat sehingga

terjadi penambahan massa dari massa awal Na-CMC.

### **Karakterisasi Na-CMC**

Karakterisasi serbuk Na-CMC lain yang diuji adalah organoleptis, kelarutan dalam air dan alkohol, *foam test*, pengendapan dengan BaCl<sub>2</sub>, pH, dan susut pengeringan. Karakteristik Na-CMC yang disintesis dari selulosa eceng gondok dengan pelarut isopropil alkohol, isobutil alkohol, dan pelarut campuran isopropil alkohol-isobutil alkohol (4:1) dan *crosslinker* asam suksinat memenuhi persyaratan Na-CMC sebagai eksipien farmasi berdasarkan Farmakope Indonesia edisi IV, SNI, dan JECFA. Hasil karakterisasi Na-CMC dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil pengujian kualitas serbuk Na-CMC

Parameter	Syarat FI/JECFA/SNI	Na-CMC						
		Baku	P	B	M	SP	SB	SM
Warna	Putih sampai krem	Putih	Putih	Putih	Putih	Putih-krem	Putih-krem	Putih-krem
Bau	Tidak berbau atau hampir tidak berbau	Hampir tidak berbau	Hampir tidak berbau	Hampir tidak berbau				
Rasa	Tidak berasa	Tidak berasa	Tidak berasa	Tidak berasa	Tidak berasa	Tidak berasa	Tidak berasa	Tidak berasa
Kelarutan dalam air	Terdisi	Terdisi	Terdisi	Terdisi	Terdisi	Terdisi	Terdisi	Terdisi
Kelarutan dalam etanol	Mengendap	Mengendap	Mengendap	Mengendap	Mengendap	Mengendap	Mengendap	Mengendap
<i>Foam test</i>	-	-	-	-	-	-	-	-
Pengendapan	+	+	+	+	+	+	+	+
pH	6,0-8,0	6,73	6,61	6,71	6,66	6,28	6,6	6,44
Susut pengecilan	<10%	8,52	8,58	7,88	7,5	8,72	8,34	9,24

Keterangan:

P = Na-CMC hasil sintesis dengan pelarut isopropil alkohol

B = Na-CMC hasil sintesis dengan pelarut isobutil alkohol

M = Na-CMC hasil sintesis dengan pelarut campuran

SP = Na-CMC hasil *crosslinking* menggunakan asam suksinat dgn pelarut isopropil alkohol

SB = Na-CMC hasil *crosslinking* menggunakan asam suksinat dgn pelarut isobutil alkohol

SM = Na-CMC hasil *crosslinking* menggunakan asam suksinat dgn pelarut campuran

(-) = tidak terbentuk busa (negatif)

(+) = terbentuk endapan (positif)

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis ingin menyampaikan ucapan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu baik secara moril maupun materil dalam menyelesaikan artikel ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- 1 Rowe, R.C., P.J. Sheskey, and M.E. Quinn. 2009. Handbook of Pharmaceutical Excipients. 6<sup>th</sup> Edition. Pharmaceutical Press. London.
- 2 Dumanauw, J. F. 1990. Mengenal Kayu. Kanisius. Yogyakarta.
- 3 Ndimele, P.E., C.A. Kumolu-Johnson and M.A. Anetekhai. 2011. The invasive aquatic macrophyte, Water Hyacinth (*Eichhornia crassipes* (Mart.) Solm-Laubach: Pontedericeae}: problems and prospects. Research Journal of Environmental Sciences. 5 (6): 509-520.
- 4 Musfiroh, I., A.N. Hasanah, dan I. Budiman. 2013. The optimization of sodium carboxymethyl Cellulose (Na-CMC) synthesized from Water Hyacinth (*Eichhornia crassipes* (Mart.) Solm) cellulose. RJPBCS. 4 (4): 1092-1099.
- 5 Pitaloka, A.B., N.A. Hidayah, A.H. Saputra, dan M. Nasikin. 2015. Pembuatan CMC dari selulosa eceng gondok dengan media campuran larutan isopropanol-isobutanol untuk mendapatkan viskositas dan kemurnian tinggi. Jurnal Integrasi Proses. 5 (2): 108-114.
- 6 Hashem, M., S. Sharaf, M. M. A. El-Hady, and A. Hebeish. 2013. Synthesis and Characterization of Novel Carboxymethylcellulose Hydrogels and Carboxymethylcellulose-hydrogel-ZnO-nanocomposites. *Carbohydrate Polymers.* 95 : 421-427.
- 7 Latif, A., T. Anwar, dan S. Noor. 2007. Two-Step Synthesis and Characterization of Carboxymethylcellulose from Rayon Grade Wood Pulp and Cotton Linter. *Jour. Chem. Soc.Pak.* 29 (2): 143-150.
- 8 Ismail, N.M, A. Bono, A.C.R Valintinus, S. Nilus, and L.M. Chng. 2010. Optimization of Reaction Conditions for Preparing Carboxymethylcellulose. *Journal of Applied Sciences.* 10 (21): 2530-2536.
- 9 Standar Nasional Indonesia. 1995. *Cara Uji Natrium Karboksi Metil Selulosa Teknis* (SNI 06-3736-1995). Jakarta: Badan Standardisasi Nasional.
- 10 The Joint Expert Committee FAO/WHO on Food Additives. 2000. Sodium Carboxymethyl Cellulose. Available at <http://www.fao.org/ag/agn/jecfa-additives/specs/Monograph1/additive-396-m1.pdf> [11 Mei 2017].
- 11 Depkes RI. 1995. *Farmakope Indonesia*. Edisi IV. Departemen Kesehatan RI. Jakarta.