



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**KARAKTERISASI PRAGELATINISASI PATI SINGKONG  
FOSFAT YANG DIBUAT DENGAN MENGGUNAKAN  
NATRIUM TRIPOLIFOSFAT SEBAGAI EKSIPIEN DALAM  
SEDIAAN FARMASI**

**SKRIPSI**

**YULIANA  
0706265094**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM SARJANA FARMASI  
DEPOK  
JULI 2011**



**UNIVERSITAS INDONESIA**

**KARAKTERISASI PRAGELATINISASI PATI SINGKONG  
FOSFAT YANG DIBUAT DENGAN MENGGUNAKAN  
NATRIUM TRIPOLIFOSFAT SEBAGAI EKSIPIEN DALAM  
SEDIAAN FARMASI**

**SKRIPSI**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar  
Sarjana Farmasi**

**YULIANA  
0706265094**

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM SARJANA FARMASI  
DEPOK  
JULI 2011**

ii

## HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS

Skripsi ini adalah hasil karya saya sendiri,  
dan semua sumber baik yang dikutip maupun dirujuk  
telah saya nyatakan dengan benar.

Nama : Yuliana  
NPM : 0706265094  
Tanda Tangan :   
Tanggal : 11 Juli 2011

## HALAMAN PENGESAHAN

Skripsi ini diajukan oleh :

Nama : Yuliana  
NPM : 0706265094  
Program Studi : Farmasi  
Judul Skripsi : Karakterisasi Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat  
yang Dibuat dengan Menggunakan Natrium  
Tripolifosfat sebagai Eksipien dalam Sediaan Farmasi

Telah berhasil dipertahankan di hadapan Dewan Penguji dan diterima sebagai bagian persyaratan yang diperlukan untuk memperoleh gelar Sarjana Farmasi pada Program Studi Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Indonesia

### DEWAN PENGUJI

Pembimbing I : Prof. Dr. Effionora Anwar, MS., Apt. (.....)

Pembimbing II : Dr. Arry Yanuar, M.Si., Apt. (.....)

Penguji I : Dr. Silvia Surini, M.Pharm.Sc., Apt. (.....)

Penguji II : Dra. Juheini Amin, M.Si., Apt. (.....)

Penguji III : Dr. Nelly D. Leswara, M.Sc., Apt. (.....)

Ditetapkan di : Depok  
Tanggal : 11 Juli 2011

## KATA PENGANTAR

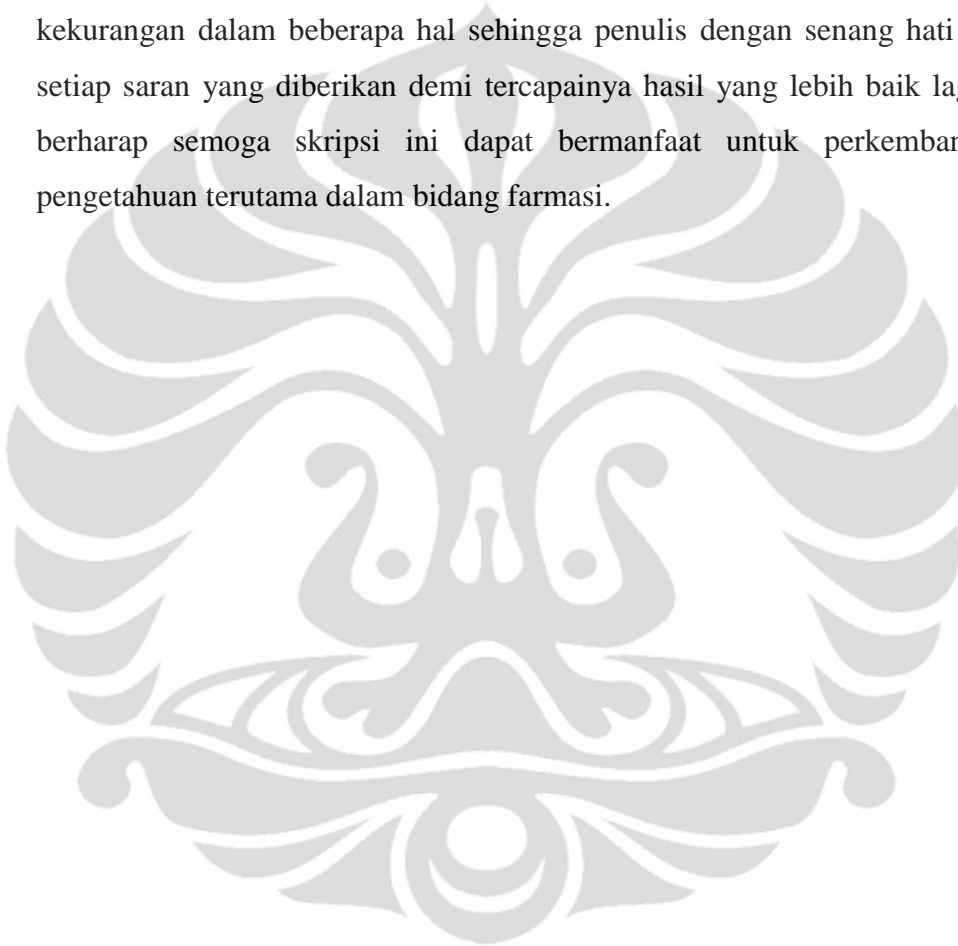
Puji dan syukur kepada Tuhan Yesus Kristus, atas berkat, kasih karunia, pertolongan dan penyertaan yang tiada berhenti sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi ini dengan baik.

Pada kesempatan ini, penulis ingin menyampaikan terima kasih kepada :

1. Ibu Prof. Dr. Effionora Anwar, MS., Apt., selaku pembimbing pertama dan yang telah banyak meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk memberikan bimbingan, petunjuk, saran, perhatian dan nasehat yang berguna selama penelitian dan penyusunan skripsi ini
2. Bapak Dr. Arry Yanuar, M.Si., Apt., selaku pembimbing kedua yang juga telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk memberikan bimbingan, petunjuk, saran dan nasehat yang berguna selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
3. Bapak Dr. Harmita, Apt., selaku pembimbing akademis yang telah memberikan banyak perhatian, saran, bimbingan dan nasehat yang bermanfaat dari awal perkuliahan, penelitian dan sampai penyusunan skripsi ini.
4. Ibu Prof. Dr. Yahdiana Harahap, MS., Apt., selaku Ketua Departemen Farmasi FMIPA UI yang telah memberikan kesempatan untuk melakukan penelitian dan penyusunan skripsi ini.
5. Seluruh dosen/staf pengajar Departemen Farmasi FMIPA UI atas segala ilmu pengetahuan dan didikannya selama ini.
6. Seluruh laboran dan karyawan Departemen Farmasi FMIPA UI atas seluruh waktu dan bantuannya, terutama selama proses penelitian.
7. Papa, Mama, dan adik atas segala doa, kasih sayang, perhatian, nasehat dan dukungan baik moral maupun materi yang tiada henti selama masa perkuliahan, pengerjaan penelitian dan penyusunan skripsi ini.
8. Yuhendi, S.Farm., Apt., sebagai kekasih, yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran serta senantiasa setia memberikan kasih sayang, motivasi, doa dan bantuan materi selama masa perkuliahan, penelitian dan penyusunan skripsi ini.

9. Seluruh teman-teman Farmasi UI dan semua pihak yang tidak dapat disebutkan satu per satu, yang telah memberikan dukungannya selama penelitian dan penulisan skripsi ini.

Semoga Tuhan Yesus Kristus membalas semua kebaikan segala pihak yang telah membantu dalam penelitian dan penyusunan skripsi ini. Penulis menyadari bahwa penelitian dan penyusunan skripsi ini masih terdapat kekurangan dalam beberapa hal sehingga penulis dengan senang hati menerima setiap saran yang diberikan demi tercapainya hasil yang lebih baik lagi. Penulis berharap semoga skripsi ini dapat bermanfaat untuk perkembangan ilmu pengetahuan terutama dalam bidang farmasi.



**Penulis**

2011

**HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI  
KARYA ILMIAH UNTUK KEPENTINGAN AKADEMIS**

---

Sebagai sivitas akademik Universitas Indonesia, saya yang bertanda tangan di bawah ini :

Nama : Yuliana  
NPM : 0706265094  
Program Studi : Farmasi  
Departemen : Farmasi  
Fakultas : Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Jenis Karya : Skripsi

demi pengembangan ilmu pengetahuan, menyetujui untuk memberikan kepada Universitas Indonesia Hak Bebas Royalti Noneksklusif (*Non-exclusive Royalti Free Right*) atas karya ilmiah saya yang berjudul :

Karakterisasi Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat yang Dibuat dengan Menggunakan Natrium Tripolifosfat sebagai Eksipien dalam Sediaan Farmasi beserta perangkat yang ada (jika diperlukan). Dengan Hak Bebas Royalti Noneksklusif ini Universitas Indonesia berhak menyimpan, mengalihmedia/format-kan, mengelola dalam bentuk pangkalan data (database), merawat, dan memublikasikan tugas akhir saya selama tetap mencatumkan nama saya sebagai penulis/pencipta dan sebagai pemilik Hak Cipta.

Demikian pernyataan ini saya buat dengan sebenarnya.

Dibuat di : Depok

Pada tanggal : 11 Juli 2011

Yang menyatakan



(Yuliana)

## ABSTRAK

Nama : Yuliana  
Program Studi: Farmasi  
Judul : Karakterisasi Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat yang Dibuat dengan Menggunakan Natrium Tripolifosfat sebagai Eksipien dalam Sediaan Farmasi

Prigelatinisasi pati singkong fosfat (PPSF) adalah hasil modifikasi fisik dan kimia dari pati singkong. Pati singkong dimodifikasi menjadi prigelatinisasi pati singkong (PPS). PPS dapat mengalami retrogradasi yang akan menyebabkan terjadinya sineresis sehingga PPS perlu dimodifikasi secara kimia. Pada penelitian ini, PPS dimodifikasi kimia dengan pereaksi natrium tripolifosfat, dengan konsentrasi 5% (b/b) dan pH 9-10, selanjutnya dikeringkan dengan *drum dryer*. PPSF yang dihasilkan dikarakterisasi yang meliputi karakterisasi fisika, kimia dan fungsional. Derajat substitusi yang dimiliki PPSF sebesar 0,05% (%P). Gel PPSF yang diletakkan pada suhu ruang masih stabil serta tidak mengalami sineresis sampai hari ke-11. Indeks mengembang PPSF selama 8 jam menunjukkan hasil terbesar pada medium aquadest yaitu 235,85% dan tececil pada larutan HCl pH 1,2 yaitu 182,50%. Viskositas PPSF dengan konsentrasi 15% sebesar 2645 cps dan kekuatan gel PPSF dengan konsentrasi 30% sebesar 8,70 gF. Karakteristik film PPSF dengan konsentrasi 15% memiliki elongasi 31,67%, *tensile strength*  $3,56 \times 10^6$  N/m<sup>2</sup> dan modulus elastis  $0,62 \times 10^6$  N/m<sup>2</sup>. Berdasarkan karakteristik yang dimiliki, PPSF mungkin dapat dimanfaatkan dalam formulasi tablet sebagai pengikat, matriks dalam sediaan *sustained release*, bahan penyalut baik salut film maupun salut gula, bahan pembentuk film untuk penutup luka, basis gel, bahan pengental dan bahan pensuspensi.

Kata Kunci : Pati, pati fosfat, prigelatinisasi pati singkong fosfat, *crosslink*, natrium tripolifosfat  
xv + 73 hlm : 15 gambar; 11 tabel; 21 lampiran  
Bibliografi : 42 (1981-2010)



## ABSTRACT

Nama : Yuliana  
Program Studi : Pharmacy  
Judul : Characterization of Prigelatinized Cassava Starch Phosphate which is Made by Using Sodium Tripolyphosphate as Excipient in Pharmaceutical Dosage Form.

Prigelatinized cassava starch phosphate (PCSP) is a result of physical and chemical modification from cassava starch. Cassava starch was modified into Prigelatinized cassava starch (PCS). PCS may experience retrogradation that will cause syneresis therefore PCS was modified chemically. In this research, PCS was modified by reacting it with 5% sodium tripolyphosphate (w/w) at pH 9-10, then dried using drum dryer. PCSP produced was then characterized by means of physical, chemical and functional characterizations. Substitution degree of PCSP was 0,05% (%P). PCSP gel which was placed in room temperature was not syneresis until the 11<sup>th</sup> day. Swelling index of PCSP during 8 hours showed the highest in aquadest was 235,85% and the lowest in HCl solution pH 1,2 was 182,50%. Viscosity of PPSF with concentration 15% was 2645 cps and gel strength of PPSF with concentration 30% was 8,70 gF. Characterizations of PCSP film with concentration 15% were 31,67% elongation,  $3,56 \times 10^6$  N/m<sup>2</sup> tensile strength and  $0,62 \times 10^6$  N/m<sup>2</sup> elastic modulus. Based on PCSP characterizations, it may be applied in formulation of pharmaceutical dosage forms, such as tablet binder, matrix in sustained release tablet, tablet coating material either film coating or sugar coating, film forming for wound dressing, gel base, thickening agent and suspending agent.

Key words : Strach, starch phosphate, prigelatinized cassava starch phosphate, crosslink, sodium tripolyphosphate  
xiv + 73 pages : 15 pictures; 11 tables; 21 appendixes  
Bibliography : 42 (1981-2010)

## DAFTAR ISI

<b>HALAMAN JUDUL .....</b>	<b>ii</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN ORISINALITAS .....</b>	<b>iii</b>
<b>HALAMAN PENGESAHAN .....</b>	<b>iv</b>
<b>KATA PENGANTAR.....</b>	<b>v</b>
<b>HALAMAN PERNYATAAN PERSETUJUAN PUBLIKASI KARYA ILMIAH .....</b>	<b>vii</b>
<b>ABSTRAK .....</b>	<b>viii</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>ix</b>
<b>DAFTAR ISI.....</b>	<b>x</b>
<b>DAFTAR GAMBAR.....</b>	<b>xii</b>
<b>DAFTAR TABEL .....</b>	<b>xiii</b>
<b>DAFTAR LAMPIRAN .....</b>	<b>xiv</b>
<b>BAB 1 . PENDAHULUAN .....</b>	<b>1</b>
1.1 Latar Belakang .....	1
1.2 Tujuan Penelitian .....	2
<b>BAB 2. TINJAUAN PUSTAKA.....</b>	<b>3</b>
2.1 Eksipien dalam Sediaan Farmasi .....	3
2.2 Pati .....	5
2.3 Pati Singkong .....	9
2.4 Modifikasi Pati.....	9
2.4.1 Modifikasi Fisik.....	9
2.4.2 Modifikasi Kimia.....	11
2.4.3 Modifikasi Enzimatis.....	14
<b>BAB 3. METODOLOGI PENELITIAN.....</b>	<b>15</b>
3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian .....	15
3.2 Alat .....	15
3.3 Bahan .....	15
3.4 Cara Kerja .....	15
3.4.1 Pembuatan Prigelatinisasi Pati Singkong (PPS).....	15
3.4.2 Pembuatan Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat (PPSF) dengan Natrium Tripolifosfat .....	16
3.4.3 Dialisa PPSF.....	16
3.4.4 Karakterisasi Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat (PPSF) .....	16
3.4.4.1 Karakterisasi Fisika PPSF .....	16
3.4.4.2 Karakterisasi Kimia PPSF .....	18
3.4.4.3 Karakterisasi Fungsional PPSF .....	20
3.4.4.4 Karakterisasi Sifat Film PPSF.....	23

<b>BAB 4. HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>25</b>
4.1 Pembuatan Prigelatinisasi Pati Singkong (PPS).....	25
4.2 Pembuatan Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat (PPSF) .....	25
4.3 Dialisa PPSF .....	26
4.4 Karakterisasi PPS dan PPSF .....	26
4.4.1 Karakterisasi Fisika.....	26
4.4.2 Karakterisasi Kimia.....	32
4.4.3 Karakterisasi Fungsional.....	34
4.4.4 Karakterisasi Film .....	44
 <b>BAB 5. KESIMPULAN DAN SARAN.....</b>	 <b>49</b>
5.1 Kesimpulan .....	49
5.2 Saran.....	49
 <b>DAFTAR ACUAN .....</b>	 <b>50</b>



## DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur Unit Glukosa.....	6
Gambar 2.2	Struktur Amilosa .....	6
Gambar 2.3	Struktur Amilopektin.....	7
Gambar 2.4	Proses Retrogradasi dari Pati.....	8
Gambar 2.5	Rumus Struktur Natrium Tripolifosfat .....	13
Gambar 2.6	Reaksi <i>Crosslink</i> antara Pati dengan Natrium Tripolifosfat	13
Gambar 4.1	Bentuk Partikel (a) Pati Singkong, (b) PPS dan (c) PPSF yang Dilihat dengan Mikroskop Cahaya Terpolarisasi dengan Perbesaran 400x .....	29
Gambar 4.2	Peningkatan Berat Serbuk PPS Hasil Uji Higroskopisitas Selama 8 Hari pada Plastik Terbuka dan Tertutup.....	30
Gambar 4.3	Peningkatan Berat Serbuk PPSF Hasil Uji Higroskopisitas Selama 8 Hari pada Plastik Terbuka dan Tertutup.....	31
Gambar 4.4	Rheogram Dispersi (a) PPS dan (b) PPSF dengan Konsentrasi 15% pada Medium Aquadest .....	37
Gambar 4.5	Nilai Indeks Mengembang PPS dan PPSF pada Medium Aquadest .....	40
Gambar 4.6	Nilai Indeks Mengembang PPS dan PPSF pada Medium Larutan HCl pH 1,2.....	41
Gambar 4.7	Nilai Indeks Mengembang PPS dan PPSF pada Medium Larutan Fosfat pH 7,2 .....	41
Gambar 4.8	Bentuk Permukaan Film PPS yang Diamati Dengan Alat <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) pada Perbesaran ; (a) 500x, (b) 1000x dan (c) 3000x.....	46
Gambar 4.9	Bentuk Permukaan Film PPSF yang Diamati dengan Alat <i>Scanning Electron Microscope</i> (SEM) pada Perbesaran ; (a) 500x, (b) 1000x dan (c) 3000x.....	47

## DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Karakteristik Ukuran dan Bentuk Granul dari Berbagai Jenis Pati.....	5
Tabel 2.2	Kandungan Amilosa dan Amilopektin pada Berbagai Jenis Pati.....	7
Tabel 3.1	Kategori Indeks Kompresibilitas dan Sifat Laju Alir.....	20
Tabel 3.2	Indeks Sudut Istirahat dan Sifat Alir .....	21
Tabel 4.1	Diameter dan Distribusi Ukuran Partikel PPS dan PPSF	26
Tabel 4.2	Karakterisasi Fisika PPS dan PPSF.....	27
Tabel 4.3	Karakterisasi Kimia PPS dan PPSF.....	32
Tabel 4.4	Karakterisasi Fungsional PPS dan PPSF.....	35
Tabel 4.5	Indeks Mengembang (%) PPS dan PPSF pada Berbagai Jenis Medium Selama 8 jam.....	39
Tabel 4.6	Hasil Pengamatan Uji Sineresis Selama 14 hari.....	43
Tabel 4.7	Karakterisasi Sifat Film PPS dan PPSF.....	45



## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1.	Serbuk yang Digunakan Selama Penelitian .....	55
Lampiran 2.	Sifat Termal PPS dan PPSF dengan Menggunakan DSC	56
Lampiran 3.	Kurva Kalibrasi $\text{KH}_2\text{PO}_4$ pada Panjang Gelombang 820 nm .....	57
Lampiran 4.	Kurva Serapan (a) PPS dan (b) PPSF .....	58
Lampiran 5.	Grafik Kekuatan Gel (a) PPS dan (b) PPSF .....	59
Lampiran 6.	Bentuk Tablet Hasil Uji Indeks Mengembang PPS pada Jam ke-8 (a) Tablet Awal, (b) dalam Aquadest, (c) dalam Larutan HCl pH 1,2 dan (d) dalam Larutan Fosfat pH 7,2 .....	60
Lampiran 7.	Bentuk Tablet Hasil Uji Indeks Mengembang PPSF pada Jam ke-8 (a) Tablet Awal, (b) dalam Aquadest, (c) dalam Larutan HCl pH 1,2 dan (d) dalam Larutan Fosfat pH 7,2 .....	61
Lampiran 8.	Hasil Pengamatan Uji Sineresis Gel PPS dengan Konsentrasi 5% pada Hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14 .....	62
Lampiran 9.	Hasil Pengamatan Uji Sineresis Gel PPS dengan Konsentrasi 10% pada Hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14 .....	63
Lampiran 10.	Hasil Pengamatan Uji Sineresis Gel PPS dengan Konsentrasi 15% pada Hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14 .....	64
Lampiran 11.	Hasil Pengamatan Uji Sineresis Gel PPSF dengan Konsentrasi 5% pada Hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14 .....	65
Lampiran 12.	Hasil Pengamatan Uji Sineresis Gel PPSF dengan Konsentrasi 10% pada Hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14 .....	66
Lampiran 13.	Hasil Pengamatan Uji Sineresis Gel PPSF dengan Konsentrasi 15% pada Hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14 .....	67
Lampiran 14.	Alat yang Digunakan Selama Penelitian, (a) <i>Texture Analyzer</i> , (b) <i>Tensile Strength</i> , (c) <i>Differential Scanning Calorimetry</i> (d) <i>Scanning Electron Microscope</i> .....	68
Lampiran 15.	Ringkasan Hasil Karakterisasi PPS dan PPSF pada Berbagai Parameter .....	69
Lampiran 16.	Hasil Uji Higroskopisitas (Berdasarkan Peningkatan Bobot) .....	69
Lampiran 17.	Data Serapan $\text{KH}_2\text{PO}_4$ pada Panjang Gelombang 820 nm .....	70
Lampiran 18.	Data Pengukuran Viskositas PPS dengan Konsentrasi 15% .....	70

Lampiran 19. Data Pengukuran Viskositas PPSF dengan Konsentrasi 15% .....	71
Lampiran 20. Distribusi Ukuran Partikel PPS .....	72
Lampiran 21. Distribusi Ukuran Partikel PPSF .....	73



# **BAB 1**

## **PENDAHULUAN**

### **1.1 Latar Belakang**

Pati alami telah diakui paling sering digunakan sebagai bahan tambahan dalam pembuatan sediaan tablet, yaitu sebagai pengisi, diluen dan disintegran (Rowe, Sheskey dan Owen, 2006). Pati alami masih memiliki kekurangan seperti daya kompresibilitas dan laju alir yang kurang baik, serta tidak dapat mengembang di dalam air dingin (Anwar, Khotimah dan Yanuar, 2006a) sehingga pati perlu dimodifikasi baik secara fisika, kimia maupun kombinasi keduanya untuk menghasilkan sifat fungsional yang diinginkan (Manoi dan Rivzi, 2010).

Pragelatinisasi merupakan salah satu modifikasi fisik. Pragelatinisasi pati dibuat melalui proses yang melibatkan air dan panas untuk memecah semua atau sebagian granul kemudian dikeringkan, menghasilkan pragelatinisasi pati sempurna dan sebagian (Wadchararat, Thongngam dan Naivikul, 2006). Pragelatinisasi pati memiliki kekurangan bila digunakan sebagai eksipien farmasi secara luas, seperti sifat kekuatan gel yang kurang dan dapat mengalami retrogradasi yang nantinya dapat menyebabkan terjadinya sineresis, sehingga pada penelitian ini pragelatinisasi pati singkong perlu dimodifikasi lebih lanjut (Anwar, Khotimah dan Yanuar, 2006a). Modifikasi kimia terhadap pragelatinisasi pati singkong dipilih, untuk meningkatkan sifat-sifat fungsionalnya agar dapat dimanfaatkan secara luas (Huijun, Ramseden dan Corke, 1999; Majzoobi, Radi, Farahnaky, Jamalain dan Tongdang, 2009).

Salah satu modifikasi kimia adalah esterifikasi dengan senyawa fosfat. Pada penelitian ini, modifikasi kimia yang dilakukan adalah dengan mereaksikan pragelatinisasi pati singkong dengan natrium tripolifosfat (Majzoobi, Radi, Farahnaky, Jamalain dan Tongdang, 2009). Pragelatinisasi pati fosfat yang dibuat dengan natrium tripolifosfat memiliki sifat-sifat yang lebih baik diantaranya, daya mengembang yang lebih rendah sehingga dapat menahan pelepasan obat dan mencegah terjadinya retrogradasi (Liem dan Seib, 1993; Tharanathan, 2005; Wattanachant, Muhamad, Hashim dan Rahman, 2002).



Pembuatan prigelatinisasi pati singkong fosfat dimaksudkan untuk memperoleh eksipien baru yang memiliki karakteristik yang lebih baik daripada prigelatinisasi pati singkong. Prigelatinisasi pati singkong fosfat yang sudah dibuat kemudian dikarakterisasi yang meliputi karakterisasi fisika, kimia dan fungsional. Karakterisasi fisika meliputi distribusi ukuran partikel, densitas *bulk*, densitas mampat, derajat putih, sifat *birefringence*, higroskopisitas dan sifat termal. Karakterisasi kimia yang dilakukan meliputi sisa pemijaran, kadar air, derajat keasaman (pH), derajat substitusi dan kandungan fosfor. Karakterisasi fungsional meliputi indeks kompresibilitas, laju alir, sudut istirahat, viskositas, kekuatan gel dan daya mengembang serta karakterisasi sifat film diantaranya sifat mekanik film, kadar air film dan bentuk permukaan film. Karakterisasi sifat-sifat prigelatinisasi pati singkong fosfat ini diharapkan dapat membantu formulator dalam memanfaatkan eksipien ini sesuai dengan kegunaannya.

## **1.2 Tujuan Penelitian**

Pembuatan dan karakterisasi prigelatinisasi pati singkong fosfat yang dibuat dengan menggunakan natrium tripolifosfat sebagai eksipien dalam sediaan farmasi.

## **BAB 2**

### **TINJAUAN PUSTAKA**

#### **2.1 Eksipien dalam Sediaan Farmasi**

Eksipien merupakan zat tambahan, selain zat aktif, yang digunakan dalam suatu formulasi sediaan farmasi selama proses pembuatan sediaan untuk tujuan tertentu yang diinginkan. Sumber eksipien dapat berasal dari bahan alami, semi-sintetis dan sintetis. Berbeda dengan zat aktif, keberadaan eksipien dalam suatu formula sediaan meskipun dalam jumlah kecil dapat mempengaruhi sifat dari produk tersebut secara signifikan. Eksipien yang digunakan harus memiliki sifat inert (tidak bereaksi dengan bahan lain yang ada di dalam formulasi), tidak memiliki efek farmakologis dan tidak toksik (Voigt, 1995). Eksipien juga digunakan untuk membentuk sediaan yang diinginkan baik sediaan padat (*solid*), cair (*liquid*), setengah padat (*semisolid*), pembentukan film (penutup luka/*wound dressing*, penyalut) dan lain-lain (Katdare dan Mahesh, 2006).

Eksipien di dalam formula tablet memerlukan beberapa kriteria bahan untuk dapat dibuat menjadi tablet baik dengan cara cetak langsung, granulasi kering maupun granulasi basah. Sifat yang dibutuhkan tersebut antara lain laju alir, indeks kompresibilitas dan sudut istirahat yang memenuhi persyaratan yang telah ditetapkan oleh acuan resmi yang digunakan dalam teknologi farmasi. Laju alir bahan dibutuhkan agar massa tablet dapat mengalir melalui mesin untuk masuk ke dalam cetakan. Massa tablet yang memiliki laju alir yang baik akan menghasilkan tablet dengan bobot yang seragam (Yihong, Yisheng dan Geoff, 2009). Laju alir suatu bahan dapat ditingkatkan dengan menambahkan glidan dalam formula tablet bila laju alir bahan tersebut kurang baik. Sifat lain yang dibutuhkan dalam pembuatan tablet adalah kemampuan untuk dapat dikempa (kompresibilitas). Kompresibilitas yang baik dibutuhkan oleh massa tablet untuk dapat membentuk massa yang stabil dan kompak saat dikempa (Aulton, 1988). Jika suatu eksipien memiliki indeks kompresibilitas dan laju alir yang baik maka dapat digunakan sebagai eksipien pembuatan tablet dengan metode cetak langsung. Jika eksipien memiliki indeks kompresibilitas dan laju alir yang buruk maka eksipien tersebut

dapat dimanfaatkan untuk pembuatan tablet dengan metode granulasi kering atau basah (Gupta, 2008).

Sifat fungsional suatu eksipien yang juga diperlukan pada sediaan padat adalah kemampuan eksipien tersebut untuk membentuk film yang dapat dimanfaatkan sebagai bahan penyalut, baik salut film (*film coating*) maupun salut gula (*sugar coating*). Di samping itu, film tersebut juga dapat digunakan sebagai film penutup luka (*wound dressing*) untuk sediaan topikal. Sifat mekanik film yang perlu diketahui antara lain elongasi film, kuat tarik (*tensile strength*) film dan modulus elastis (Modulus Young) film. Elongasi adalah kemampuan film untuk dapat bertambah panjang, biasanya dinyatakan dalam persen elongasi. Kuat tarik (*tensile strength*) film merupakan gaya yang dibutuhkan untuk memutuskan film atau sampai terjadinya perubahan secara permanen. Modulus Young (modulus elastis) merupakan parameter yang menggambarkan elastisitas suatu bahan (Bauer, Lehmann, Osterwald, Rothgang, 1998).

Eksipien tidak hanya digunakan dalam formula tablet konvensional tetapi eksipien juga digunakan dalam tablet dengan pelepasan zat aktif yang diperluas, seperti *sustained release* atau *controlled release*. Kedua sediaan tersebut memerlukan eksipien dengan sifat kekuatan gel (*gel strength*) yang relatif cukup baik untuk dapat menahan pelepasan obat (Ansel, Allen dan Popovich, 1999).

Eksipien yang secara umum dibutuhkan dalam formula sediaan cair biasanya terdiri dari pelarut, bahan pembentuk viskositas atau pengental, bahan pensuspensi, pemanis dan pengawet. Sifat fungsional eksipien yang diperlukan sebagai bahan pensuspensi atau pengental adalah tingkat viskositas yang berkaitan erat dengan daya serap air atau indeks mengembang bahan tersebut. Sediaan cair memerlukan sifat reologi yang sesuai dengan penggunaannya yaitu pseudoplastik dan tiksotropik (Katdare dan Mahesh, 2006; Martin, 1993).

Eksipien di dalam sediaan semisolid juga dibutuhkan untuk dapat membentuk sediaan *semisolid* yang diinginkan. Eksipien yang dibutuhkan bergantung dari jenis sediaan *semisolid* yang akan dibuat, biasanya perbedaan itu terletak pada bahan pembawa yang digunakan. Selain itu eksipien juga dibutuhkan untuk membentuk sediaan yang stabil selama jangka waktu pemakaian dan penyimpanan.

## 2.2 Pati

Pati merupakan karbohidrat yang terdapat dalam bentuk granular di dalam organisme tanaman. Pati disimpan dalam biji (beras, gandum, jagung), umbi (kentang), akar (singkong, ubi, pati garut) dan empulur berwarna (sagu) pada tanaman. Secara mikroskopis terlihat bahwa pati terdiri dari granul kecil, putih, berdiameter antara 2-100  $\mu\text{m}$ . Bentuk dan ukuran dari granul bervariasi pada setiap jenis pati (Swinkles, 1985). Ukuran dan bentuk butiran granul pati pada berbagai jenis tanaman dapat dilihat pada tabel berikut ini:

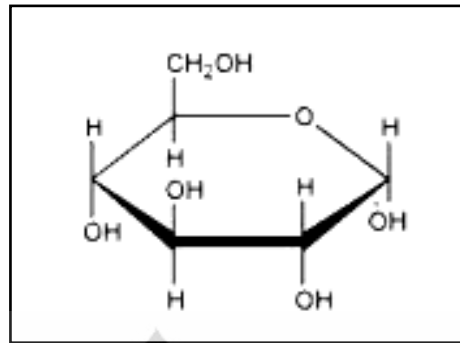
Tabel 2.1 Karakteristik ukuran dan bentuk granul dari berbagai jenis pati

Pati	Diameter ( $\mu\text{m}$ )	Bentuk
Beras	3-8	Poligonal
Gandum	5-15	Bulat
Jagung	5 -25	Bulat, poligonal
Garut	5-70	Oval, topi baja
Kentang	5-100	Oval, sferis
Singkong	5-35	Topi baja
Sagu	5-65	Oval, topi baja
Terigu	2-38	Bulat
Ubi	2-42	Bulat, oval

[Sumber :Swinkles, 1985; Cui, 2005].

Granul pati tidak larut dalam air pada suhu di bawah 50°C. Saat suspensi pati dipanaskan pada suhu kritis, granul menyerap air dan mengembang. Suhu kritis ini disebut sebagai suhu gelatinisasi. Suhu gelatinisasi berbeda-beda bergantung pada jenis pati (Swinkles, 1985).

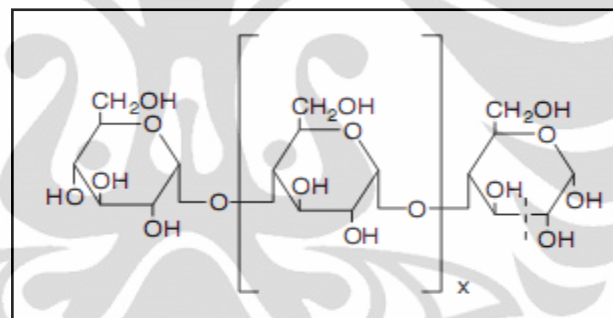
Unit glukosa (Gambar 2.1) dalam molekul pati mengandung gugus hidroksil primer yang terikat pada atom karbon nomor 6 dan gugus hidroksil sekunder yang terikat pada atom karbon nomor 2 dan 3. Secara teoritis atom karbon yang paling reaktif adalah nomor 6 karena merupakan alkohol primer (Fleche, 1985).



[Sumber :Swinkles, 1985]

Gambar 2.1 Struktur unit glukosa

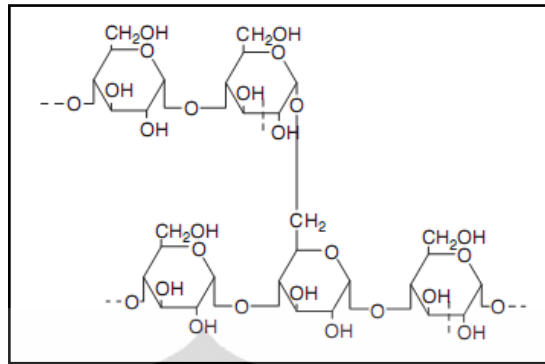
Pati mengandung dua macam polimer glukosa yaitu amilosa dan amilopektin. Amilosa (Gambar 2.2) merupakan polimer linier yang mengandung lebih dari 6000 unit glukosa yang terhubung oleh ikatan  $\alpha$  (1,4).



[ Sumber : BeMiller dan Whistler, 2009 ]

Gambar 2.2 Struktur amilosa

Amilopektin (Gambar 2.3) memiliki struktur yang sangat bercabang dan mengandung sedikit rantai amilosa. Ikatan pada rantai utama adalah  $\alpha$  (1,4), sedangkan pada ikatan cabang adalah  $\alpha$  (1,6).



[ Sumber : BeMiller dan Whistler, 2009 ]

Gambar 2.3 Struktur amilopektin

Setiap jenis pati memiliki kandungan amilosa dan amilopektin yang berbeda. Kandungan amilosa dan amilopektin dapat dilihat pada Tabel 2.2

Tabel 2.2 Kandungan amilosa dan amilopektin pada berbagai jenis pati

<b>Pati</b>	<b>Amilosa (% b/b)</b>	<b>Amilopektin (% b/b)</b>
Beras	17	83
Gandum	28	72
Jagung	28	72
Garut	20	80
Kentang	21	79
Singkong	17	83
Sagu	27	73
Terigu	23	72

[Sumber :Swinkles , 1985; Cui, 2005]

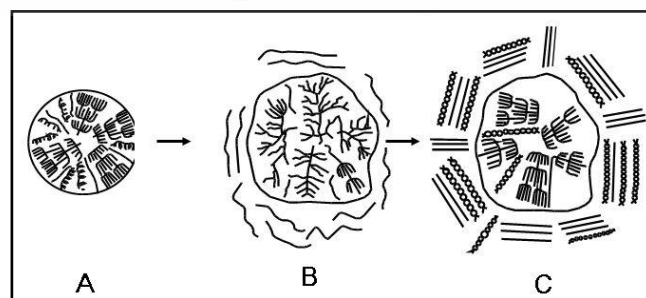
Pati memiliki sifat tidak berasa, tidak berbau, berwarna putih dan memiliki bentuk dan ukuran granul yang bervariasi bergantung jenis tanaman dari pati tersebut. Pati tidak larut dalam air dingin dan etanol (Rowe, Sheskey dan Owen, 2006). Pati tidak larut dalam air dibawah suhu gelatinisasinya. Pada saat suspensi pati dipanaskan, granul akan mulai tergelatinisasi dan diikuti oleh granul lainnya sehingga suhu gelatinisasi biasanya dinyatakan dalam kisaran suhu. Dispersi pati

yang sudah tergelatinisasi apabila dibiarkan dalam waktu lama akan mengalami retrogradasi yang menggambarkan terjadinya perubahan fisik setelah gelatinisasi. Retrogradasi merupakan perubahan dari bentuk terlarut, terdispersi, bentuk amorf menjadi bentuk yang tidak larut, beragregasi atau membentuk kristal. Jika larutan pati dibiarkan dalam jangka waktu panjang maka akan berawan dan membentuk endapan putih (Swinkles, 1985).

Retrogradasi pati yang tergelatinisasi merupakan proses reorganisasi yang melibatkan amilosa dan amilopektin dimana proses retrogradasi dengan amilosa lebih cepat dibandingkan dengan amilopektin. Retrogradasi terdiri dari dua tahap. Tahap pertama dan merupakan tahap yang paling cepat yaitu terbentuknya kristal dari amilosa yang teretrogradasi. Tahap kedua yaitu berubahnya bentuk struktur dari amilopektin. Selama retrogradasi, interaksi molekuler yang terjadi (terutama ikatan hidrogen di antara rantai pati), bergantung waktu dan temperatur. Retrogradasi akan menyebabkan ketidakstabilan pada dispersi pati (Cui, 2005).

Retrogradasi dari dispersi pati dapat menyebabkan beberapa kondisi diantaranya, terbentuknya endapan dan terjadinya sineresis (Swinkles, 1985).

Retrogradasi merupakan proses yang kompleks dan dipengaruhi oleh berbagai faktor seperti, jenis pati, konsentrasi pati, struktur amilosa dan amilopektin, perbandingan antara amilosa dan amilopektin, temperatur, jangka waktu penyimpanan, pH, prosedur pendinginan dan adanya senyawa lain. Modifikasi struktur baik dengan modifikasi fisik maupun kimia dapat mengubah proses retrogradasi (Swinkles, 1985).



[ Sumber : Waganigen University, 2011 ]

Gambar 2.4 Proses retrogradasi dari pati

Keterangan : A = Pati alami, B = Pati tergelatinisasi, C = Pati teretrogradasi

Pati memiliki banyak kegunaan sebagai eksipien dalam bidang farmasi seperti sebagai glidan, diluen, disintegran dan pengikat. (Rowe, Sheskey dan Owen, 2006).

### 2.3 Pati Singkong

Pati singkong (tepung tapioka, tapioka) diperoleh dari akar singkong atau tanaman singkong *Mannihot utilissima* dari famili Euphorbiaceae (Farmakope Indonesia, 1995).

Pati singkong mengandung 11,3% air, 0,5% protein, 0,1% lemak, 0,09% abu dan 88,01% serat. Ukuran granul pati singkong bervariasi antara 5-35  $\mu\text{m}$  dengan ukuran rata-rata 17  $\mu\text{m}$ . Granul pati singkong pecah pada suhu di bawah 80°C, bila dibandingkan pati padi, jagung, gandum yang granulnya tidak pecah pada suhu 90-95°C. Suhu gelatinisasi pati singkong antara 68-92 °C. (Brautlecht, 1953; Swinkles, 1985).

### 2.4 Modifikasi Pati

Pati memiliki kekurangan di dalam penggunaannya dalam bidang industri secara luas seperti tidak larut di dalam air, dapat mengalami retrogradasi yang akan menyebabkan keluarnya air dari produk pati atau sineresis (Cui, 2005).

Modifikasi pati dapat dilakukan dengan modifikasi fisik, kimia, dan enzimatik. Modifikasi pati bertujuan untuk mengubah struktur pati, meningkatkan stabilitas granul pati selama proses pembuatan dan memperluas penggunaan pati dalam berbagai bidang industri (Bertolini, 2010; Cui, 2005).

#### 2.4.1 Modifikasi Fisik

Modifikasi fisik dapat dilakukan dengan berbagai macam metode diantaranya prigelatinisasi pati, memodifikasi dengan pengaturan temperatur (*annealing*), kelembaban (*heat moisture treatment*), tekanan yang berbeda dan pengadukan. Modifikasi fisik dilakukan untuk mengubah struktur granul pati dan mengubah pati alami untuk dapat mengembang di dalam air dingin (Cui, 2005).

Prigelatinisasi merupakan modifikasi fisika terhadap pati. Prigelatinisasi pati dibuat melalui proses yang melibatkan air dan panas untuk memecah semua



atau sebagian granul kemudian dikeringkan dan digiling sesuai dengan ukuran serbuk yang diinginkan (Rowe, Sheskey dan Owen, 2006).

Pragelatinisasi pati singkong dapat dibuat dengan *spray cooking*, *drum drying*, *solvent-based processing* dan ekstrusi. *Spray cooking* dilakukan dengan mengalirkan dispersi pati ke dalam selang kemudian mengalami atomisasi pada suatu bejana. Metode *drum drying*, dispersi pati dialirkan dalam drum panas kemudian akan diperoleh serbuk kering. Metode *solvent-based* dilakukan dengan mendispersikan pati pada alkohol dan dipanaskan pada suhu 160-175°C selama 2 sampai 5 menit (Cui, 2005).

Proses pragelatinisasi pati ada dua macam, pragelatinisasi pati sempurna dan sebagian. Pragelatinisasi sempurna diperoleh dengan memasak pati di atas suhu gelatinisasi. Pragelatinisasi parsial dilakukan cukup dengan mengalirkan campuran air dan pati melalui *drum* panas dengan suhu di atas suhu gelatinisasi sehingga massa mengering. Pragelatinisasi pati sebagian masih mengandung granul-granul pati yang utuh (normal). Sedangkan pragelatinisasi pati sempurna sudah tidak lagi mengandung granul-granul pati utuh. Suhu gelatinisasi adalah suhu saat granul pati pecah. Suhu gelatinisasi pati singkong adalah suhu 68-92°C (Swinkles, 1985). Perbedaan antara pragelatinisasi sempurna dan pragelatinisasi sebagian dapat diamati melalui sifat *birefringence*. Pati memiliki sifat *birefringence* yaitu sifat granul pati utuh yang dapat membentuk dua warna bersilang pada permukaan akibat dilewatkan pada sinar yang terpolarisasi, disebabkan karena adanya perbedaan indeks refraksi dalam granul pati (Cui, 2005). Alat yang digunakan untuk mengamati sifat *birefringence* adalah mikroskop terpolarisasi. Hilangnya sifat *birefringence* bersamaan dengan pecahnya granul pati saat proses pengeringan dengan alat *drum dryer*. Pada pragelatinisasi pati parsial masih terlihat adanya *birefringence* dalam jumlah kecil karena masih mengandung granul utuh. Sedangkan pada pragelatinisasi sempurna, sifat *birefringence* sudah tidak ada lagi (Anwar, Yusmarlina, Rahmat, Kosasih, 2006b; Rowe, Sheskey dan Owen, 2006).

#### 2.4.2 Modifikasi Kimia

Modifikasi kimia dimaksudkan untuk meningkatkan sifat fisikokimia dari suatu bahan dimana bahan tersebut direaksikan dengan pereaksi kimia sehingga membentuk substituen baru. Modifikasi kimia menghasilkan peningkatan stabilitas molekul pati sehingga lebih tahan terhadap pengadukan, suasana asam, hidrolisis akibat temperatur tinggi, menurunkan kecepatan retrogradasi dibandingkan pati yang tidak dimodifikasi (Cui, 2005).

Modifikasi kimia merupakan reaksi kimia antara gugus hidroksil pati dengan senyawa kimia tertentu, prosesnya dapat berupa reaksi substitusi, yang mencakup esterifikasi dan eterifikasi, reaksi oksidasi dan reaksi *crosslink* (Fleche, 1985; Cui, 2005).

Fosforilasi pati merupakan modifikasi pati secara kimia. Fosforilasi pati dapat membentuk fosfat baik *monostarch phosphate* maupun *distarch phosphate*. Selama fosforilasi, derajat keasaman (pH) memegang peranan penting yang menentukan jumlah ikatan monoester dan diester yang terbentuk. Umumnya monoester memperlihatkan derajat substitusi yang lebih tinggi dibandingkan diester. Pembentukan *distarch phosphate* sangat dipertimbangkan penyiapannya pada bidang pangan yang membutuhkan pati termodifikasi (Wurzburg, 1989). Hasil reaksi berupa *monostarch phosphate* maupun *distarch phosphate* bergantung pada pereaksi yang digunakan dan kondisi pada saat fosforilasi (Tharanathan, 2005).

Fosforilasi menghasilkan *monostarch phosphate* jika hanya satu gugus hidroksil dari pati yang bereaksi dengan fosfat. Fosforilasi yang membentuk *monostarch phosphate* didapat dengan mereaksikan pati dengan reagen monofungsional (Bertolini, 2010), salah satunya adalah natrium dihidrogen fosfat. Perubahan dilakukan terhadap gugus hidroksil pada molekul pati membentuk gugus ester lebih besar, menghambat ikatan antarrantai molekul sehingga membentuk pasta atau gel yang lebih stabil, meningkatkan viskositas, dispersi yang terbentuk lebih jernih dan stabil, penurunan suhu gelatinisasi dengan meningkatnya derajat substitusi (Cui, 2005).

Fosforilasi pati juga dapat membentuk *distarch phosphate* atau *crosslink*. Jika dua buah gugus hidroksil bereaksi dengan fosfat maka akan membentuk

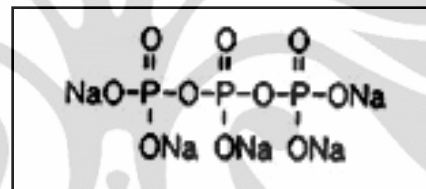
*distarch phosphate*. Pada *distarch phosphate*, gugus hidroksil yang terikat pada fosfat dapat berasal dari molekul yang sama ataupun dari molekul yang berbeda (Tharanathan, 2005). Gugus-gugus hidroksil di dalam pati memungkinkan pati bereaksi dengan pereaksi multifungsional yang akan menghasilkan pati *crosslink*. Prinsip dari *crosslink* pati adalah mereaksikan pati dengan pereaksi yang bi- atau multifungsional yang dapat membentuk ikatan *crosslink*. Saat pereaksi, yang memiliki dua atau lebih sisi aktif, yang dapat bereaksi dengan gugus hidroksil yang berbeda sehingga membentuk ikatan *crosslink*, baik dari molekul yang sama maupun dari molekul yang berbeda. Contoh pereaksi yang digunakan untuk membentuk pati *tercrosslink* adalah fosfooksiklorida, natrium trimetafosfat, natrium tripolifosfat atau campuran antara natrium trimetafosfat dan tripolifosfat (Bertolini, 2010). Prinsip dari *crosslink* adalah membentuk ikatan kimia yang lebih kuat, biasanya ikatan kovalen, yang menjadi jembatan antarmolekul. Pada suspensi pati yang *ter-crosslink*, pada saat suhu suspensi dinaikkan maka ikatan hidrogen akan melemah namun karena adanya ikatan *crosslink* maka granul akan tetap utuh sehingga viskositasnya tidak akan berubah (Wurzburg, 1989).

Kondisi reaksi saat pembuatan *crosslink* pati sangat bergantung pada pereaksi yang digunakan. Umumnya, reaksi berjalan pada suhu ruang sampai diatas 50°C. Sering kali, senyawa alkali, seperti NaOH, digunakan untuk memfasilitasi terjadinya reaksi *crosslink*. Reaksi *crosslink* umumnya terjadi pada kondisi netral sampai sedikit basa. Kondisi pH saat fosforilasi harus tetap terjaga oleh karena itu digunakan NaOH. Jika reaksi *crosslink* sudah selesai, larutan pati dinetralkan dan pati disaring, dicuci dengan air untuk menghilangkan garam, reagen yang tidak bereaksi dan pengotor hasil samping reaksi tersebut (Wurzburg, 1989).

*Crosslink* pati fosfat memperlihatkan sifat fungsional yang lebih baik seperti tahan terhadap temperatur tinggi, pH rendah, pengadukan yang kuat dan meningkatkan stabilitas atau menjaga integritas granul pati, menyebabkan granul pati tidak mudah pecah sehingga dapat mencegah hilangnya viskositas dalam sediaan (Tharanathan, 2005), penurunan daya mengembang granul pati, penurunan viskositas (Cui, 2005).

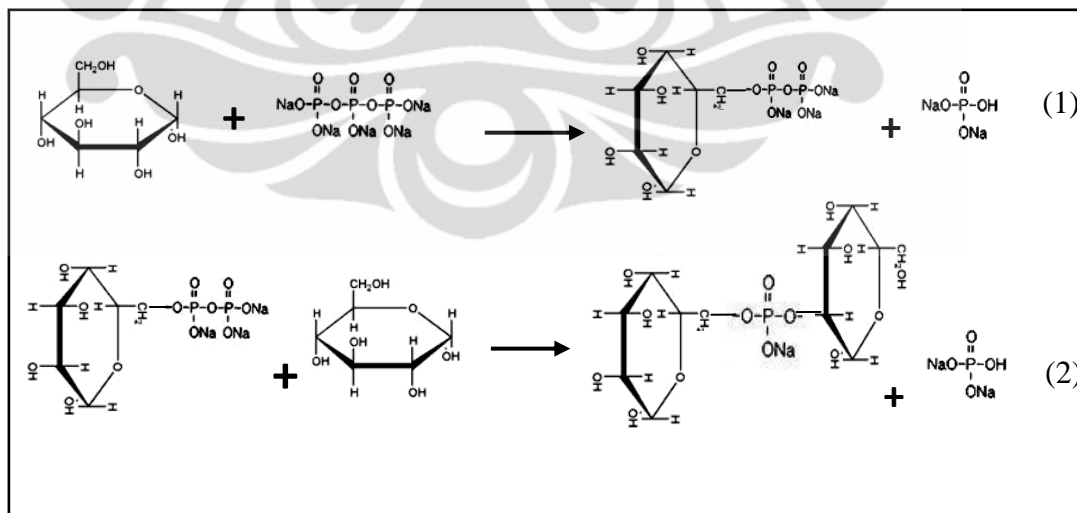
Pada penelitian kali ini, pembuatan prigelatinisasi pati singkong fosfat (PPSF) dibuat dengan mereaksikan prigelatinisasi pati singkong dengan natrium tripolifosfat. Reaksi dengan natrium tripolifosfat akan menghasilkan ikatan silang (*crosslink*) pada gugus hidroksil di dalam pati.

Natrium tripolifosfat memiliki sinonim diantaranya *pentasodium triphosphate*, trifosfat dan *sodium triphosphate*, dengan rumus molekul  $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ . Bobot molekul natrium tripolifosfat adalah 367,86. Natrium tripolifosfat berupa serbuk putih, tidak berasa dan sedikit higroskopis. Natrium tripolifosfat memiliki sifat mudah larut di dalam air. Natrium tripolifosfat termasuk jenis bahan pengawet. Natrium tripolifosfat disimpan pada wadah yang tertutup rapat (National Academy of Science, 2001).



[Sumber : Lim dan Seib, 1993]

Gambar 2.5 Rumus struktur natrium tripolifosfat



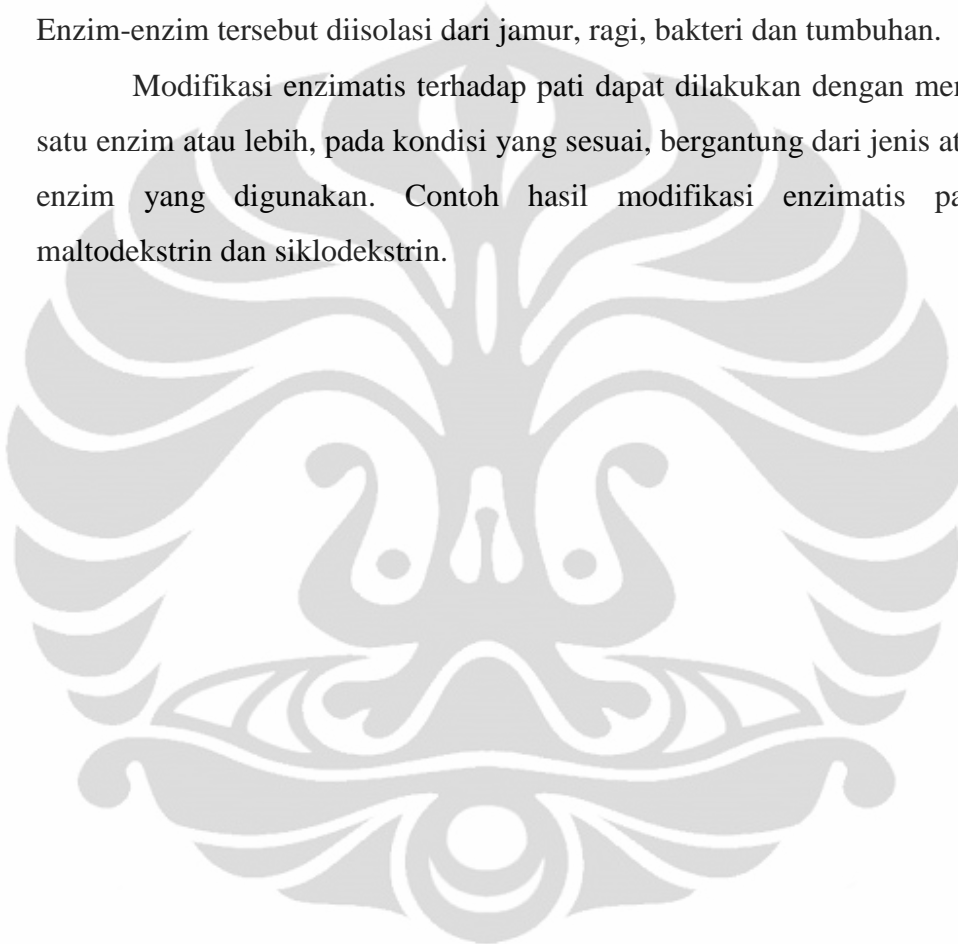
[Sumber : Lim dan Seib, 1993]

Gambar 2.6 Reaksi *crosslink* antara pati dengan natrium tripolifosfat

### 2.4.3 Modifikasi Enzimatis

Modifikasi pati juga dapat dilakukan dengan menggunakan enzim dan banyak enzim yang digunakan untuk menghidrolisis struktur pati. Modifikasi dengan cara enzimatis juga ditujukan untuk mendapatkan sifat fungsional yang diinginkan. Enzim akan menghidrolisis ikatan (1→4) atau (1→6). Enzim yang paling sering digunakan adalah  $\alpha$ -amilase,  $\beta$ -amilase, glukoamilase dan isoamilase. Enzim-enzim tersebut diisolasi dari jamur, ragi, bakteri dan tumbuhan.

Modifikasi enzimatis terhadap pati dapat dilakukan dengan menggunakan satu enzim atau lebih, pada kondisi yang sesuai, bergantung dari jenis atau sumber enzim yang digunakan. Contoh hasil modifikasi enzimatis pati adalah maltodekstrin dan siklodekstrin.



## **BAB 3**

### **METODOLOGI PENELITIAN**

#### **3.1 Lokasi dan Waktu Penelitian**

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Farmasetika dan Laboratorium Formulasi Tablet, Departemen Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia, pada bulan Februari sampai April 2011.

#### **3.2 Alat**

*Particle size analyzer* LS\_100Q (Beckman Coulter, Amerika), *texture analyzer* 3305 (Rheoner, Jerman), *drum dryer* (R. Simon Dryers, Inggris), *spektrofotometer* UV-Vis (Jasco, Jepang), *moisture balance* AMB 50 (Adam, Amerika), *scanning electron microscope* LEO 420i(Oxford, Inggris), viskometer *Brookfield* (Brookfield Syndroelectric, Amerika), pH-meter (Eutech,Singapura), *flowmeter* tipe GDT (Erweka, Jerman), *bulk density tester* (Erweka, Jerman), *tensile strength* (Comten Industries, Pinellas Park), mikroskop polarisasi, *homogenizer*, *whitenessmeter*, *differential scanning calorimetry*, tanur, pengayak, timbangan analitik, alat-alat gelas.

#### **3.3 Bahan**

Pati singkong (PT. Sungai Budi, Indonesia), natrium tripolifosfat (Wako, Jepang), NaOH (Merck, Jerman), HCl (Merck, Jerman), ammonium molibdat (Merck, Jerman), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Merck, Jerman), KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (Merck, Jerman), KCl (Merck, Jerman), asam askorbat, aquadest.

#### **3.4 Cara Kerja**

3.4.1 Pembuatan Prigelatinisasi Pati Singkong (PPS) (Anwar, Kotimah dan Yanuar., 2006c)

Dispersi pati dibuat dengan konsentrasi 55% b/b berdasarkan berat kering, dikeringkan dengan *drum dryer* pada suhu  $80^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ . Massa kering yang diperoleh digiling dan diayak dengan ayakan 100 mesh.

### 3.4.2 Pembuatan Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat (PPSF) dengan natrium tripolifosfat (Anwar, Antokalina, dan Harianto, 2006; Lim dan Seib, 1993)

Prigelatinisasi pati singkong 15 % (b/b) dilarutkan dalam NaOH pH 9 (20% b/b). Derajat keasaman (pH) larutan PPS diatur antara 9–10 dengan menggunakan NaOH 0,1 N. Kemudian dibuat larutan natrium tripolifosfat (5% dari berat pati) dan dicampurkan pada dispersi PPS. Derajat keasaman (pH) reaksi dijaga antara 9-10 yang diatur dengan menggunakan NaOH. Reaksi dibiarkan berjalan selama 2 jam dengan pengadukan menggunakan *homogenizer*. Kemudian dinetralkan dengan HCl 1 N sampai pH  $\pm$  6. Setelah itu dibiarkan selama 12 jam di dalam lemari pendingin. Selanjutnya, campuran dikeringkan dengan *drum dryer* pada suhu 50 °C.

### 3.4.3 Dialisa PPSF

Serbuk PPSF (kurang lebih 1 sampai 2 g) diletakkan di dalam membran dialisa, diatur agar tidak memungkinkan adanya serbuk yang keluar dari membran dialisa. Kemudian dicelupkan ke dalam aquadest sebanyak 200 ml. Dialisa dilakukan selama 26 jam, 10 jam pertama air diganti setiap jam, kemudian selanjutnya didiamkan sampai 24 jam kemudian air diganti kembali setiap jam sampai jam ke-26. Selanjutnya, serbuk yang telah didialisa dikeringkan dengan oven pada suhu 50-60°C. Hasil dialisa hanya digunakan untuk beberapa karakterisasi yaitu derajat substitusi, kandungan fosfor dan sifat termal.

### 3.4.4 Karakterisasi Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat (PPSF)

#### 3.4.4.1 Karakterisasi Fisika PPSF

##### a. Distribusi Ukuran Partikel

Pengukuran distribusi ukuran partikel PPSF dilakukan dengan menggunakan alat *particle size analyzer*. Sampel didispersikan di dalam aquadest sampai jumlahnya dapat terukur pada alat. Pada evaluasi ini dapat diketahui diameter dan distribusi ukuran partikel dapat dibaca pada alat.

b. Densitas *Bulk* dan Densitas Mampat (USP 32, NF27, 2009)

Ditimbang 6 g PPSF, kemudian dimasukkan ke dalam gelas ukur 50 ml dan diratakan bagian atasnya, lalu catat volume yang terbaca (volume *bulk*). **Densitas *bulk*** dapat dihitung dengan menggunakan rumus :

$$\text{Densitas } Bulk = \frac{\text{Massa PPSF yang ditimbang (gram)}}{\text{Volume bulk (ml)}} \quad (3.1)$$

Densitas *bulk* dinyatakan dalam gram/ml.

Setelah itu gelas ukur tersebut diletakkan pada alat *tapped density tester*, nyalakan alat dan biarkan gelas ukur tersebut diketuk sesuai dengan pengaturan alatnya sampai alat tersebut mati secara otomatis. Volume setelah diketuk dikenal sebagai volume mampat. **Densitas mampat** dapat dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Densitas Mampat} = \frac{\text{Massa PPSF yang ditimbang (gram)}}{\text{Volume mampat (ml)}} \quad (3.2)$$

Densitas mampat dinyatakan dalam gram/ml.

c. Derajat Putih (Huijun, Ramseden dan Corke, 1999)

Pengamatan derajat putih PPSF diamati dengan menggunakan *whitenessmeter* dengan barium sulfat ( $\text{BaSO}_4$ ) sebagai pembanding. Nilai derajat putih terekam pada alat.

d. Sifat *Birefringence* (Cui, 2005)

Di atas kaca objek diletakkan sejumlah PPSF dan ditambah beberapa tetes aquadest. Lalu perlahan-lahan ditutup dengan kaca penutup. Diamati dengan menggunakan mikroskop berpolarisasi.

e. Higroskopisitas

Ditimbang kurang lebih satu gram PPSF yang ditempatkan pada plastik dengan 2 perlakuan, yaitu plastik terbuka dan plastik tertutup. Masing-masing plastik ditempatkan pada suhu ruang  $26^\circ\text{C}$  dan



kelembaban 60%. Setiap hari selama satu minggu, sampel diamati peningkatan bobotnya.

f. Sifat Termal (Huijun, Ramseden dan Corke, 1999)

Untuk mengetahui sifat termal dari PPSF digunakan alat *Differential Scanning Calorimetry* (DSC). Sampel ditimbang dengan berat kurang lebih 4 mg, dimasukkan ke dalam pan kemudian dikempa dan dimasukkan ke dalam alat DSC. Sampel dipanaskan dari suhu 30 °C sampai 330°C, dengan laju peningkatan suhu 10°C/menit.

#### 3.4.4.2 Karakterisasi Kimia PPSF

a. Sisa Pemijaran (Farmakope Indonesia IV,1995)

Timbang seksama 500 mg PPSF dalam krusibel yang sudah dikonstankan beratnya. Pijar krusibel yang berisi PPSF pada suhu 650 ± 25°C sampai arang habis terbakar dan didinginkan di dalam desikator. Setelah dingin, krusibel ditimbang hingga berat konstan. Ulangi pengerjaannya sehingga diperoleh berat antara penimbangan berturut-turut lebih kecil dari 0,001 gram.

$$\text{Kadar abu (\% b/b)} = \frac{\text{Berat sisa (g)}}{\text{Berat bahan(g)}} \times 100\% \quad (3.3)$$

b. Kadar Air

Kadar air ditentukan dengan menggunakan alat *moisture balance*. Alat dipanaskan terlebih dahulu selama kurang lebih 10 menit. Serbuk PPSF ditimbang kurang lebih 1 g di atas alumunium dalam alat. Alat kemudian dinyalakan dan akan mati setelah mencapai kadar air yang konstan. Nilai kadar air yang terbaca pada alat dicatat.

c. Derajat Keasaman (pH)

Pemeriksaan dilakukan dengan melarutkan PPSF dalam aquadest dengan konsentrasi 15% kemudian diukur derajat keasamannya (pH) dengan alat pengukur pH (pH-meter).

d. Derajat Substitusi (Mathur, 2003)

Derajat substitusi dari PPSF dilakukan dengan metode sebagai berikut :

i. Pereaksi :

Pereaksi yang digunakan terdiri dari pereaksi A, B dan campuran. Pereaksi A adalah larutan asam askorbat 10%. Pereaksi B merupakan larutan ammonium molibdat 0,42 % (dalam  $H_2SO_4$  1 N). Pereaksi Campuran dibuat dengan mencampur pereaksi A dan pereaksi B dengan perbandingan 1:6. Pereaksi campuran ini dibuat sesaat sebelum digunakan.

ii. Standar :

Standar yang digunakan adalah  $KH_2PO_4$ . Larutan standar dibuat dengan menimbang 0,439 g  $KH_2PO_4$  yang dilarutkan dalam 400 ml aquadest. Kemudian ditambahkan 25,0 ml  $H_2SO_4$  7 N dan cukupkan sampai volume 1 L. Kemudian dibuat pengencerannya yang sesuai.

iii. Prosedur:

Ditimbang 100 mg PPSF, kemudian dimasukkan ke dalam krusibel kemudian di tanur selama 2 jam pada suhu  $650 \pm 25^\circ C$ . Setelah itu krusibel didinginkan pada desikator. Tambahkan 8 ml  $H_2SO_4$  0,1 N. Tutup krusibel dan dipanaskan pada *waterbath* dengan suhu  $100^\circ C$  selama 10 menit kemudian didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring *Whatman* No.41 saat dimasukkan ke dalam labu ukur 25,0 ml dan didapatkan larutan I dengan konsentrasi 4000 ppm. Pipet 3,0 ml Larutan I kemudian ditambahkan 7,0 ml Reagen Campuran, didapat larutan II dengan konsentrasi 1200 ppm. Untuk blanko : Campuran air dan  $H_2SO_4$  0,1 N (1:1). Campuran divortex dan diinkubasi pada suhu  $45^\circ C$  selama 20 menit, dinginkan. Ukur pada panjang gelombang 820 nm. Untuk standar  $KH_2PO_4$  dari setiap pengenceran yang sudah ada diperlakukan sama seperti perlakuan Larutan I.

e. Kandungan Fosfor (Mathur, 2003)

Metode yang digunakan untuk menentukan kandungan fosfor sama dengan untuk penentuan derajat substitusi. Penentuan kandungan fosfor dilakukan baik untuk PPS dan PPSF.

### 3.4.4.3 Karakterisasi Fungsional PPSF

a. Indeks Kompresibilitas (USP 32, NF27, 2009)

Sejumlah 6 gram PPSF dimasukkan ke dalam gelas ukur 100 ml, lalu diukur volumenya ( $V_1$ ). Densitas bulk adalah  $m/V_1$ . Gelas ukur yang berisi sampel diketuk-ketukan sesuai dengan pengaturan alat sehingga akan mati secara otomatis, kemudian diukur volumenya ( $V_2$ ). Densitas mampat adalah  $m/V_2$ .

$$\text{Indeks kompresibilitas} = \frac{\text{Densitas mampat} - \text{Densitas bulk}}{\text{Densitas mampat}} \times 100 \% \quad (3.4)$$

Indeks kompresibilitas dan kategorinya dapat dilihat pada Tabel 3.1

Tabel 3.1 Kategori indeks kompresibilitas dan sifat laju alir

<b>Indeks Kompresibilitas (%)</b>	<b>Kategori</b>
5-11	Istimewa
12-16	Baik
17-27	Sedang
28-32	Buruk
33-40	Sangat Buruk
>40	Sangat-sangat Buruk

[Sumber : Yihong, Yisheng dan Geoff, 2009]

b. Laju alir (Liebermann, Lachman dan Kanig, 1989)

Sejumlah PPSF dimasukkan ke dalam corong *flowmeter* dan diratakan. Alat dijalankan dan waktu yang diperlukan oleh seluruh sampel untuk mengalir melalui corong dicatat. Laju aliran dinyatakan dalam gram/detik.

c. Sudut Istirahat (USP 30, NF25, 2007)

Sejumlah PPSF ditimbang kurang lebih 25 g, dimasukkan ke dalam corong kemudian dibiarkan mengalir membentuk kerucut dan diukur sudut istirahatnya. Sudut istirahat diperoleh dengan persamaan berikut :

$$\text{tg } \alpha = \frac{h}{r} \quad (3.5)$$

dimana,  $\alpha$  = sudut istirahat ( $^{\circ}$ )

h = tinggi kerucut serbuk (cm)

r = jari-jari bidang dasar kerucut (cm)

Sifat laju alir dan sudut istirahat dapat dilihat pada Tabel 3.2

Tabel 3.2 Indeks sudut istirahat dan sifat alir

Sifat aliran	Sudut istirahat ( $^{\circ}$ )
Baik sekali	25-30
Baik	31-35
Sedang	36-40
Cukup	41-45
Buruk	46-55
Sangat Buruk	56-65
Sangat Buruk Sekali	> 66

[Sumber : USP 30, NF25, 2007]

d. Viskositas (USP 32, NF27, 2009)

Larutan PPSF disiapkan dengan melarutkan PPSF dengan aquadest dengan konsentrasi 15%. Viskositas diukur dengan menggunakan alat viskometer *Brookfield* (USP 32, NF27, 2009). Nilai viskositas dinyatakan dalam satuan centipoise (cps).

e. Kekuatan gel (Chinnasarn, Chinnasarn dan Pyle, 2006)

Kekuatan gel dari PPSF diukur dengan menggunakan alat *texture analyzer*. Gel PPSF dibuat dengan konsentrasi 30% dan dipanaskan pada suhu 80°C, kemudian gel disimpan dalam lemari pendingin selama semalam. Gel PPSF ditekan 5 mm dengan kecepatan 1,1 mm/detik dengan menggunakan *probe* berbentuk silinder dengan diameter 25 mm. Kemudian perubahan yang terjadi direkam. Kekuatan gel didapat dari kurva antara besar gaya yang diperlukan dengan waktu untuk mencapai jarak 5 mm.

f. Indeks mengembang (Yasmin, Talukder, Islam, Laila dan Haque, 2007)

Indeks mengembang adalah nilai banyaknya air atau pelarut lain yang dapat masuk ke dalam tablet. Massa PPSF dikempa menjadi tablet dengan ukuran, bobot dan kekerasan yang seragam. Kemudian tablet ditimbang dengan bobot  $m$ . Tablet direndam dalam medium aquadest, larutan HCl pH 1,2 dan larutan fosfat pH 7,2, lalu setiap jam dilihat pengaruhnya terhadap pengembangan tablet PPSF. Tablet yang mengembang ditimbang penambahan bobot tablet setiap 1 jam selama 8 jam.

Indeks mengembang dihitung dengan menggunakan rumus sebagai berikut :

$$\text{Indeks mengembang} = \frac{M-m}{m} \times 100\% \quad (3.6)$$

dimana :  $M$  = Bobot tablet setelah perendaman setiap jam (g)

$m$  = Bobot awal tablet sebelum perendaman (g)

g. Sineresis

PPSF dibuat dispersi dengan konsentrasi 5%, 10% dan 15%. Kemudian masing-masing dispersi dimasukkan ke dalam pot plastik dan diletakkan pada dua kondisi yaitu suhu ruang dan suhu kulkas ( $\pm 4^{\circ}\text{C}$ ). Pengamatan dilakukan setiap hari selama 14 hari.

#### 3.4.4.4 Karakterisasi Sifat Film PPSF

Film dibuat dengan mendispersikan PPSF dalam aquadest dengan konsentrasi 15%. Larutan yang sudah jadi didiamkan pada suhu kulkas ( $\pm 4^{\circ}\text{C}$ ) selama 20 jam. Kemudian dispersi PPSF dituangkan pada cetakan dan dikeringkan pada suhu  $40^{\circ}\text{C}$  selama 10 jam.

a. Tebal Film

Untuk mengukur tebal film digunakan alat mikrometer.

b. Kadar Air Film

Film yang sudah dibuat diukur kadar airnya dengan menggunakan alat *moisture balance*. Alat kemudian dinyalakan dan akan mati setelah mencapai kadar air yang konstan. Nilai kadar air yang terbaca pada alat dicatat.

c. Bentuk Permukaan Film

Bentuk permukaan film diamati dengan menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM). Film diletakkan pada sampel holder kemudian diperiksa dan dilihat morfologinya pada intensitas 12 kv dengan perbesaran 500, 1000 dan 3000 kali.

d. Sifat Mekanik Film (Bohm dan Kolter, 2008)

Film yang sudah dibuat diukur kekuatan film dan kelenturan dari film. Film dengan ukuran 2 cm x 1 cm dijepitkan pada alat kemudian ditarik, diamati pertambahan panjang dan gaya yang dibutuhkan untuk memutuskan film, yang diamati dengan menggunakan alat *tensile strength*.

Sifat mekanik film yang diamati adalah sifat elongasi, *tensile strength* dan Modulus Young (modulus elastis).

Elongasi dapat dihitung sebagai berikut :

$$\% \text{ Elongasi} = \frac{\text{Panjang akhir(cm)} - \text{Panjang awal(cm)}}{\text{Panjang awal(cm)}} \times 100\% \quad (3.7)$$

Tensile strength dapat dihitung sebagai berikut :

$$\text{Tensile strength} = \frac{\text{Gaya yang dibutuhkan untuk memutuskan film (N)}}{\text{Luas permukaan film (m}^2\text{)}} \quad (3.8)$$

Modulus Young (modulus elastis) dapat dihitung sebagai berikut :

$$\text{Modulus Young} = \frac{\text{Tensile strength (N/m}^2\text{)}}{\frac{\text{elongasi film}}{\text{panjang awal film}}} \quad (3.9)$$

## **BAB 4 HASIL DAN PEMBAHASAN**

### **4.1 Pembuatan Prigelatinisasi Pati Singkong (PPS)**

Serbuk PPS yang dihasilkan berupa serbuk halus, putih dan ringan. Bentuk serbuk dapat dilihat pada Lampiran 1. Rendemen sebesar 85,45% berdasarkan berat kering pati. Pengurangan bobot PPS yang diperoleh dapat disebabkan karena menempelnya massa pada alat. Di samping itu, lempengan-lempengan keras ini sulit untuk digiling menjadi serbuk sehingga juga mengurangi bobot serbuk yang diperoleh sehingga banyak serbuk yang tertinggal pada alat penggilingan dan pengayak.

### **4.2 Pembuatan Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat (PPSF)**

Serbuk PPSF yang dihasilkan berupa serbuk halus, putih dan ringan bahkan lebih ringan dibandingkan PPS. Gambar serbuk PPSF dapat dilihat pada Lampiran 1.

Rendemen PPSF sebesar 63,7% dari bobot. Kehilangan bobot serbuk PPSF ini mungkin disebabkan karena adanya massa yang tertinggal pada wadah penampung dan alat *drum dryer*. Serbuk PPSF yang diperoleh tidak digiling dan diayak seperti serbuk PPS untuk mencegah hilangnya bobot serbuk yang terlalu besar.

Pada pembuatan PPSF, dispersi PPS digunakan konsentrasi 15% karena apabila digunakan konsentrasi lebih besar dari 15% akan terbentuk dispersi yang sangat kental sehingga sulit untuk diaduk dengan homogenizer. Apabila dispersi terlalu kental dan pengadukan kurang efektif maka dikhawatirkan reaksi tidak dapat berjalan dengan baik.

Derajat keasaman (pH) reaksi diatur pada pH 9-10 karena berdasarkan literatur yang ada efek fosforilasi yang paling besar didapat pada kisaran pH tersebut dan pada pH tersebut reaksi yang terjadi adalah reaksi *crosslink* (Muhammad, Hussin, Man, Ghazali dan Kennedy, 1999).



### 4.3 Dialisa PPSF

Dialisa dilakukan guna mendapatkan PPSF yang bebas dari sisa pereaksi yang digunakan. Berdasarkan pengujian pendahuluan diperoleh lamanya dialisa adalah 26 jam untuk mendapatkan PPSF yang dimaksud tersebut di atas.

Serbuk PPSF dinyatakan sudah bersih yaitu sampai air cucian tidak memberikan warna kuning apabila direaksikan dengan ammonium molibdat. Setelah 26 jam, air cucian sudah bebas dari fosfat yang ditandai dengan tidak memberikan warna kuning saat ditetaskan dengan ammonium molibdat.

### 4.4 Karakterisasi PPS dan PPSF

#### 4.4.1 Karakterisasi Fisika

##### 4.4.1.1 Distribusi Ukuran Partikel

Hasil pengukuran uji distribusi ukuran partikel PPS dan PPSF dengan menggunakan *particle size analyzer*, menunjukkan hasil yang bervariasi. Hasil tersebut dapat dilihat dalam Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Diameter dan distribusi ukuran partikel PPS dan PPSF

Ukuran Partikel	PPS (%)	PPSF (%)
Rata-rata ( $\mu\text{m}$ )	17,97	1,25
Median ( $\mu\text{m}$ )	11,76	1,11
< 1 $\mu\text{m}$	0,00	26,99
1-10 $\mu\text{m}$	46,91	72,84
10-20 $\mu\text{m}$	22,32	0,01
20-40 $\mu\text{m}$	24,88	0,05
40-60 $\mu\text{m}$	5,82	0,00

Hasil yang diperoleh menunjukkan serbuk PPS dan PPSF paling banyak terdistribusi pada ukuran 1-10  $\mu\text{m}$ .

Hasil distribusi ukuran partikel PPSF lebih terdistribusi pada ukuran kurang dari 1  $\mu\text{m}$  dan antara 1-10  $\mu\text{m}$ . Hal itu mungkin disebabkan karena pada saat proses pengeringan langsung dihasilkan serbuk yang halus dan langsung diambil serbuknya dengan menggunakan sendok.

Hasil distribusi ukuran partikel PPS menunjukkan distribusi ukuran yang cukup tersebar pada beberapa diameter ukuran partikel. Hal itu mungkin disebabkan karena pada saat pengeringan PPS yang dihasilkan berupa gulungan-gulungan besar pada tampungan. Gulungan tersebut digiling dan diayak dengan menggunakan pengayak ukuran 100 mesh. Penyebaran ukuran itu mungkin disebabkan karena proses penggilingan yang tidak sempurna atau tidak merata sehingga ukuran partikel yang dihasilkan juga bervariasi meskipun sudah diayak dengan pengayak.

#### 4.4.1.2 Densitas *Bulk* dan Densitas Mampat

Hasil pengukuran densitas *bulk* dan densitas mampat menunjukkan PPS memiliki densitas *bulk* rata-rata sebesar 0,24 gram/ml dan densitas mampat rata-rata sebesar 0,39 gram/ml, sedangkan PPSF memiliki densitas *bulk* rata-rata sebesar 0,13 gram/ml dan densitas mampat rata-rata sebesar 0,20 gram/ml (Tabel 4.2).

Tabel 4.2 Karakterisasi fisika PPS dan PPSF

Karakterisasi	Parameter	PPS	PPSF
<b>Fisika</b>	Densitas <i>Bulk</i> (g/ml)	0,24 $\pm$ 0,00	0,13 $\pm$ 0,00
	Densitas Mampat (g/ml)	0,39 $\pm$ 0,01	0,20 $\pm$ 0,00
	Derajat Putih (%)	74,33 $\pm$ 0,14	75,85 $\pm$ 0,10

Densitas *bulk* PPS yang lebih besar dibandingkan dengan densitas *bulk* PPSF dipengaruhi oleh distribusi ukuran partikel keduanya. Serbuk PPSF memiliki ukuran partikel yang hampir seragam (Tabel 4.1), partikel serbuk lebih banyak terdistribusi pada ukuran kurang dari 10  $\mu\text{m}$ . Ukuran partikel serbuk PPSF yang seragam menyebabkan partikel tersusun rapi dan menghasilkan ruang antarpartikel yang besar sehingga menghasilkan volume *bulk* yang besar atau

densitas *bulk* yang kecil. Serbuk PPS memiliki distribusi ukuran yang tersebar sehingga ada partikel serbuk yang besar maupun partikel serbuk yang kecil, sehingga partikel serbuk yang kecil dapat mengisi ruang di antara partikel serbuk yang besar menghasilkan volume *bulk* yang kecil atau densitas *bulk* yang besar (Martin, 1993).

Sifat lain yang dapat diketahui dari nilai densitas *bulk* PPS dan PPSF adalah serbuk PPSF lebih ringan daripada serbuk PPS. Apabila serbuk PPS dan PPSF ditimbang dengan berat yang sama maka serbuk PPSF akan lebih banyak dibandingkan serbuk PPS karena volume *bulk* serbuk PPSF lebih besar daripada volume *bulk* PPS. Volume *bulk* yang lebih besar akan menghasilkan densitas *bulk* yang kecil, begitu juga sebaliknya. Hal itu menunjukkan densitas *bulk* PPSF lebih kecil daripada densitas *bulk* PPS (Martin, 1993).

Densitas mampat menunjukkan kemampuan maksimal suatu serbuk untuk memampatkan diri. Densitas mampat PPSF yang lebih kecil karena ukuran partikel serbuk PPSF lebih seragam daripada serbuk PPS. Ukuran partikel serbuk PPSF yang seragam akan membentuk susunan partikel yang rapi dan memiliki ruang antarpartikel, sehingga saat diberi ketukan ruang antarpartikel itu masih ada karena tidak ada partikel yang dapat menempati ruang tersebut, menghasilkan volume mampat yang besar. Volume mampat yang besar akan menghasilkan densitas mampat yang kecil. Hal itu yang menyebabkan densitas mampat yang dimiliki oleh PPSF lebih kecil dibandingkan densitas mampat PPS.

Densitas mampat PPSF lebih kecil dibandingkan densitas mampat PPS ini juga dipengaruhi oleh distribusi ukuran partikel kedua serbuk. Distribusi ukuran partikel PPS yang lebih tersebar menyebabkan partikel yang lebih kecil akan mengisi ruang yang antarpartikel lebih besar. Saat diberi ketukan maka akan terbentuk massa serbuk yang kompak karena partikel serbuk PPS saling mengisi sehingga menghasilkan volume mampat yang kecil. Volume mampat PPS yang kecil akan menghasilkan densitas mampat PPS yang besar. Hal itu yang menyebabkan densitas mampat yang dimiliki oleh PPS lebih besar dibandingkan densitas mampat PPSF.

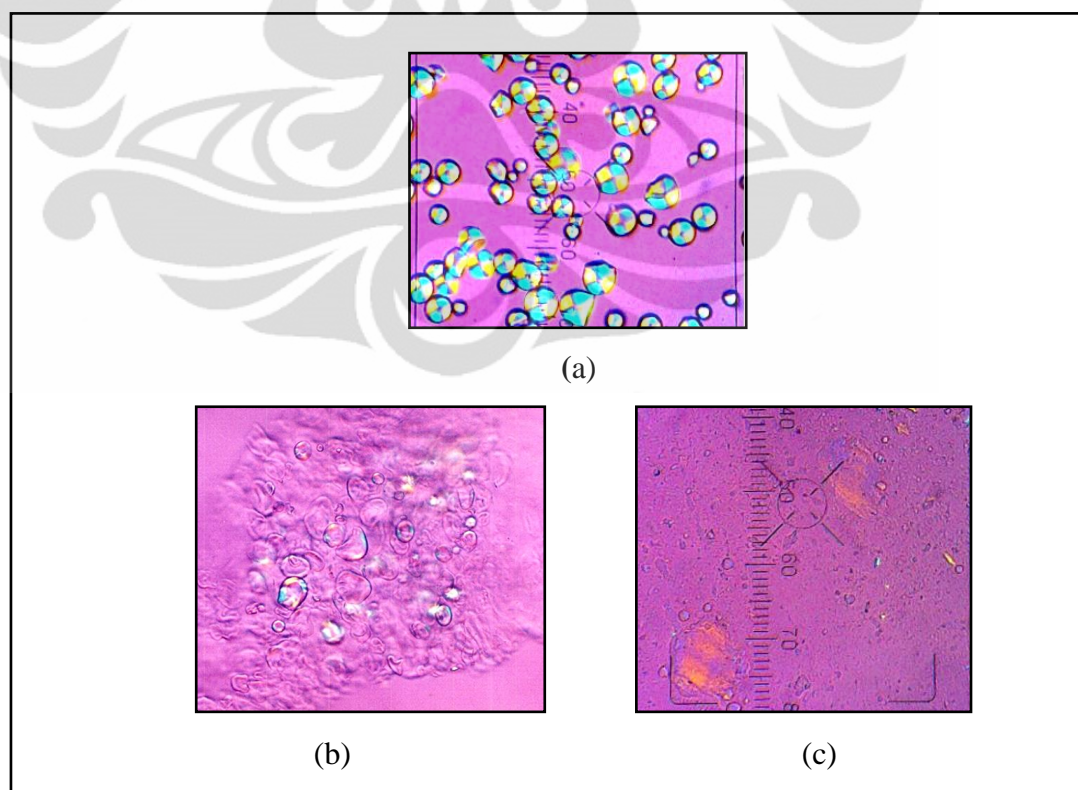
#### 4.4.1.3 Derajat Putih

Hasil pengukuran derajat putih PPS dan PPSF menunjukkan PPS memiliki nilai derajat putih rata-rata sebesar 74,33%, sedangkan PPSF memiliki nilai derajat putih rata-rata sebesar 75,85% (Tabel 4.2). Pengukuran derajat putih serbuk PPS dan PPSF dimaksudkan untuk mengetahui tingkat keputihan serbuk tersebut.

Hasil serbuk PPS kurang cerah dibandingkan serbuk PPSF mungkin dikarenakan suhu pengeringan pada saat pembuatan PPS lebih tinggi dibandingkan suhu pengeringan pada saat pembuatan PPSF. Pada pembuatan PPS, suhu pengeringan yang digunakan adalah 80°C yang dimaksudkan untuk terjadinya gelatinisasi, sedangkan pembuatan PPSF panas hanya digunakan untuk proses pengeringan.

#### 4.4.1.4 Sifat *Birefringence*

Hasil pemeriksaan sifat *birefringence* dari pati singkong, PPS dan PPSF dapat dilihat pada Gambar 4.1.

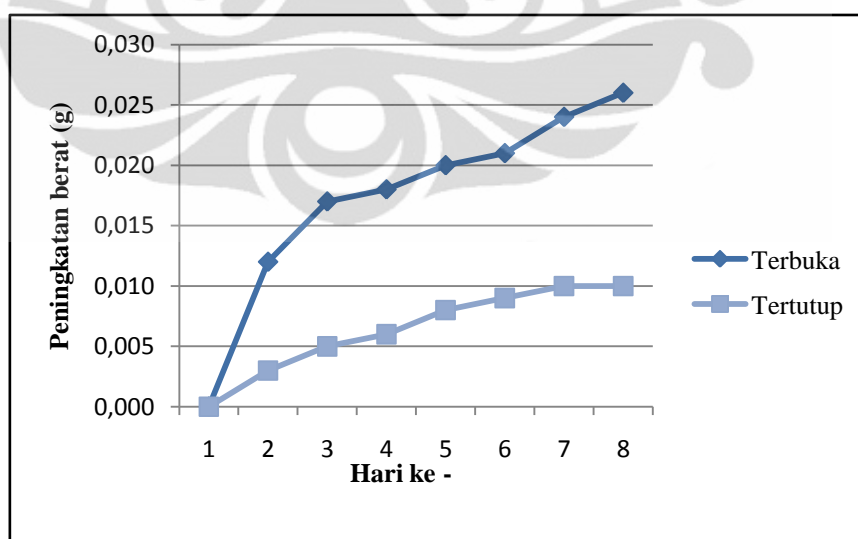


Gambar 4.1 Bentuk partikel (a) pati singkong, (b) PPS dan (c) PPSF yang dilihat dengan mikroskop cahaya terpolarisasi dengan perbesaran 400x

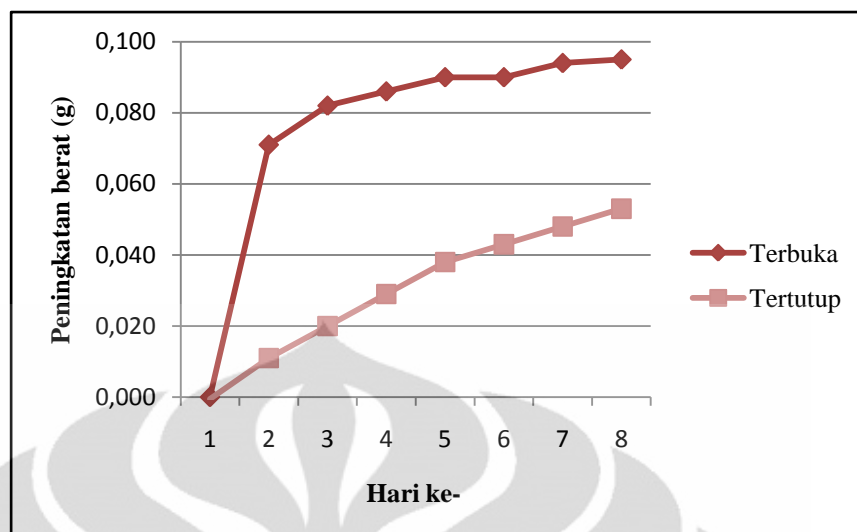
Pemeriksaan *birefringence* dilakukan pada pati singkong, PPS dan PPSF untuk membuktikan bahwa prigelatinisasi yang dilakukan merupakan prigelatinisasi sebagian. Dari hasil yang didapat menunjukkan PPSF sudah tidak ada granul pati yang utuh, hal itu ditunjukkan hilangnya sebagian besar *birefringence*. Hal itu dikarenakan pada pembuatan PPSF mengalami pemanasan berulang, pertama pada pembuatan PPS, pati dipanaskan di atas suhu gelatinisasinya dan pada saat pembuatan PPSF pemanasan dilakukan lagi untuk pengeringan. Hal itulah yang menyebabkan kerusakan granul semakin meningkat dan dapat dibuktikan dengan hampir tidak terlihatnya *birefringence*. Di samping itu, penyebab kehilangan sifat *birefringence* yang semakin meningkat disebabkan karena kondisi basa yang digunakan pada saat proses pembuatan PPSF yang dapat memecah sebagian granul (An-I dan Su-Lan, 1993).

#### 4.4.1.5 Higroskopisitas

Hasil pengujian higroskopisitas serbuk PPS dan PPSF menunjukkan adanya peningkatan berat baik serbuk PPS maupun PPSF selama 7 hari dengan dua perlakuan yaitu plastik terbuka dan plastik tertutup. Hasil peningkatan berat kedua serbuk dapat dilihat pada Gambar 4.2, Gambar 4.3 dan Lampiran 15.



Gambar 4.2 Peningkatan berat serbuk PPS hasil uji higroskopisitas selama 8 hari pada plastik terbuka dan tertutup



Gambar 4.3 Peningkatan berat serbuk PPSF hasil uji higroskopisitas selama 8 hari pada plastik terbuka dan tertutup

Peningkatan berat serbuk pada perlakuan plastik yang terbuka lebih besar dibandingkan perlakuan plastik yang tertutup, baik PPS maupun PPSF. Hal tersebut dikarenakan, pada plastik yang terbuka kedua serbuk langsung terpapar udara lingkungan, sehingga memungkinkan penyerapan uap air atau kelembaban yang lebih banyak bila dibandingkan dengan plastik yang tertutup.

Penambahan berat pada serbuk PPS dan PPSF menunjukkan bahwa kedua serbuk memiliki sifat higroskopisitas, sehingga pada saat penyimpanan kedua serbuk perlu disimpan pada wadah yang tertutup baik dan rapat.

#### 4.4.1.6 Sifat Termal

Hasil yang diperoleh melalui pengujian sifat termal adalah PPS memiliki jarak lebur antara  $39^{\circ}\text{C}$  -  $135,5^{\circ}\text{C}$ , titik lebur pada suhu  $72^{\circ}\text{C}$ , dan  $\Delta H$  sebesar 211 J/g. Untuk PPSF, jarak lebur antara  $39^{\circ}\text{C}$  -  $133,8^{\circ}\text{C}$  titik leburnya pada suhu  $67,5^{\circ}\text{C}$ , dan  $\Delta H$  sebesar 201 J/g. Kalor yang dibutuhkan bahan untuk melebur dinyatakan sebagai  $\Delta H$ .

Sifat termal dari PPSF sangat penting untuk diketahui. Sebagai eksipien baru, PPSF harus memiliki data monografi yang cukup lengkap untuk dapat dimanfaatkan secara luas dalam bidang industri. Adanya data sifat termal ini dapat mendukung formulator untuk memilih metode pembuatan sediaan yang sesuai dengan sifat yang dimiliki oleh PPSF.

#### 4.4.2 Karakterisasi Kimia

##### 4.4.2.1 Sisa Pemijaran

Hasil uji sisa pemijaran terhadap PPS dan PPSF menunjukkan PPS memiliki kadar abu rata-rata sebesar 0,20% sedangkan PPSF memiliki kadar abu rata-rata sebesar 4,51% (Tabel 4.3). Persyaratan kadar abu di dalam Farmakope Indonesia edisi IV untuk pati singkong adalah tidak boleh dari 0,6%. Serbuk PPS memenuhi persyaratan sedangkan PPSF tidak memenuhi persyaratan yang ditentukan.

Tabel 4.3 Karakterisasi kimia PPS dan PPSF

Karakterisasi	Parameter	PPS	PPSF
<b>Kimia</b>	Sisa Pemijaran (%)	0,20 ± 0,03	4,51 ± 0,03
	Kadar air (%)	6,63 ± 0,21	7,80 ± 0,07
	pH	6,21	6,31
	Derajat Substitusi (%P)	-	0,05 ± 0,01
	Kandungan fosfor (%P)	0,01 ± 0,00	0,06 ± 0,01

Kadar abu PPSF yang besar mungkin disebabkan karena substitusi oleh natrium tripolifosfat dan juga kemungkinan disebabkan oleh adanya fosfat yang tidak bereaksi yang masih tertinggal. Jika dibandingkan penelitian sebelumnya, pembuatan prigelatinisasi pati singkong fosfat dengan  $\text{POCl}_3$ , kadar abu yang dimilikinya lebih kecil yaitu 0,82% mungkin disebabkan konsentrasi  $\text{POCl}_3$  yang digunakan hanya sedikit yaitu 0,5% dari berat kering pati dan yang dibuat dari  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  dengan konsentrasi 0,3% memiliki kadar abu sebesar 0,49% (Anwar, Khotimah dan Yanuar, 2006a). Jika dibandingkan dengan penelitian sebelumnya, kadar abu yang dimiliki oleh PPSF yang besar ini mungkin disebabkan penggunaan konsentrasi natrium tripolifosfat yang cukup besar yaitu 5% dari berat pati sehingga meninggalkan sisa pijar yang cukup besar.



#### 4.4.2.2 Kadar Air

Hasil penentuan kadar air menggunakan alat *moisture balance* serbuk PPS dan PPSF diperoleh kadar air PPS sebesar 6,63%, sedangkan PPSF memiliki kadar air sebesar 7,80% (Tabel 4.3). Pada umumnya, berbagai jenis pati mengandung air 10-20% (Swinkles, 1985). Menurut Farmakope Indonesia Edisi IV, kadar air tidak boleh lebih dari 15%. Hasil pengujian kandungan air PPS dan PPSF masuk dalam kisaran kandungan air dalam pati pada umumnya. Kadar air akan mempengaruhi kestabilan serbuk selama penyimpanan. Kadar air yang tinggi akan menjadi media yang baik untuk pertumbuhan mikroba sehingga akan mengganggu kestabilan bahan selama penyimpanan sehingga kadar air PPS dan PPSF harus diperhatikan untuk menjamin kestabilan serbuk PPS dan PPSF selama penyimpanan (Bush, 2007).

#### 4.4.2.3 Derajat Keasaman (pH)

Hasil pengukuran pH terhadap PPS dan PPSF adalah PPS memiliki pH sebesar 6,21 sedangkan PPSF memiliki pH sebesar 6,31 (Tabel 4.3). Pengukuran ini dilakukan untuk mengetahui derajat keasaman suatu bahan. Hasil tersebut menunjukkan jika PPS dan PPSF memiliki sifat netral. Derajat keasaman keduanya memenuhi syarat yang ditentukan dalam USP30-NF25. Untuk pati terpragelatinisasi, rentang pH yang diperbolehkan adalah 4,5-7 dan PPS memiliki pH yang memenuhi syarat yang ditentukan. Untuk pati terpragelatinisasi yang termodifikasi, rentang pH yang diperbolehkan adalah 3-9 dan PPSF memiliki nilai pH yang memenuhi syarat yang ditentukan. Dengan demikian PPSF pada pemanfaatannya akan lebih menguntungkan karena tidak mempengaruhi bahan lain dalam formula bila ditinjau dari segi derajat keasaman (pH).

#### 4.4.2.4 Derajat Substitusi

Derajat substitusi yang dimiliki oleh PPSF rata-rata sebesar 0,05% (b/b). Nilai derajat substitusi ini merupakan persen fosfor yang terkandung di dalam PPSF. Karena pati alami memiliki kandungan fosfor juga sehingga nilai derajat substitusi ini perlu dikurangi dengan kandungan fosfor di dalam pati alami.



Jika dibandingkan dengan penelitian yang pernah dilakukan, derajat substitusi yang diperoleh adalah sebesar 0,36% (Muhammad, *et al*, 1999). Perbedaan itu disebabkan pada penelitian tersebut menggunakan jenis pati yang berbeda yaitu pati sagu dan bukan pati terpragelatinisasi dan metode pembuatan menggunakan pemanasan pada suhu 130°C namun tidak dijelaskan dengan terperinci alat yang digunakan untuk proses pemanasan tersebut.

Derajat substitusi ditentukan dengan menggunakan serbuk yang sudah didialisa karena proses dialisa digunakan untuk menghilangkan fosfat yang tidak bereaksi sehingga hasil yang diperoleh adalah fosfor yang terikat pada pati (Stahl, *et al*, 2006).

#### 4.4.2.5 Kandungan Fosfor

Hasil pengujian kandungan fosfor terhadap PPS sebesar 0,01%, sedangkan PPSF memiliki kandungan fosfor sebesar 0,06% (Tabel 4.3). Kandungan fosfor PPS yang didapat pada penelitian ini yaitu sebesar 0,01% sesuai dengan beberapa literatur yang mencantumkan kandungan fosfor dari pati singkong sebesar 0,01% (Swinkles, 1985). Kandungan fosfor PPSF yang lebih tinggi dapat mengindikasikan bahwa adanya penambahan jumlah fosfor atau dengan kata lain ada fosfat yang terikat di dalam PPSF. Tujuan dilakukan penetapan kandungan fosfor adalah untuk mengoreksi derajat substitusi yang dinyatakan dalam persen fosfor dengan mengurangi kandungan fosfor PPSF dengan kandungan fosfor yang memang sudah ada di dalam PPS. Kandungan fosfor di dalam PPSF memenuhi syarat batas maksimum kandungan fosfor yang diperbolehkan di dalam *Food Chemicals Codex* dimana kandungan fosfor maksimum hasil modifikasi pati dengan menggunakan natrium tripolifosfat adalah 0,4%.

#### 4.4.3 Karakterisasi Fungsional

##### 4.4.3.1 Indeks Kompresibilitas

Hasil perhitungan indeks kompresibilitas menunjukkan PPS memiliki nilai indeks kompresibilitas rata-rata sebesar 38,98%, sedangkan PPSF memiliki nilai indeks kompresibilitas rata-rata sebesar 33,31% (Tabel 4.4). Nilai indeks kompresibilitas berhubungan erat dengan nilai densitas *bulk* dan densitas mampat

yang dimiliki oleh PPS dan PPSF. Nilai indeks kompresibilitas PPS sedikit lebih besar dibandingkan indeks kompresibilitas PPSF karena, baik densitas *bulk* maupun densitas mampat PPS lebih besar dibandingkan dengan densitas *bulk* dan mampat PPSF.

Tabel 4.4 Karakterisasi fungsional PPS dan PPSF

Karakterisasi	Parameter	PPS	PPSF
<b>Fungsional</b>	Indeks Kompresibilitas (%)	38,98 ± 3,36	33,31 ± 1,39
	Laju Alir (g/detik)	0,09 ± 0,00	0,03 ± 0,00
	Sudut Istirahat (°)	9,44 ± 0,60	10,70 ± 0,14
	Viskositas (cps)	13800	2645
	Kekuatan Gel (gF)	9,30 ± 1,37	8,70 ± 1,28

Nilai indeks kompresibilitas yang dimiliki oleh PPS dan PPSF termasuk kategori serbuk yang memiliki laju alir yang sangat buruk. Indeks kompresibilitas yang baik memiliki nilai sebesar 5-16% (USP32, NF 27, 2009). Nilai indeks kompresibilitas menunjukkan sifat aliran dari suatu serbuk.

Serbuk PPS dan PPSF memiliki nilai indeks kompresibilitas yang besar, hal itu menunjukkan PPS dan PPSF memiliki laju alir yang buruk maka pemanfaatannya dalam pencetakan tablet sebaiknya tidak menggunakan metode cetak langsung tetapi mungkin dapat menggunakan metode granulasi basah agar dimanfaatkan sebagai eksipien dalam pembuatan tablet (Gupta, 2008).

#### 4.4.3.2 Laju Alir

Hasil evaluasi laju alir menunjukkan PPS memiliki laju alir rata-rata sebesar 0,09 g/detik sedangkan PPSF memiliki laju alir rata-rata sebesar 0,03 g/detik (Tabel 4.4). Serbuk PPS dan PPSF sangat sulit untuk mengalir sehingga hanya sedikit saja serbuk yang keluar dari alat saat dilakukan evaluasi laju alir. Laju alir PPS dan PPSF yang buruk dipengaruhi oleh ukuran partikel serbuk dan sifat serbuk itu sendiri yang ringan (Martin, 1993). Sifat serbuk PPS dan PPSF yang ringan juga mempengaruhi laju alir dari kedua serbuk. Ukuran partikel PPS

dan PPSF tergolong kecil sehingga serbuk yang halus ini membatasi kemampuan serbuk untuk mengalir dengan bebas karena adanya gaya lekat antarpartikel yang sama dengan gaya gravitasi. Gaya lekat yang ada antarpartikel sama dengan gaya gravitasi inilah yang akan membatasi serbuk untuk mengalir. Ukuran partikel PPSF yang lebih kecil dibandingkan ukuran partikel PPS menyebabkan laju alir PPSF lebih kecil dibandingkan laju alir PPS (Martin, 1993).

Laju alir memiliki peran yang penting pada saat pencetakan tablet dimana laju alir akan mempengaruhi keseragaman bobot tablet saat proses pencetakan tablet. Laju alir PPS dan PPSF yang buruk ini menyebabkan keduanya tidak dapat digunakan untuk pencetakan tablet metode cetak langsung. Jika ingin memanfaatkan baik PPS maupun PPSF sebagai bahan tambahan dalam pembuatan tablet sebaiknya digunakan metode granulasi basah (Gupta, 2008).

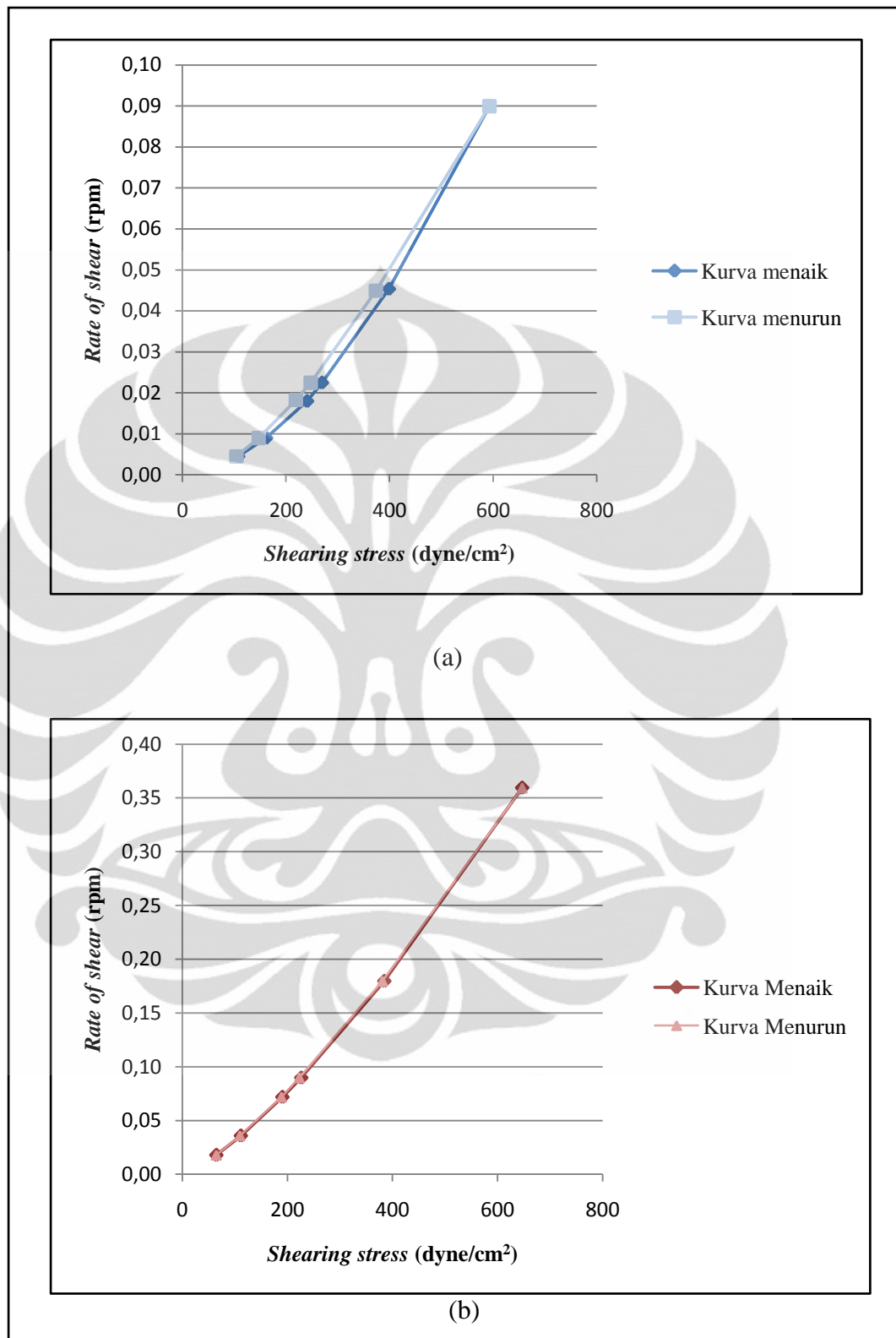
#### 4.4.3.3 Sudut Istirahat

Sudut istirahat yang dimiliki oleh PPS adalah  $9,44^\circ$  dan PPSF adalah  $10,70^\circ$  (Tabel 4.4). Sudut istirahat yang dimiliki oleh PPS dan PPSF tergolong kecil namun ini tidak menunjukkan PPS dan PPSF memiliki laju alir yang baik. Nilai sudut istirahat sampai dengan  $40^\circ$  menunjukkan serbuk memiliki laju alir yang baik sedangkan jika nilai sudut istirahat lebih dari  $50^\circ$ , serbuk memiliki laju alir yang buruk.

Secara teori, jika suatu serbuk memiliki sudut istirahat yang kecil yaitu sampai dengan  $40^\circ$  berarti serbuk tersebut memiliki laju alir yang baik, namun nyatanya PPS dan PPSF memiliki sudut istirahat yang kecil karena laju alirnya yang sangat buruk. Laju alir PPS dan PPSF yang sangat buruk itu menyebabkan serbuk yang keluar dari corong sangat sedikit sehingga menyulitkan dalam pengukuran sudut istirahat, baik PPS maupun PPSF.

#### 4.4.3.4 Viskositas

Nilai viskositas PPS dan PPSF merupakan hasil rata-rata dari nilai pembacaan pada kecepatan 0,5 rpm sampai 10 rpm. Dispersi PPS memiliki nilai viskositas yang lebih besar yaitu 13800 cps dibandingkan Dispersi PPSF yang memiliki nilai viskositas 2645 cps (Lampiran 17 dan Lampiran 18).



Gambar 4.4 Rheogram dispersi (a) PPS dan (b) PPSF dengan konsentrasi 15% pada medium aquadest

Hasil yang diperoleh menunjukkan dispersi PPS memiliki kekentalan yang lebih tinggi dibandingkan dispersi PPSF. Hasil itu menunjukkan terjadinya penurunan viskositas setelah dilakukan modifikasi kimia dengan natrium tripolifosfat. Berdasarkan literatur yang ada, penurunan viskositas menunjukkan adanya ikatan *crosslink* (Cui, 2005). Sifat penurunan viskositas yang dimiliki oleh dispersi PPSF ini mendukung dugaan jika reaksi dengan natrium tripolifosfat menghasilkan ikatan *crosslink* antara pati dengan natrium tripolifosfat.

Penurunan viskositas dispersi PPSF yang sudah membentuk ikatan *crosslink* dengan fosfat mungkin dikarenakan PPSF telah kehilangan gugus hidroksil, yang menyebabkan kemampuan PPSF untuk berinteraksi dengan air melalui pembentukan ikatan hidrogen antara gugus hidroksil pati dengan hidrogen dari air semakin berkurang sehingga menyebabkan viskositas dispersi PPSF lebih rendah dibandingkan dispersi PPS pada konsentrasi yang sama. Dispersi PPS memiliki viskositas yang lebih tinggi karena gugus hidroksil yang dimiliki PPS masih utuh sehingga lebih banyak gugus hidroksil yang dapat berinteraksi dengan air melalui ikatan hidrogen yang menyebabkan viskositas dispersi PPS lebih tinggi jika dibandingkan dispersi PPSF.

Penurunan viskositas PPSF juga dapat disebabkan karena daya mengembang PPSF yang lebih rendah dibandingkan PPS. Berdasarkan literatur yang ada, suatu pati yang memiliki indeks mengembang lebih kecil akan memiliki viskositas lebih kecil dibandingkan dengan pati yang memiliki indeks mengembang lebih besar akan memiliki viskositas lebih besar (Biliaderis, 2009).

Dispersi PPS memiliki jenis aliran pseudoplastis tiksotropik sedangkan PPSF memiliki jenis aliran pseudoplastis. Sifat PPSF yang dapat membentuk massa yang kental memungkinkan pemanfaatan PPSF sebagai bahan pengental dalam formulasi sediaan cair/*liquid* atau sebagai bahan pensuspensi namun masih membutuhkan penelitian lebih lanjut untuk membuktikan hal tersebut.

#### 4.4.3.5 Kekuatan Gel

Evaluasi kekuatan gel menunjukkan PPS memiliki nilai kekuatan gel rata-rata yang lebih tinggi yaitu 9,30 gF dibandingkan PPSF yang memiliki kekuatan gel rata-rata yaitu 8,70 gF (Tabel 4.4).

Hasil yang diperoleh menunjukkan kekuatan gel PPSF sedikit lebih kecil dibandingkan kekutan gel PPS. Hal itu sesuai dengan teori dimana dengan adanya ikatan *crosslink* maka akan mengurangi kekuatan gel (BeMiller dan Whistler, 2009).

Kekuatan gel PPSF yang lebih kecil dibandingkan PPS ini mungkin dapat mengindikasikan terbentuknya ikatan *crosslink* yang menyebabkan beberapa gugus hidroksil telah terikat dengan fosfat sehingga kemampuan PPSF untuk berinteraksi dengan air menurun. Penurunan kemampuan interaksi antara PPSF dengan air, yang disebabkan karena pengurangan jumlah gugus hidroksil yang dapat berinteraksi dengan air, akan menyebabkan kekuatan gel PPSF menurun. Meskipun gel PPSF mengalami penurunan sifat kekuatan gel, PPSF masih memiliki sifat untuk membentuk massa gel.

Kekuatan gel PPS lebih besar dibandingkan PPSF karena gugus hidroksil pada PPS masih utuh dan banyak sehingga dapat lebih mudah berinteraksi dengan air, lebih banyak ikatan hidrogel yang terbentuk sehingga menghasilkan gel yang rigid dan kuat.

#### 4.4.3.6 Indeks Mengembang

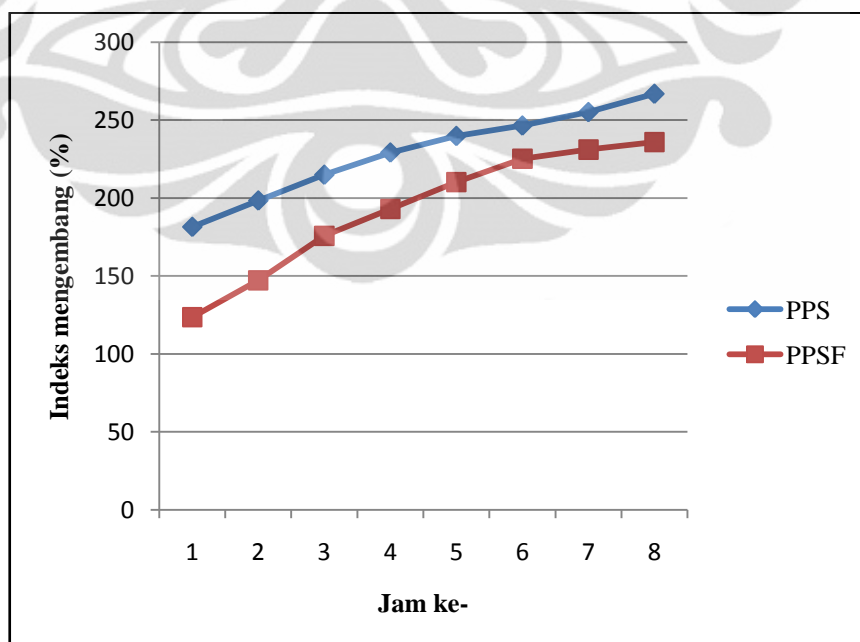
Hasil uji indeks mengembang dari PPS dan PPSF dapat dilihat pada Tabel 4.5 berikut ini :

Tabel 4.5 Indeks mengembang (%) PPS dan PPSF pada berbagai jenis medium selama 8 jam

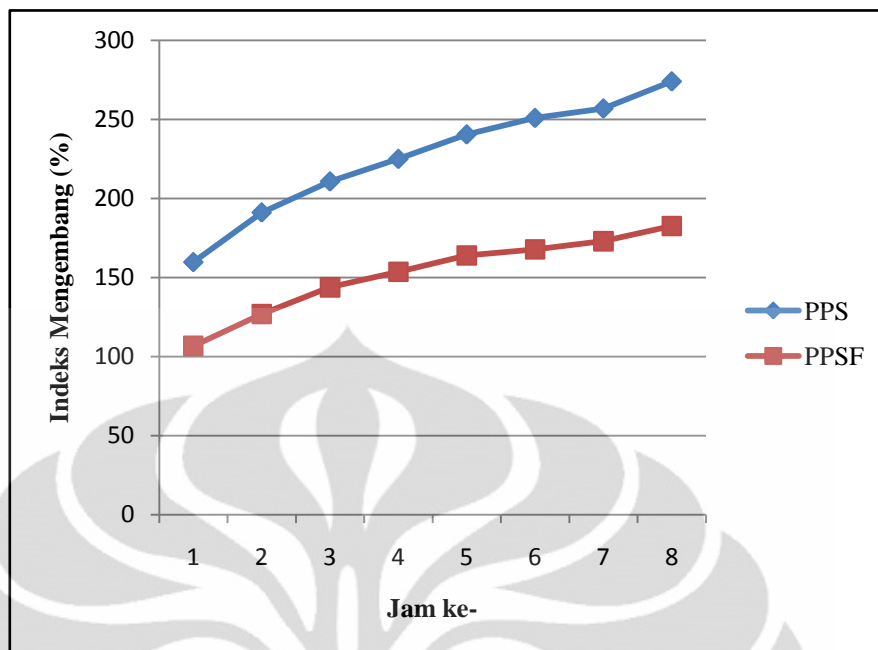
Jam ke-	PPS			PPSF		
	Aquadest	Larutan HCl pH 1,2	Larutan fosfat pH 7,2	Aquadest	Larutan HCl pH 1,2	Larutan fosfat pH 7,2
1	181,42	159,68	180,98	123,53	106,68	113,45
2	198,32	191,09	181,85	147,10	126,83	134,23
3	214,88	210,73	199,14	175,64	143,77	152,17
4	229,15	224,96	215,52	192,92	153,51	161,32
5	239,78	240,46	250,07	210,23	163,84	175,84
6	246,46	250,89	257,77	225,12	167,70	180,78
7	255,12	256,89	271,45	231,03	172,90	188,59
8	266,8	274,03	289,11	235,85	182,50	201,76

Indeks mengembang dinyatakan sebagai perbandingan selisih antara berat tablet setelah perendaman dan berat tablet kering setiap jam dengan berat tablet awal dikalikan 100. Indeks mengembang PPSF lebih rendah dibandingkan rasio mengembang PPS pada berbagai jenis medium. Hal itu dapat membuktikan adanya ikatan *crosslink* di dalam PPSF, karena ikatan *crosslink* dapat menghalangi pengembangan pati (Cui, 2005; BeMiller dan Whistler, 2009, Bertolini, 2010). Ikatan *crosslink* dapat menghalangi rantai polimer pati untuk berinteraksi satu dengan yang lainnya, membatasi PPSF terhadap penetrasi air dan juga dapat disebabkan karena ikatan *crosslink* dapat memperkuat ikatan hidrogen antar-rantai polimer di dalam pati sehingga dapat mencegah pati mengembang (Bea-Young dan Byoungseung, 2010). Adanya ikatan *crosslink* di dalam PPSF dapat membatasi sifat mengembang dari PPSF.

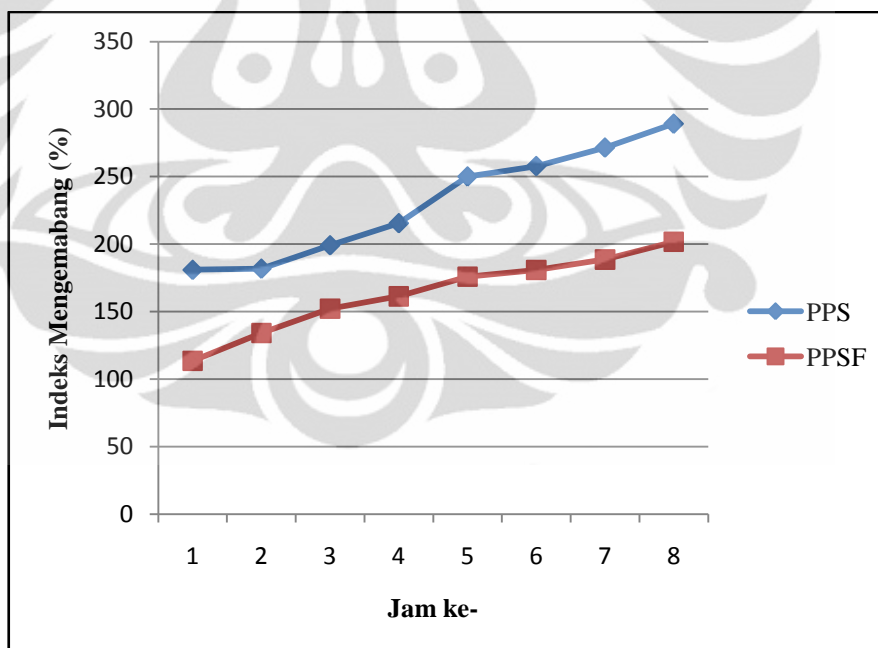
Indeks mengembang PPSF yang lebih rendah dibandingkan dengan PPS mungkin dapat dimanfaatkan untuk sistem penghantaran obat lepas terkendali (*sustained release*). Sifat PPSF yang tidak mudah mengembang akan menahan pelepasan obat atau melepaskan obat secara perlahan-lahan. Namun masih membutuhkan penelitian yang lebih lanjut lagi untuk membuktikannya.



Gambar 4.5 Nilai indeks mengembang PPS dan PPSF pada medium aquadest



Gambar 4.6 Nilai indeks mengembang PPS dan PPSF pada medium larutan HCl pH 1,2



Gambar 4.7 Nilai indeks mengembang PPS dan PPSF pada medium larutan fosfat pH 7,2

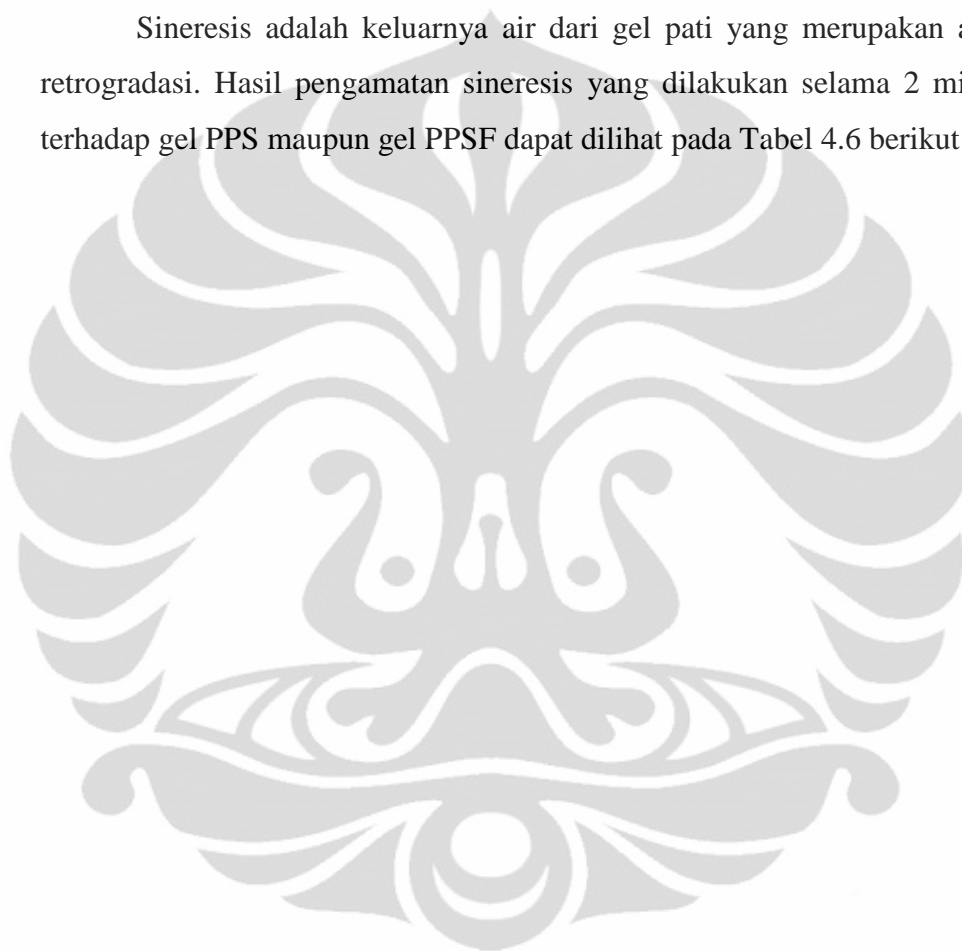
Peningkatan pH medium menyebabkan peningkatan daya mengembang PPSF karena eksipien ini merupakan hidrogel sensitif pH dimana pada pH yang lebih rendah, PPSF memiliki daya mengembang yang lebih kecil, sedangkan pada



pH yang lebih tinggi PPSF memiliki daya mengembang yang lebih besar. Pada penelitian ini tidak terlihat perubahan daya mengembang yang signifikan pada pH 6,8 dan 7,2 karena perbedaan pH medium yang tidak signifikan (Bajpai, Shukla, Bhanu, dan Kankane, 2008).

#### 4.4.3.7 Sineresis

Sineresis adalah keluarnya air dari gel pati yang merupakan akibat dari retrogradasi. Hasil pengamatan sineresis yang dilakukan selama 2 minggu baik terhadap gel PPS maupun gel PPSF dapat dilihat pada Tabel 4.6 berikut ini :



Tabel 4.6 Hasil pengamatan uji sineresis selama 14 hari

	Hari Ke-1		Hari ke-2		Hari Ke-3		Hari Ke-4		Hari Ke-5		Hari Ke-6		Hari Ke-7 - 11		Hari Ke-12 - 14	
PPS																
	SR	SK	SR	SK	SR	SK	SR	SK	SR	SK	SR	SK	SR	SK	SR	SK
5%	Baik		Bau	Baik	Bau	Baik	Sineresis	Baik	Sineresis	Baik	Sineresis	Sineresis	Sineresis	Sineresis	Sama seperti hari sebelumnya	
10%	Baik		Bau	Baik	Bau	Baik	Bau	Baik	Sineresis	Baik	Sineresis	Baik	Sineresis	Sineresis		
15%	Baik		Bau	Baik	Bau	Baik	Bau	Baik	Baik	Baik	Sineresis	Baik	Sineresis	Baik		
PPSF																
5%	Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Sineresis	Baik
10%	Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Sineresis	Baik
15%	Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Baik		Baik	Baik

Keterangan :

PPS : Prigelatinisasi Pati Singkong

PPSF : Prigelatinisasi Pati Singkong Fosfat

SR : Suhu Ruang

SK : Suhu Kulkas

Hasil pengamatan sineresis menunjukkan bahwa PPSF lebih stabil dibandingkan PPS. Gel PPSF yang diletakkan pada suhu ruang mulai menunjukkan tanda-tanda sineresis pada hari ke-12. Gel PPS yang diletakkan pada suhu ruang, pada hari ke-2 sudah mulai menunjukkan tanda-tanda ketidakstabilan yang ditandai dengan timbulnya bau dan pada hari ke-4 terjadi sineresis (keluarnya air). Untuk suhu kulkas gel PPSF masih stabil sampai hari ke-14 sedangkan gel PPS sudah tidak stabil pada hari ke-4 yang ditandai dengan sineresis. Pernyataan baik pada Tabel 4.3 dimaksudkan tidak terjadi perubahan bau, warna dan kekentalan yang hanya diamati secara visual (kualitatif).

Hal tersebut mungkin disebabkan adanya ikatan *crosslink* pada PPSF membuat PPSF lebih stabil daripada PPS. Adanya ikatan *crosslink* di dalam PPSF mampu untuk mencegah terjadinya retrogradasi yang akhirnya akan mencegah terjadinya sineresis (Tharanathan, 2005). Hal itu mungkin disebabkan ikatan *crosslink* yang kuat, sehingga ikatan-ikatan antarmolekul yang merupakan ikatan kovalen di dalam PPSF lebih kuat dibandingkan PPS yang hanya terdiri dari ikatan-ikatan hidrogen. Ikatan *crosslink* ini dapat mengikat air lebih kuat sehingga air yang sudah terikat tidak mudah untuk dilepaskan kembali.

Pada uji sineresis, dispersi PPSF yang diletakkan pada suhu ruang tidak berbau. Hal itu mungkin dikarenakan natrium tripolifosfat yang memiliki sifat sebagai pengawet ini sehingga dispersi PPSF yang diletakkan pada suhu ruang tersebut tidak berbau sampai hari ke-14.

#### 4.4.4 Karakterisasi Film

Karakterisasi sifat film PPSF dimaksudkan untuk mengetahui sifat-sifat yang dimiliki oleh film PPSF. Sifat film PPSF yang sudah diketahui, nantinya akan digunakan sebagai dasar untuk pengembangan penggunaan film PPSF dalam bidang farmasi seperti film untuk penyalut, penutup luka dan sistem penghantaran obat lainnya.

Hasil karakterisasi sifat film PPS dan PPSF dapat dilihat pada Tabel 4.7 berikut ini :

Tabel 4.7 Karakterisasi sifat film PPS dan PPSF

Karakterisasi Film	PPS	PPSF
Tebal (mm)	0,18 ± 0,01	0,23 ± 0,02
Pertambahan panjang (mm)	7,67 ± 1,36	6,33 ± 2,02
Elongasi (%)	38,33 ± 6,79	31,67 ± 10,12
Kuat tarik (N)	103,33 ± 7,64	8,00 ± 1,00
<i>Tensile strength</i> (N/m <sup>2</sup> ) x 10 <sup>6</sup>	56,34 ± 1,37	3,56 ± 0,57
Modulus Young (N/m <sup>2</sup> ) x 10 <sup>6</sup>	7,49 ± 1,19	0,62 ± 0,28

Berdasarkan sifat yang dimiliki, PPSF mungkin dapat dimanfaatkan untuk bahan penyalut (*coating*) dan penutup luka (*wound dressing*) namun membutuhkan penelitian lebih lanjut.

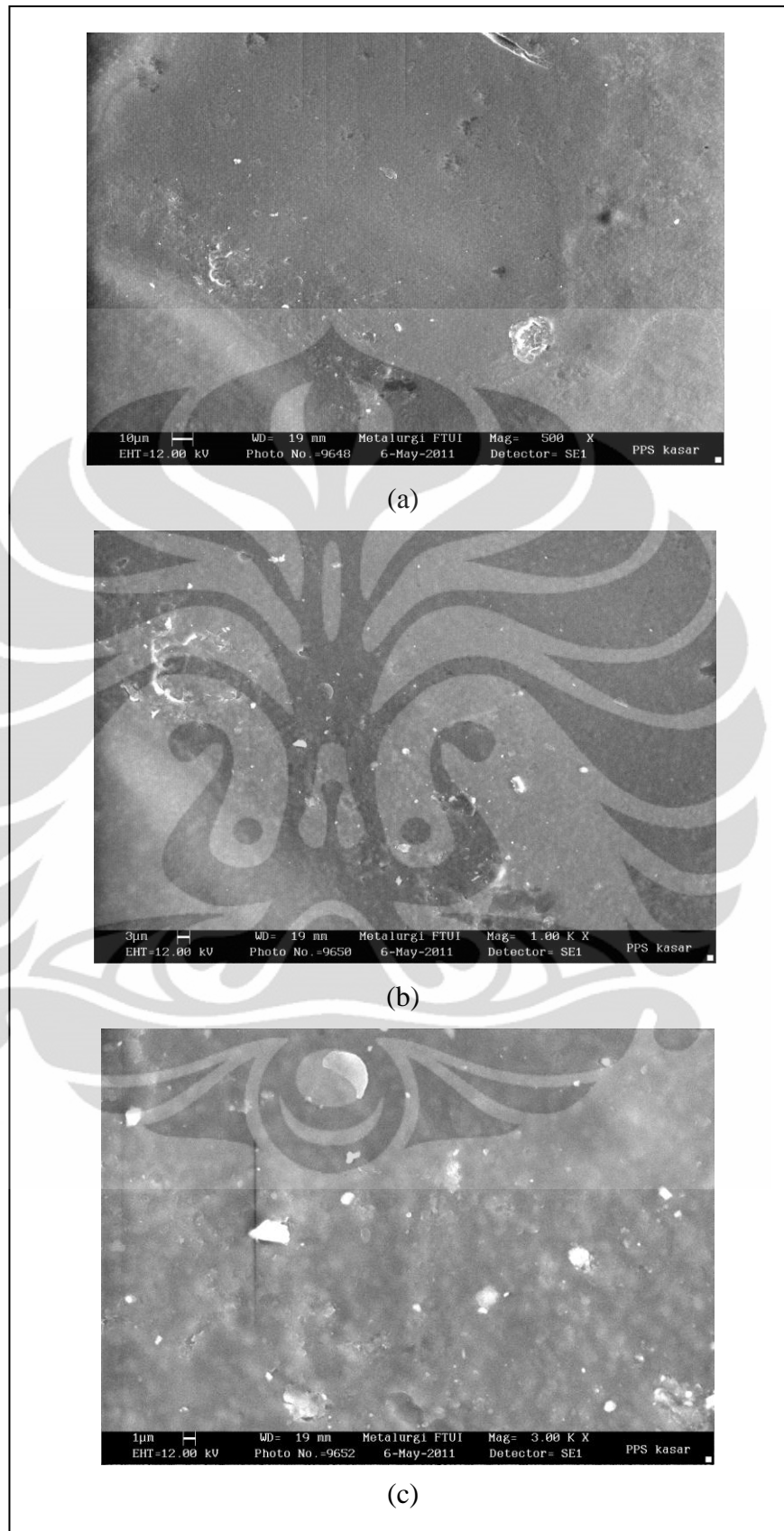
Film yang dihasilkan PPSF secara fisik lebih baik dibandingkan PPS karena pada saat dicetak dan dikeringkan, film PPSF yang kering dapat lepas hampir utuh dari cetakan, sedangkan film PPS tidak utuh bahkan ada yang masih lekat dengan cetakan. Namun pada saat pengujian elongasi dan kekuatan film menunjukkan bahwa film PPSF tidak lebih baik daripada film PPS.

Film PPS lebih kuat terhadap gaya mekanik daripada film PPSF. Gaya yang dibutuhkan untuk memutuskan film PPSF dengan ukuran yang sama yaitu panjang 2 cm dan lebar 1 cm juga lebih kecil dibandingkan film PPS. Ini menunjukkan film PPSF lebih tidak elastis dan lebih mudah putus dibandingkan film PPS. Hasil tersebut mungkin disebabkan karena PPSF yang *tercrosslink* sudah hilang beberapa ikatan hidrogen antarmolekulnya sehingga lebih mudah diputus dan lebih tidak elastis. Berbeda dengan PPS yang masih memiliki banyak ikatan hidrogen antarmolekulnya sehingga lebih kuat dan tidak mudah diputus saat ditarik.

Kadar air di dalam film juga diukur untuk mengetahui kandungan air di dalam film tersebut. Kadar air yang dimiliki oleh film PPS adalah 11,39% sedangkan kadar air yang dimiliki film PPSF adalah 9,20%. (Lampiran 19).

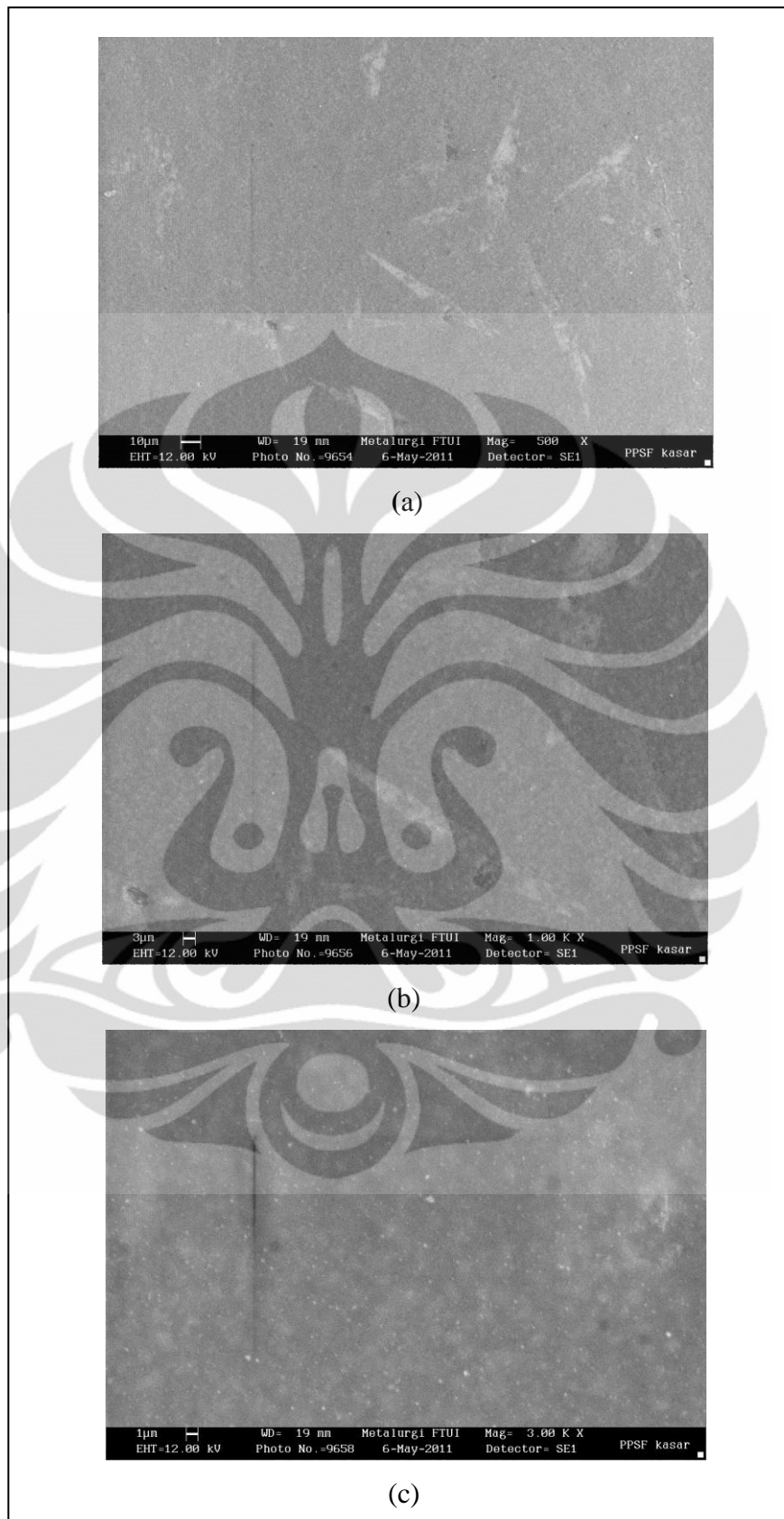
Bentuk permukaan film diamati menggunakan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM). Uji ini dilakukan untuk mengetahui bentuk permukaan film dari PPS dan PPSF. Hasil pengamatan bentuk permukaan film dapat dilihat pada Gambar 4.8 untuk film PPS dan Gambar 4.9 untuk film PPSF.

Universitas Indonesia



Gambar 4.8 Bentuk permukaan film PPS yang diamati dengan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) pada perbesaran ; (a) 500x, (b) 1000x dan (c) 3000x

Universitas Indonesia



Gambar 4.9 Bentuk permukaan film PPSF yang diamati dengan alat *Scanning Electron Microscope* (SEM) pada perbesaran ; (a) 500x, (b) 1000x dan (c) 3000x

Hasil pengamatan terhadap bentuk permukaan film menunjukkan film PPS memiliki bentuk permukaan yang sedikit kasar, sedangkan film PPSF memiliki karakteristik yang halus dan rapat.



## BAB 5 KESIMPULAN DAN SARAN

### 5.1 Kesimpulan

Pada penelitian ini, PPS telah berhasil dimodifikasi menjadi PPSF dengan derajat substitusi sebesar 0,05% (%P) dan nilai fosfor masih dalam batas yang diperbolehkan oleh *Food Chemical Codex*. Gel PPSF yang diletakkan pada suhu ruang masih stabil dan tidak mengalami sineresis sampai hari ke-11. Serbuk PPSF memiliki derajat putih sebesar 75,85%; sisa pemijaran 4,51%; kadar air 7,80%; derajat keasaman (pH) 6,31; indeks kompresibilitas sebesar 33,31%; laju alir 0,03 g/detik; sudut istirahat  $10,70^{\circ}$ ; viskositas sebesar 2645 cps pada konsentrasi 15%; kekuatan gel sebesar 8,70 gF pada konsentrasi 30% dan indeks mengembang PPSF selama 8 jam paling besar pada medium aquadest yaitu 235,85% dan paling kecil pada larutan HCl pH 1,2 yaitu 182,50%; elongasi film 31,67%, *tensile strength* film  $3,56 \times 10^6 \text{ N/m}^2$  dan modulus elastis film  $0,62 \times 10^6 \text{ N/m}^2$ .

Berdasarkan karakteristik yang dimiliki, PPSF mungkin dapat dimanfaatkan dalam formulasi tablet sebagai pengikat, matriks dalam sediaan *sustained release*, bahan penyalut baik salut film maupun salut gula, bahan pembentuk film untuk penutup luka, basis gel, bahan pengental dan bahan pensuspensi.

### 5.2 Saran

Selanjutnya perlu dilakukan penelitian untuk membuktikan kemampuan PPSF untuk digunakan sebagai eksipien dalam sediaan farmasi sebagai bahan pengental, bahan pensuspensi, bahan dalam formulasi sediaan *sustained release* dan bahan untuk membentuk film, baik untuk film penyalut, penutup luka (*wound dressing*) maupun film untuk berbagai jenis sediaan seperti bukal atau sublingual.



## DAFTAR ACUAN

- National Academy of Science. (2001). *Food Chemical Codex Fifth Edition*. USA. National Academy of Sciences.
- An-I, Y. dan Su-Lan Yeh.(1993). *Some Characteristics of Hydroxypropylated and Cross-Linked Rice Starch*. American Association of Cereal Chemists, 70(5), 596-601.
- Anwar, E., Khotimah, H., Yanuar, A. (2006a). *An Approach on Pregelatinized Cassava Starch Phosphate Esters as Hydrophilic Polymer Excipient for Controlled Release Tablet*. Journal Medical Science, 6(6), 923-929.
- Anwar, E., Yusmarlina, D., Rahmat, H., Kosasih. (2006b). *Fosforilasi pregelatinisasi pati garut (*Maranta arundinaceae L.*) sebagai matriks tablet lepas terkendali teofilin*. Majalah Farmasi Indonesia, 17(1), 37-44.
- Anwar, E., Anthokalina, Harianto. (2006c). *Pati Pregel Pati Singkong Fosfat Sebagai Bahan Pensuspensi Kering Ampisilin*. Majalah Ilmu Kefarmasian Vol II, No.3, 117-126.
- Ansel, H.C., Allen, L. V., Popovich, N. G. (1999). *Pharmaceutical Dosage Forms and Drug Delivery Systems Seventh Edition*. USA: Lippincott Williams & Wilkins, 234.
- Aulton, Michael, E. (1988). *Pharmaceutics: The Science of Dosage Form Design*. New York. Churchill Livingstone, 306-309.
- Bajpai, A. K., Shukla, S. K., Bhanu, S., Kankane, S. (2008). *Responsive polymers in controlled drug delivery*. Science Direct Journal, 33(11), 1088-1118.
- Bauer, K. H., Lehmann, K., Osterwald, H. P., Rothgang, G. (1998). *Coated Pharmaceutical Dosage Forms, Fundamentals, Manufacturing Techniques, Biopharmaceutical Aspects, Test Methods and Raw Materials*. Boca Raton: CRC Press, 188-189.

- Bea-Young Kim dan Byoungseung Yoo. (2010). *Effect of Cross-linking on The Rheological and Thermal Properties of Sweet Potato Starch*. Korea : Departement of Food Science and Technology, Dongguk University.
- BeMiller, J. dan Whistler, R. (2009). *Starch : Chemistry and Technology*. USA : Elsevier, 151, 343.
- Bertolini, Andrea C. (2010). *Starch : Characterization, Properties, and Applications*. Boca Raton : CRC Press, 146,159,160,162.
- Bohm, K.M., Kolter, K. 2008. *Influence of Modified Starch on Gelatin- Free Soft Capsule Films*. Jerman : BASF SE, R& D Management Excipient.
- Brautlecht, Charles Andrew. 1953. *Starch, Its Sources, Production and Uses*. New York : Reinhold Publishing Corporation, 209,214,343.
- Bush, D. (2007, Febuari). *Food Preservation and Processing Technology*. Mei 2011.<http://www.extension.purdue.edu/extmedia/FS/FS-15-W.pdf>.
- Chinnasarn, K., Chinnasarn S., Pyle, D.L.(2006). *Identification of Surimi Gel Strength Classes using Backpropagation Neural Network and Principal Component Analysis*. Thailand : Burpha University.
- Cui, Steve W, Qiang, L., Shery X. X. (2005). *Starch Modification and Applications*. Di Dalam Food Carbohydrate, Chemistry, Physical Properties and Application. Boca Raton : CRC Press.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia . *Farmakope Indonesia* (Ed. Ke-3). (1995). Jakarta : Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 925-926.
- Fleche G.(1985).*Chemical Modification And Degradation*. Di dalam G.M.A Van Beynum dan J,A Roels. *Starch Conversion Technology*. London : Chapman and Hall, 71,179.
- Gupta, Vishal K. (2008, Febuary). *Overview of Tablet Excipients*. Presentasi dipaparkan pada 43th Annual AAPS Arden Confrence, West Point, NY.

- Huijun, L., Ramsden, L., Corke, H. (1999) . *Physical Properties and Enzymatic Digestibility of Phosphorylated and Normal Maize Starch Prepared at Different pH Level*. Hongkong : American Association of Cereal Chemist, 76(6), 938-943.
- Katdare, A., Mahesh V. Chaudhari.(2006).*Excipient Development for Pharmaceutical, Biotechnology, and Drug Delivery Systems*. USA : Informa Healthcare USA, 1,155.
- Liebermann, H.A., Lachman, L., Kanig, J.L. (1989). *Teori dan praktek farmasi industri* (Ed. Ke-3) (Siti Suyatmi, Penerjemah). Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia, 140-142.
- Lim, S., & Seib, P. A. (1993). *Preparation and pasting properties of wheat and corn starch phosphates*. USA : American Association of Cereal Chemistry.
- Majzoubi, M., Radi, M., Farahnaky, A., Jamalain, J., Tongdang,T. (2009). *Physico-chemical Properties of Phosphoryl Chloride Cross-linked Wheat Starch*. Iran Polymer Journal 18(6) : 491-499.
- Manoi, K. and Rizvi, S.S.H. (2010). *Physicochemical characteristics of phosphorylated cross-linked starch produced by reactive supercritical fluid extrusion*. USA : Elsevier Ltd.
- Martin, Alfred. (1993). *Physical Pharmacy*. London : Lea & Febiger, 444-445
- Mathur, Aradhana. (2003). *Studies on Phosphorylation Status on Starch in Potato Tubers*. Patiala : Thapar Institute of Engineering and Technology.
- Muhammad, K, Hussin, F., Man, Y.C., Ghazali, H.M., Kennedy, J.F. (1999). *Effect of pH on Phosphorylation of Sago Starch*. Elsevier Science Ltd
- Qiang, L. (2005). *Understanding Starches and Their Role in Foods*. Di Dalam Food Carbohydrate, Chemistry, Physical Properties and Application. Boca Raton : CRC Press.

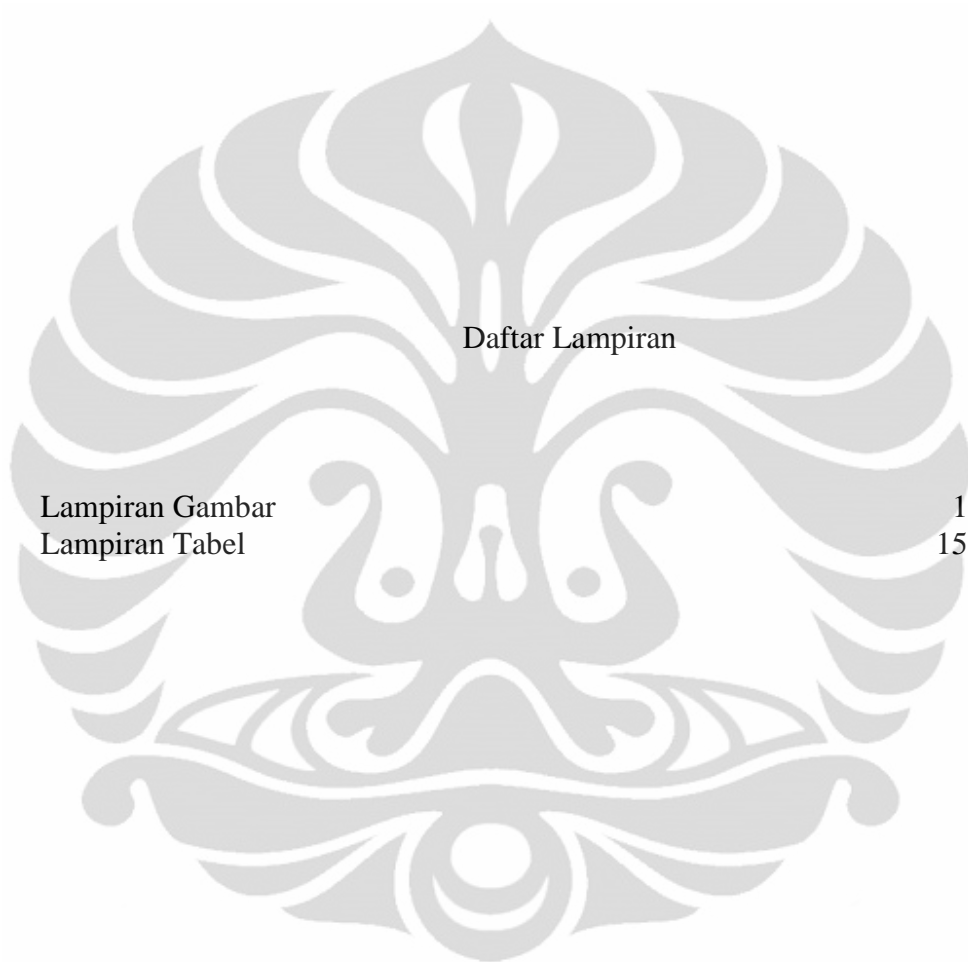
- Rowe, R.C., Sheskey, P.J. , Owen, S.C. (2006). *Handbook of Pharmaceutical excipients*. USA : Pharmaceutical Press, 725-726, 732-733.
- Swinkles J.J.M. (1985). *Source of Starch, Its Chemistry and Physics*. Di Dalam : Starch Conversion Technology. G.M.A Van Beynum and J.A Roles. New York : Marcel Dekker Inc, 15-46.
- Tharanathan, R.N. (2005). *Starch-Value Addition by Modification*. India : Departemen of Biochemistry and Nutrition, Central Food Technological Research Institute.
- United States Pharmacopeial Convention. United States of Pharmacopoeia (Ed. Ke-30). (2007). USA: United States Pharmacopeial Convention, 643.
- United States Pharmacopeial Convention. United States of Pharmacopoeia (Ed. Ke-32). (2009). USA: United States Pharmacopeial Convention, 226.
- Voigt, R. (1995). *Buku Pelajaran Teknologi Farmasi* (Soendani Noerono Soewandhi & Mathilda B. Widiyanto, Penerjemah). Yogyakarta : Gadjah Mada University Press.
- Wadchararat, C., Thongngam, M., Naivikul, O. (2006). *Characterization of Pregelatinized and Hot Moisture Treated Rice Flour*. Thailand : Kasertsart Journal National Science.
- Wagenigen Universty. (2011, March 6). *Starch*. 19 Mei 2011. <http://www.food-info.net/uk/carbs/starch.htm>.
- Wattanachant, S., Muhammad, S. K. S., Hashim, D.M., Rahman, R.A. (2002). *Characterisation of Hydroxypropylated Crosslinked Sago Starch As Compared to Commercial Modified Starches*. Thailand : Songklanakarin Journal Science Technology.
- Wurzburg, O.B. (1989). *Modified Starches: Properties and Uses*. Florida : CRC Press, 43.

Yesmin, F., Talukder, M. M. U., Islam, M.S., Laila, S., Haque, T. (2008). *Evaluation of Aceclofenac Agarose Beads Prepared by Ionotropic Gelation Method*. Stamford Journal of Pharmaceutical Sciences.1(1&2),10-17.

Yihong, Q., Yisheng, C., Geoff G. Z. Z. (2009). *Developing Solid Oral Dosage Forms, Pharmaceutical Theory and Practice*. USA : Elsevier, 169-170.





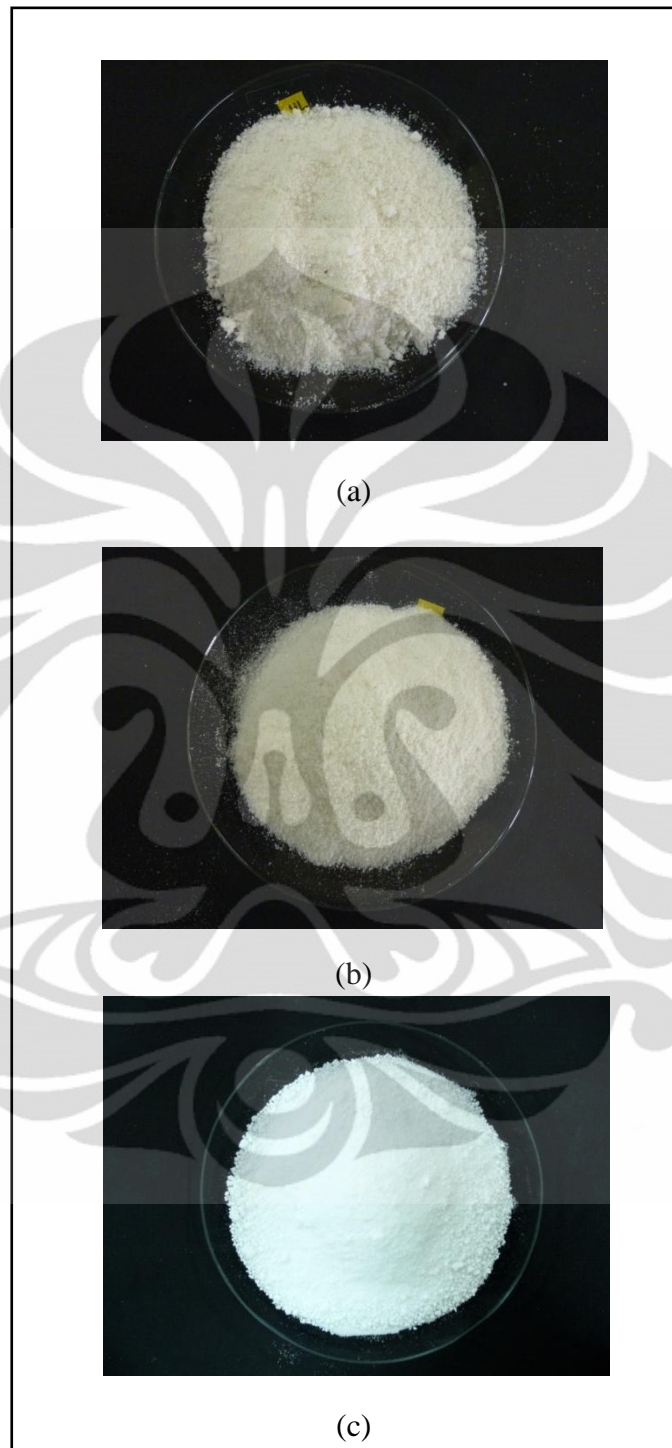


Daftar Lampiran

Lampiran Gambar  
Lampiran Tabel

1 - 14  
15 - 21

## Lampiran 1. Serbuk yang digunakan selama penelitian



Keterangan : a = Serbuk PPS

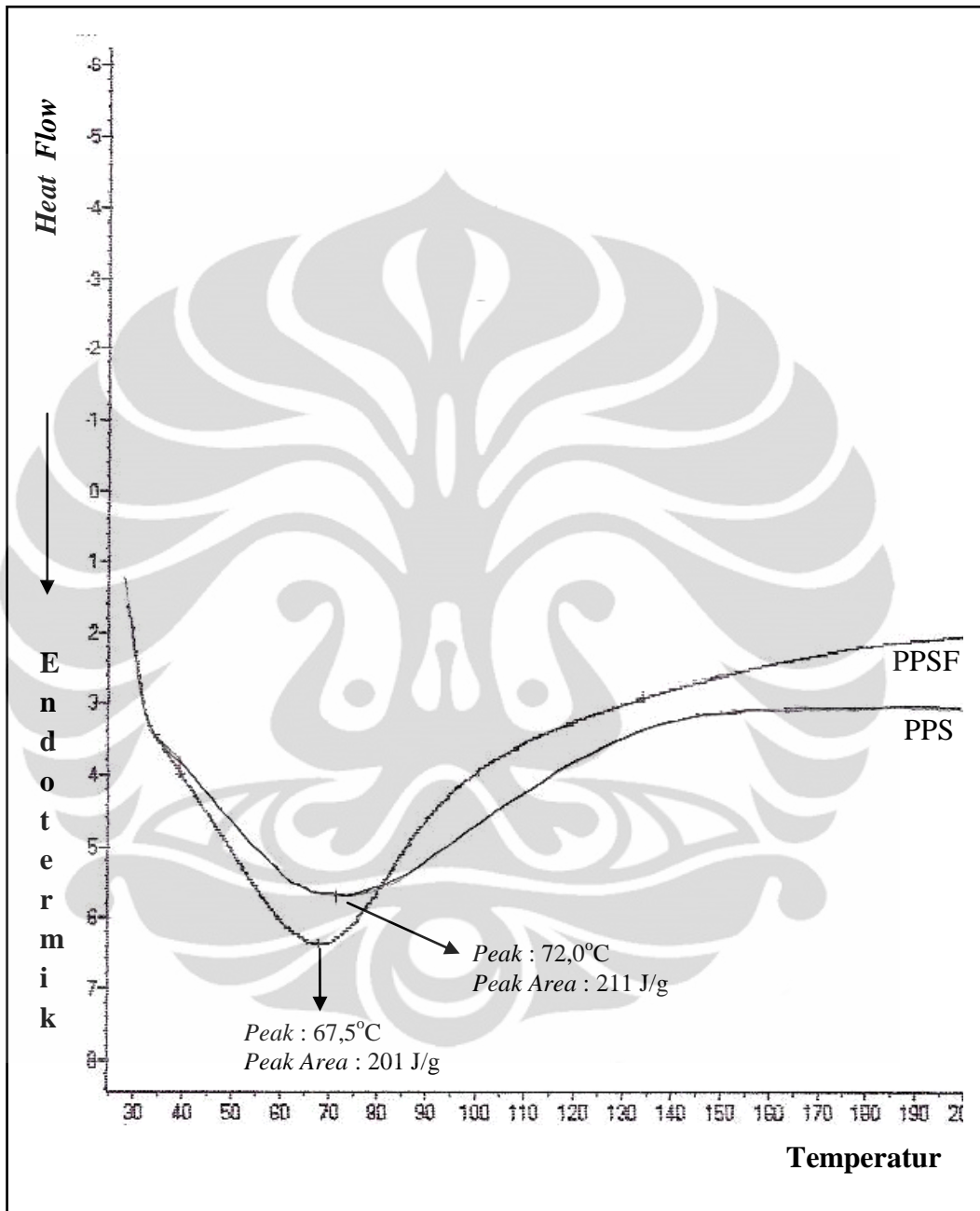
b = Serbuk PPSF

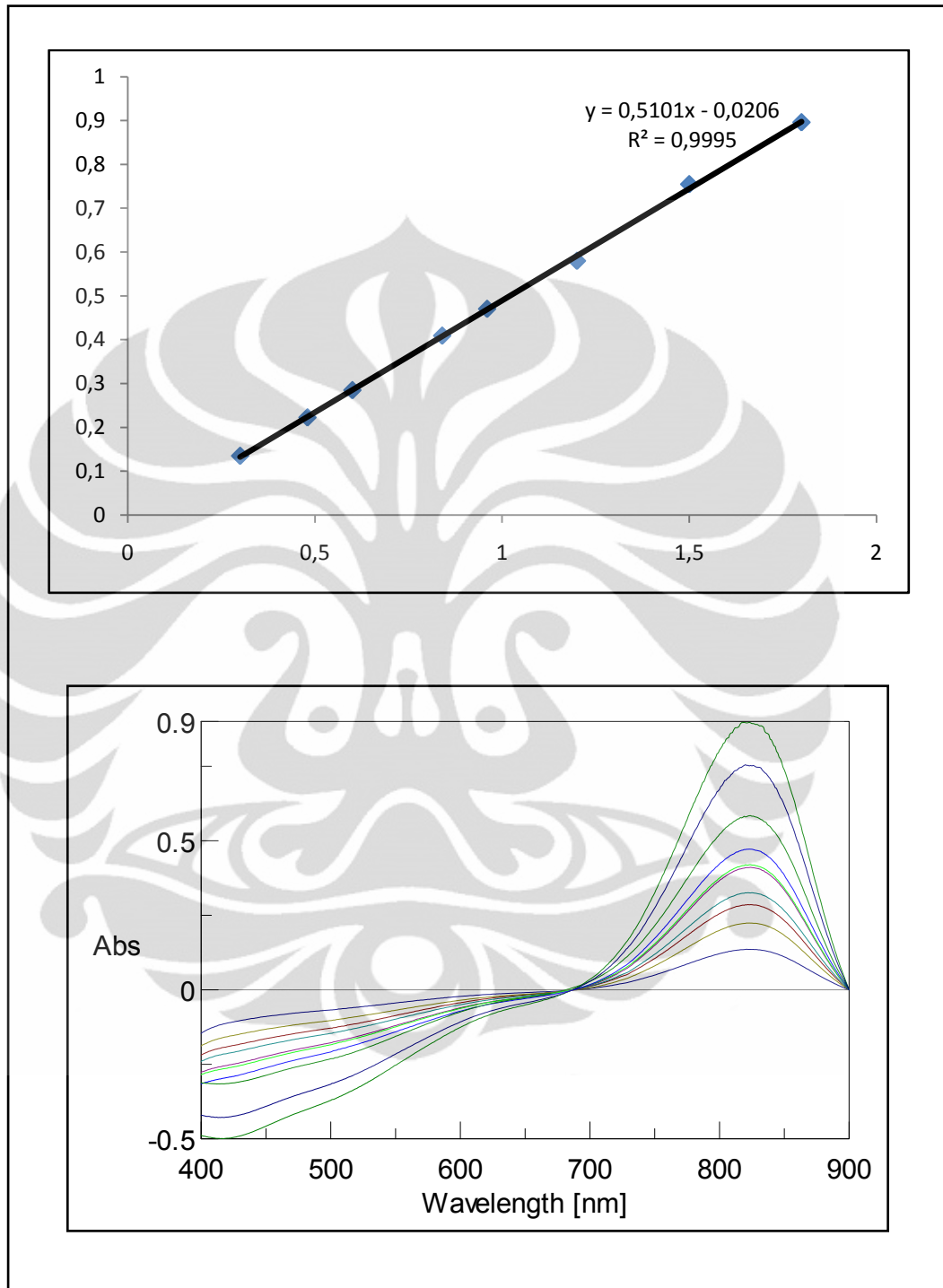
c = Serbuk natrium tripolifosfat



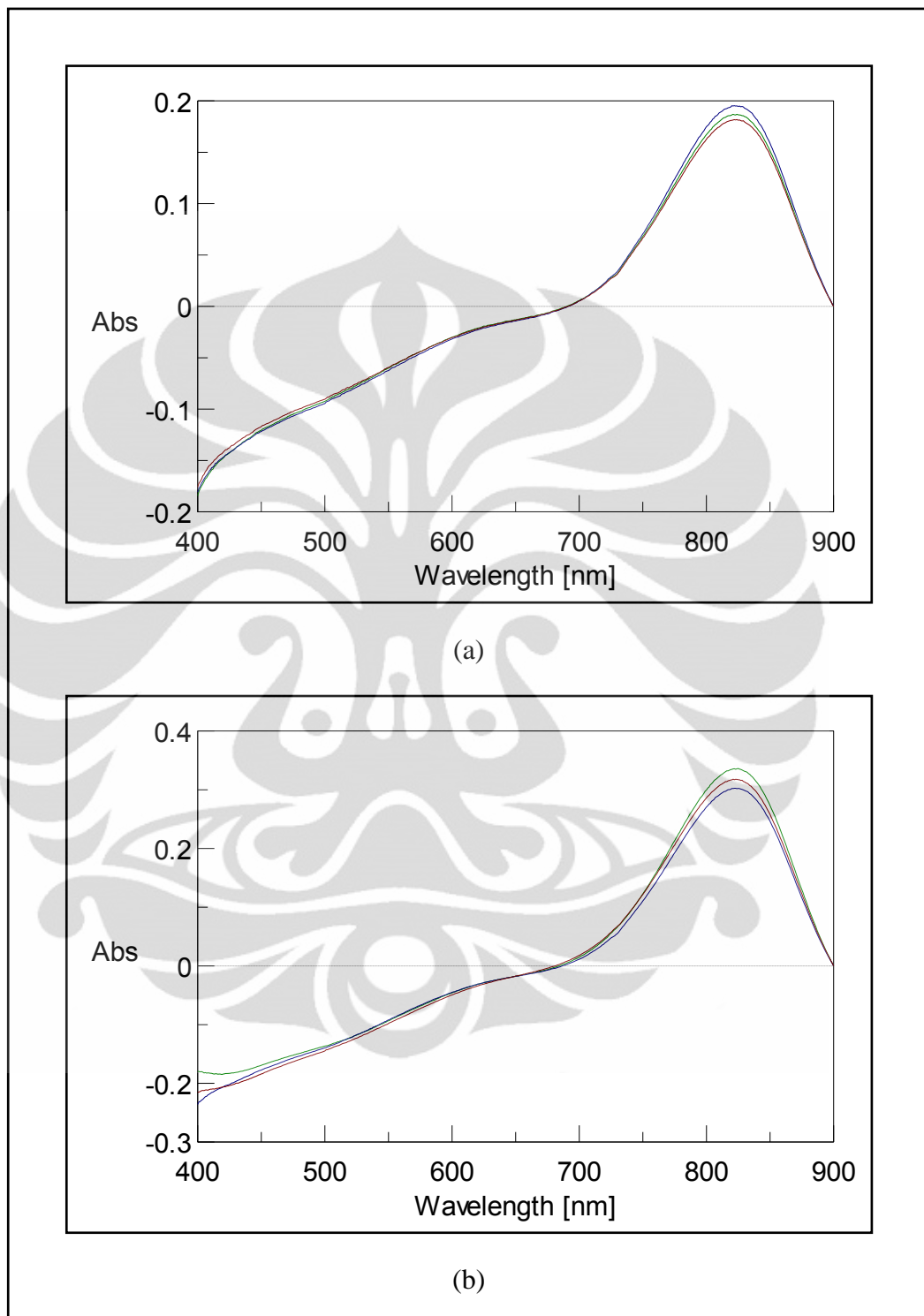
## Lampiran 2. Sifat termal PPS dan PPSF dengan menggunakan DSC

(telah diolah kembali)

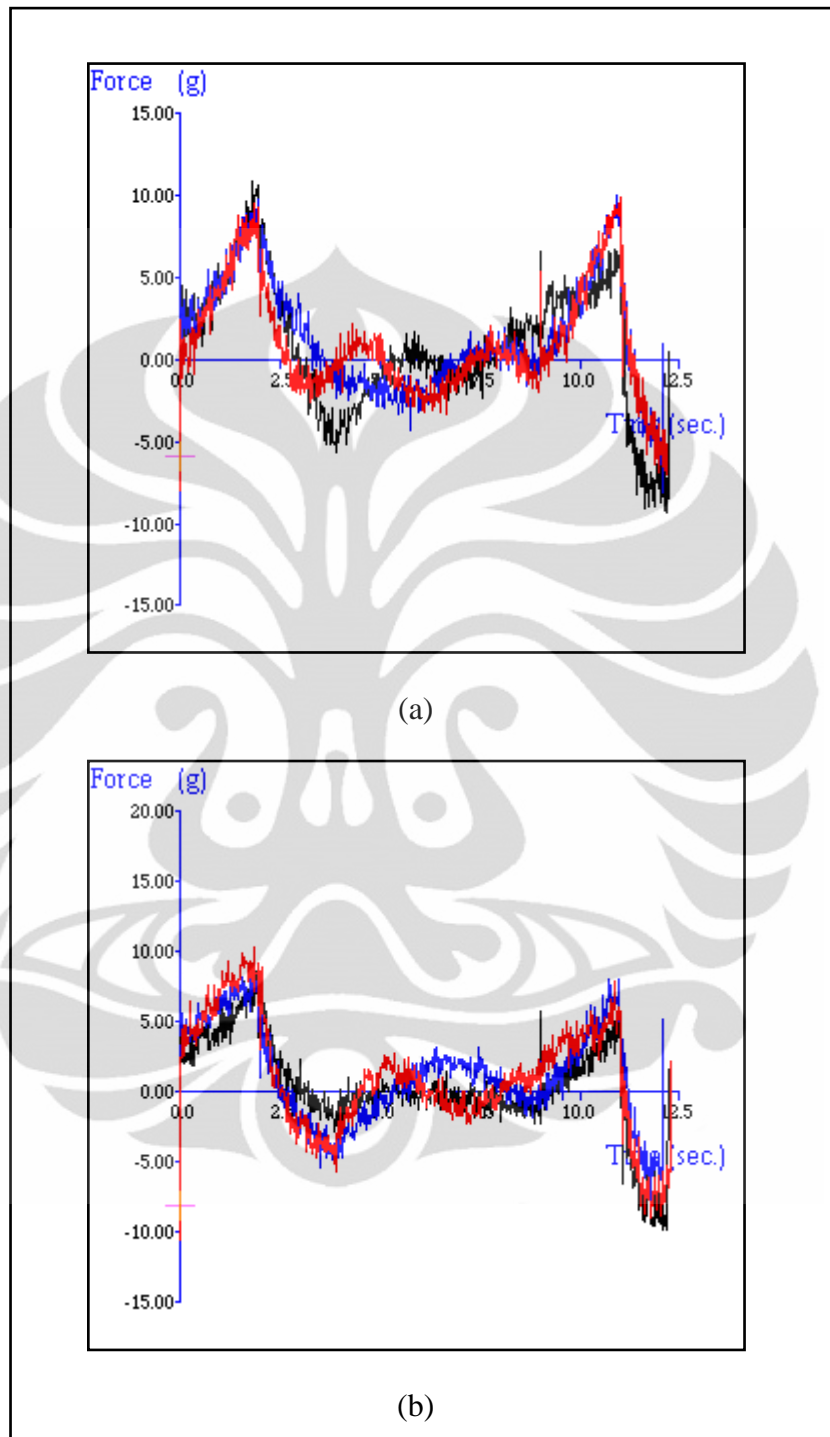


Lampiran 3. Kurva kalibrasi  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  pada panjang gelombang 820 nm.

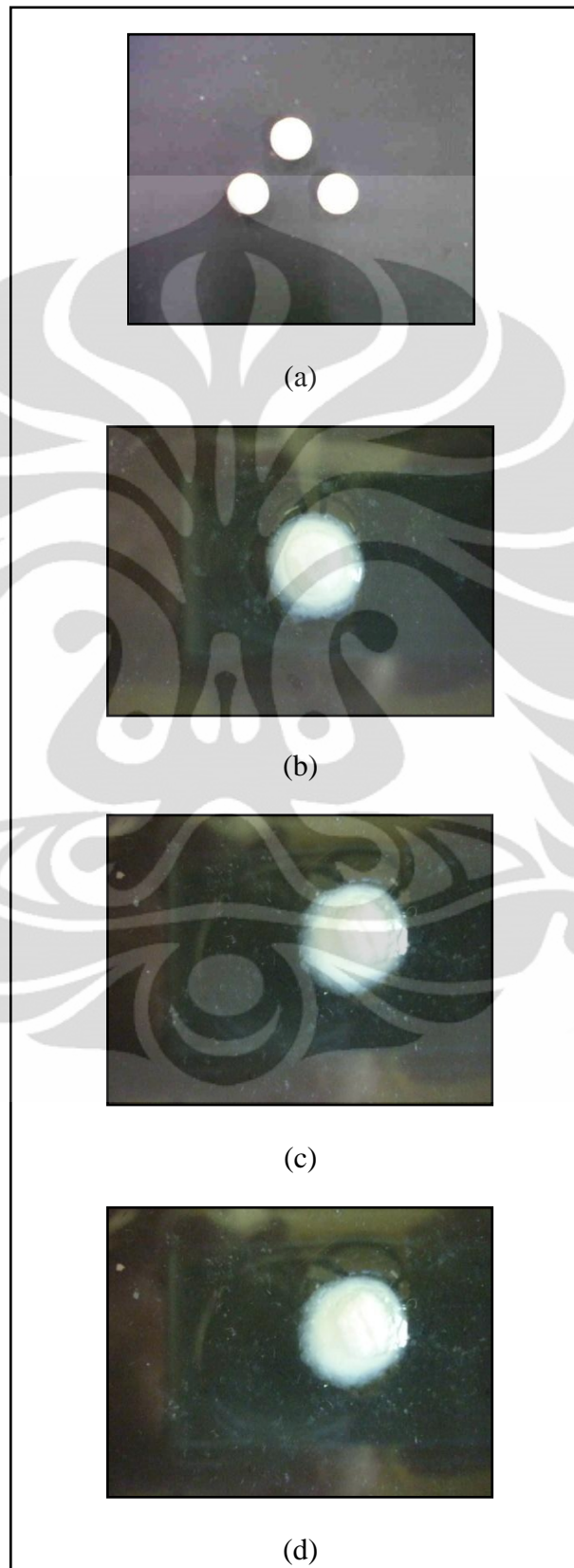
Lampiran 4. Kurva serapan (a) PPS dan (b) PPSF.



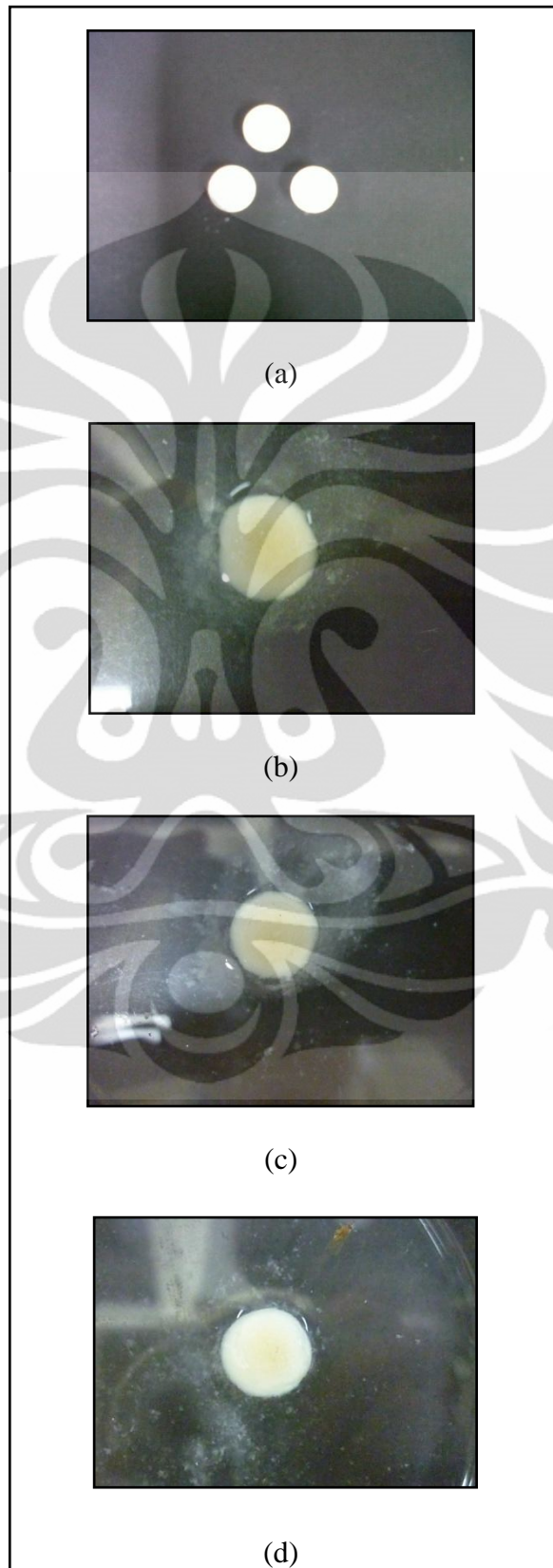
Lampiran 5. Grafik kekuatan gel (a) PPS dan (b) PPSF



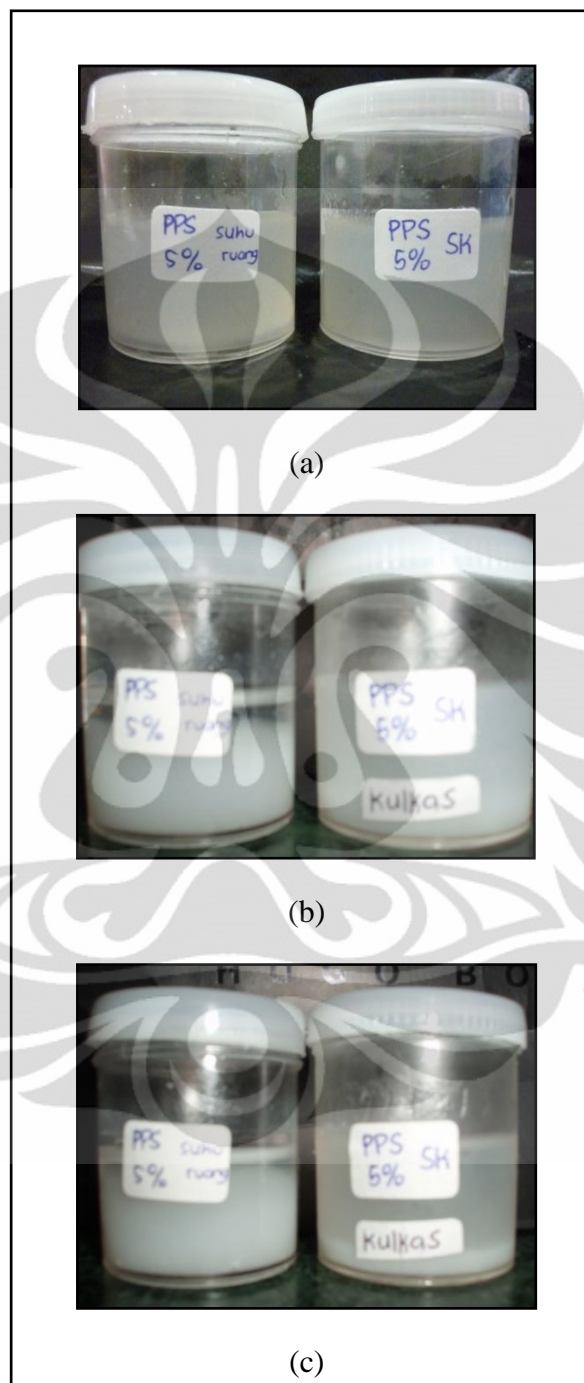
Lampiran 6. Bentuk tablet hasil uji indeks mengembang PPS pada jam ke-8 (a) tablet awal, (b) dalam aquadest, (c) dalam larutan HCl pH 1,2 dan (d) dalam larutan fosfat pH 7,2



Lampiran 7. Bentuk tablet hasil uji indeks mengembang PPSF pada jam ke-8 (a) tablet awal, (b) dalam aquadest, (c) dalam larutan HCl pH 1,2 dan (d) dalam larutan fosfat pH 7,2

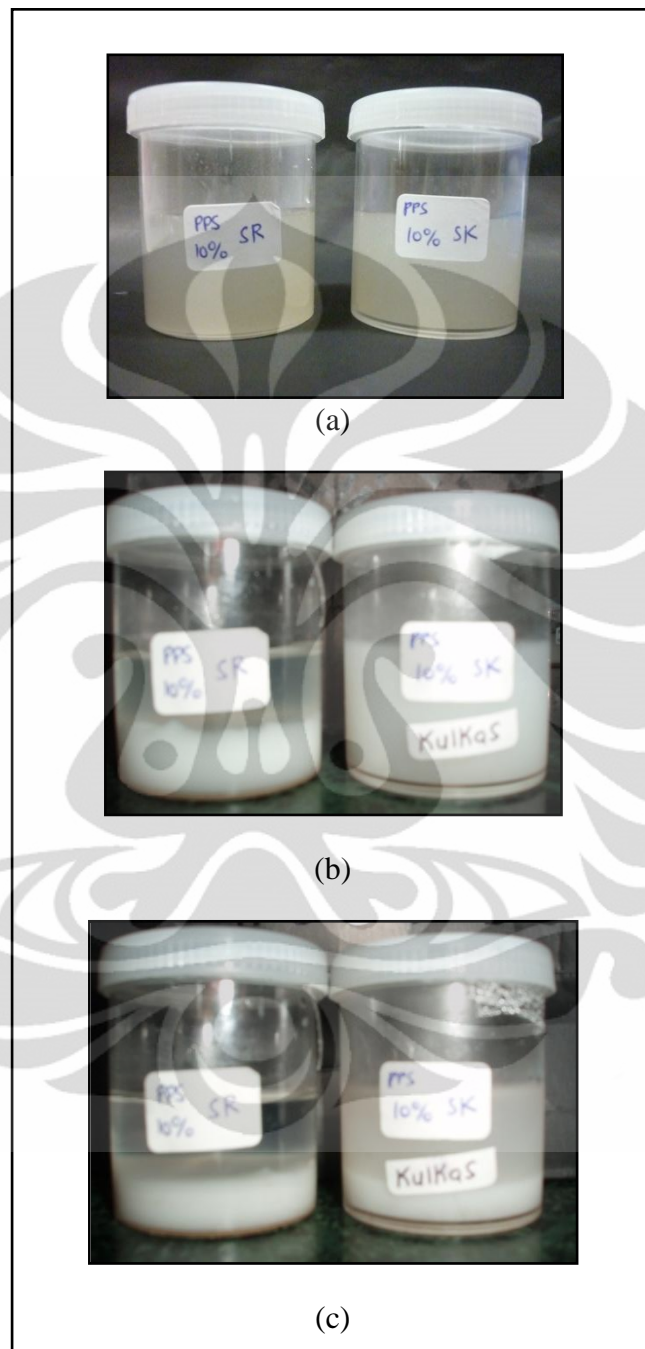


Lampiran 8. Hasil pengamatan uji sineresis gel PPS dengan konsentrasi 5% pada hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14





Lampiran 9. Hasil pengamatan uji sineresis gel PPS dengan konsentrasi 10% pada hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14

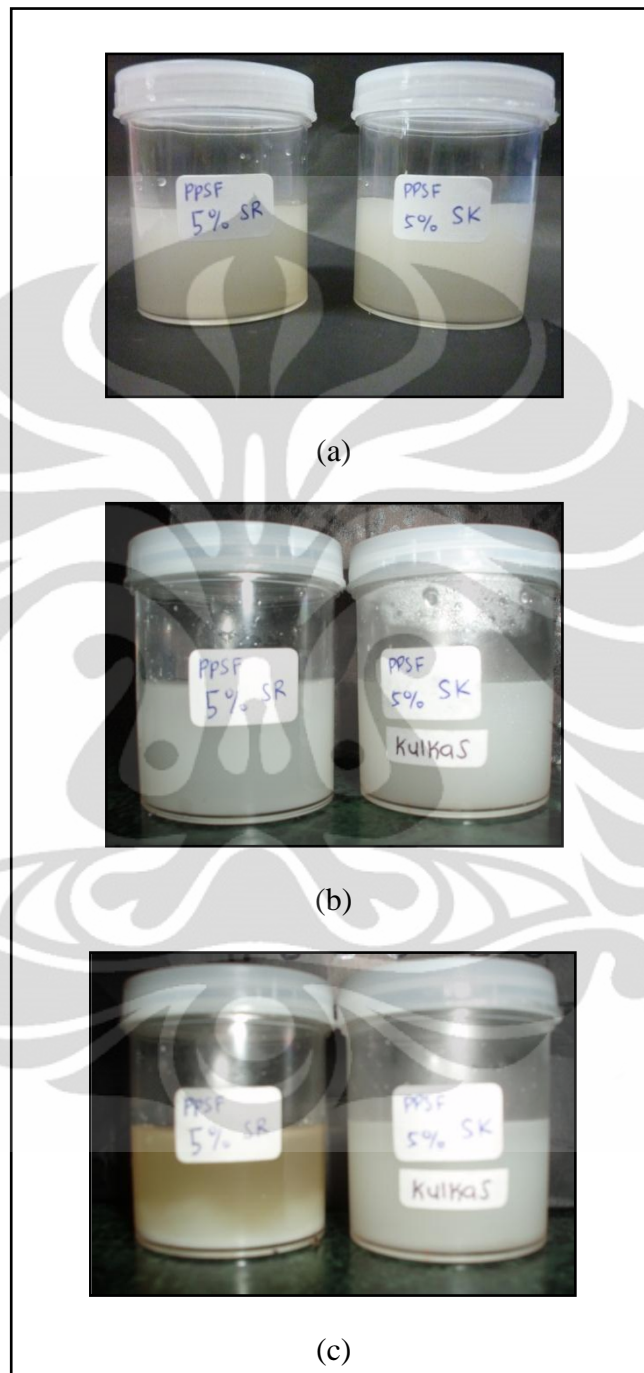




Lampiran 10. Hasil pengamatan uji sineresis gel PPS dengan konsentrasi 15% pada hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14



Lampiran 11. Hasil pengamatan uji sineresis gel PPSF dengan konsentrasi 5% pada hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14



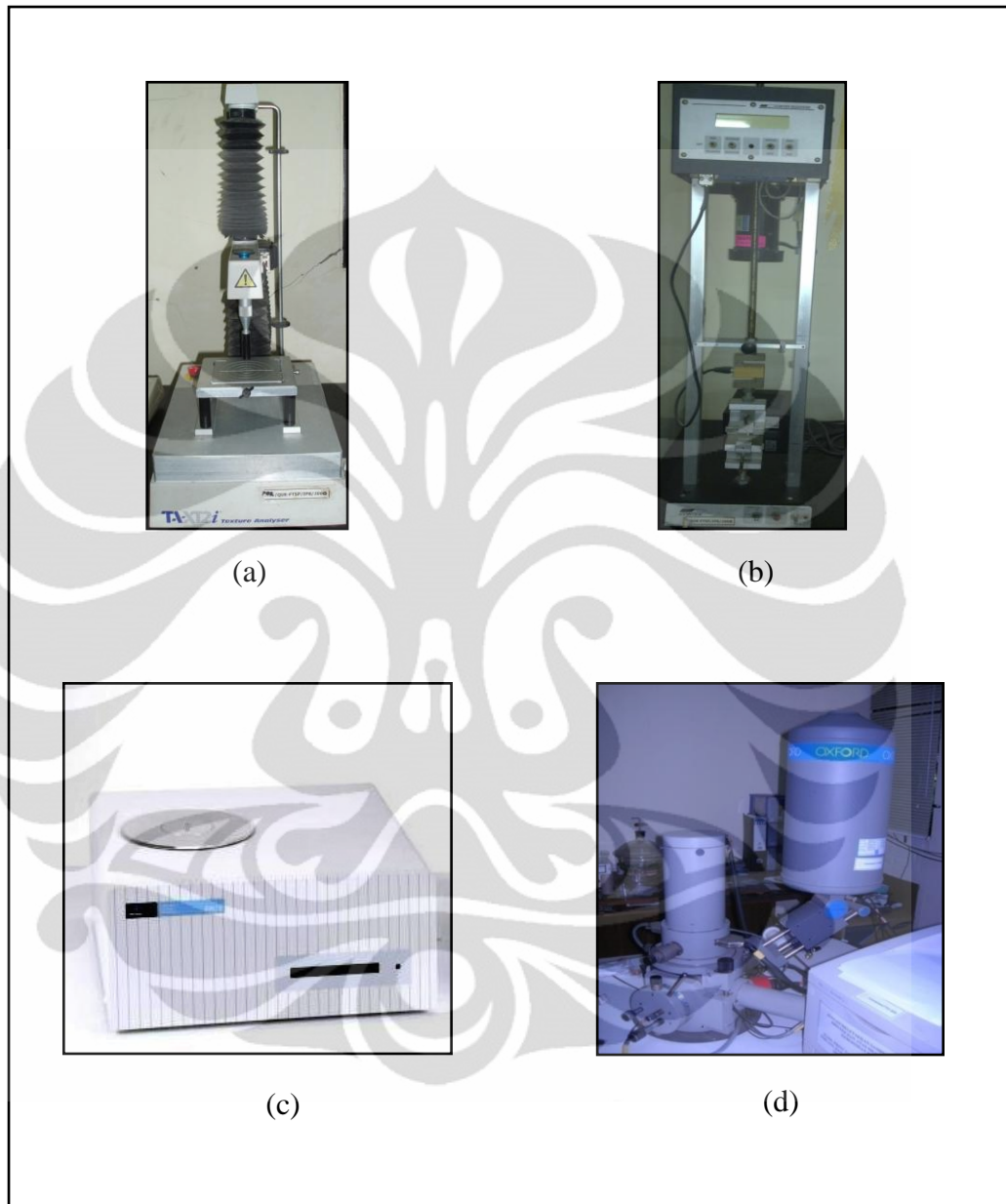
Lampiran 12. Hasil pengamatan uji sineresis gel PPSF dengan konsentrasi 10% pada hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14



Lampiran 13. Hasil pengamatan uji sineresis gel PPSF dengan konsentrasi 15% pada hari (a) ke-0, (b) ke-7 dan (c) ke-14



Lampiran 14. Alat yang digunakan selama penelitian, (a) *texture analyzer*, (b) *tensile strength*, (c) *differential scanning calorimetry*, (d) *scanning electron microscope*



Lampiran 15. Ringkasan hasil karakterisasi PPS dan PPSF pada berbagai parameter

Karakterisasi	Parameter	PPS	PPSF
<b>a. Fisika</b>	Densitas <i>Bulk</i> (g/ml)	0,24 ± 0,00	0,13 ± 0,00
	Densitas Mampat (g/ml)	0,39 ± 0,01	0,20 ± 0,00
	Derajat Putih (%)	74,33 ± 0,14	75,85 ± 0,10
<b>b. Kimia</b>	Sisa Pemijaran (%)	0,20 ± 0,03	4,51 ± 0,03
	Kadar air (%)	6,63 ± 0,21	7,80 ± 0,07
	pH	6,21	6,31
	Derajat Substitusi (%P)	-	0,05 ± 0,01
	Kandungan fosfor (%P)	0,01 ± 0,00	0,06 ± 0,01
	Indeks Kompresibilitas (%)	38,98 ± 3,36	33,31 ± 1,39
<b>c. Fungsional</b>	Laju Alir (g/detik)	0,09 ± 0,00	0,03 ± 0,00
	Sudut Istirahat (°)	9,44 ± 0,60	10,70 ± 0,14
	Viskositas (cps)	13800	2645
	Kekuatan Gel (gF)	9,30 ± 1,37	8,70 ± 1,28

Lampiran 16. Hasil uji higroskopisitas (berdasarkan peningkatan bobot)

Sampel	Perlakuan	Pengamatan hari ke-						
		1	2	3	4	5	6	7
<b>PPS</b>	Terbuka	0,012	0,017	0,018	0,020	0,021	0,024	0,024
	Tertutup	0,003	0,005	0,006	0,008	0,009	0,010	0,010
<b>PPSF</b>	Terbuka	0,071	0,082	0,086	0,090	0,090	0,094	0,095
	Tertutup	0,011	0,020	0,029	0,038	0,043	0,048	0,053



Lampiran 17. Data serapan  $\text{KH}_2\text{PO}_4$  pada panjang gelombang 820 nm

No	Konsentrasi (ppm)	Serapan
1	0,30	0,135246
2	0,48	0,222773
3	0,60	0,284963
4	0,84	0,40925
5	0,96	0,470366
6	1,20	0,579862
7	1,50	0,754618
8	1,80	0,895818

Perhitungan dengan persamaan regresi linier

$$a = -0,0206$$

$$b = 0,5101$$

$$r = 0,9997$$

$$\text{Persamaan regresi linier : } y = -0,0206 + 0,5101x$$

Lampiran 18. Data pengukuran viskositas PPS dengan konsentrasi 15%

Spindel	Kecepatan (rpm)	Dial Reading (dr)	Faktor Koreksi (f)	Viskositas ( $n=dr \times f$ )	Shearing stress ( $F/A=dr \times 7,187$ )	Rate of shear ( $F/A \times 1/n$ )
2	0,5	15,0	1600	24000	107,8050	0,0045
	1,0	22,5	800	18000	161,7075	0,0090
	2,0	33,5	400	13400	240,7645	0,0180
	2,5	37,5	320	12000	269,5125	0,0225
	5,0	55,5	160	8800	398,8785	0,0453
	10,0	82,5	80	6600	592,9275	0,0899
	10,0	82,5	80	6600	592,9275	0,0899
	5,0	52,0	160	8320	373,7240	0,0449
	2,5	34,5	320	11040	247,9515	0,0225
	2,0	30,5	400	12000	219,2035	0,0183
	1,0	20,5	800	16400	147,3335	0,0090
	0,5	14,5	1600	23200	104,2115	0,0045

Lampiran 19. Data pengukuran viskositas PPSF dengan konsentrasi 15%

Spindel	Kecepatan (rpm)	Dial Reading (dr)	Faktor Koreksi (f)	Viskositas (n=dr x f)	Shearing stress (F/A=dr x 7,187)	Rate of shear (F/A x 1/n)
1	0,5	9,00	400	3600	64,6830	0,0180
	1,0	15,50	200	3100	111,3985	0,0359
	2,0	26,50	100	2650	190,4555	0,0719
	2,5	31,50	80	2580	226,3905	0,0898
	5,0	53,50	40	2140	384,5045	0,1797
	10,0	90,00	20	1800	646,8300	0,3594
	10,0	90,00	20	1800	646,8300	0,3594
	5,0	53,00	40	2120	380,9110	0,1797
	2,5	31,00	80	2480	222,7970	0,0898
	2,0	26,25	100	2625	188,6588	0,0719
	1,0	15,25	200	3050	109,6018	0,0359
	0,5	9,00	400	3600	64,6830	0,0180



## Lampiran 20. Distribusi ukuran partikel PPS

PPS\_Erfan Handoko\_26 Apr 2011\_12-36...

BECKMAN COULTER LS Particle Size Analyzer

2 May 2011 11:21

Channel Number	Channel Diameter (Lower) $\mu\text{m}$	Diff. Volume %	Diff. Number %	Channel Number	Channel Diameter (Lower) $\mu\text{m}$	Diff. Volume %	Diff. Number %
1	0.375	0	0	61	101.1	0	0
2	0.412	0	0	62	111.0	0	0
3	0.452	0	0	63	121.8	0	0
4	0.496	0	0	64	133.7	0	0
5	0.545	0	0	65	146.8	0	0
6	0.598	0	0	66	161.2	0	0
7	0.656	0	0	67	176.9	0	0
8	0.721	0	0	68	194.2	0	0
9	0.791	0	0	69	213.2	0	0
10	0.868	0	0	70	234.0	0	0
11	0.953	0	0	71	256.9	0	0
12	1.047	0	0	72	282.1	0	0
13	1.149	0	0	73	309.6	0	0
14	1.261	0	0	74	339.9	0	0
15	1.384	0	0	75	373.1	0	0
16	1.520	0	0	76	409.6	0	0
17	1.668	0	0	77	449.7	0	0
18	1.832	0	0	78	493.6	0	0
19	2.011	0	0	79	541.9	0	0
20	2.207	0	0	80	594.8	0	0
21	2.423	0	0	81	653.0	0	0
22	2.660	0	0	82	716.8	0	0
23	2.920	0	0	83	786.9	0	0
24	3.205	0	0	84	863.9	0	0
25	3.519	0	0		948.3		
26	3.863	0	0				
27	4.240	0	0				
28	4.655	0	0				
29	5.110	0	0				
30	5.610	0	0				
31	6.158	0	0				
32	6.760	0.099	4.69				
33	7.421	0.31	11.1				
34	8.147	0.49	13.3				
35	8.943	0.54	11.1				
36	9.818	0.43	6.72				
37	10.78	0.28	3.23				
38	11.83	0.22	1.99				
39	12.99	0.35	2.32				
40	14.26	0.64	3.22				
41	15.65	0.99	3.80				
42	17.18	1.35	3.91				
43	18.86	1.76	3.85				
44	20.71	2.26	3.74				
45	22.73	2.86	3.57				
46	24.95	3.60	3.39				
47	27.39	4.55	3.24				
48	30.07	5.71	3.08				
49	33.01	7.10	2.90				
50	36.24	8.60	2.65				
51	39.78	9.94	2.31				
52	43.67	11.0	1.94				
53	47.94	12.5	1.66				
54	52.62	14.9	1.50				
55	57.77	9.50	0.72				
56	63.41	0	0				
57	69.61	0	0				
58	76.42	0	0				
59	83.89	0	0				
60	92.09	0	0				

## Lampiran 21. Distribusi ukuran partikel PPSF



## LS Particle Size Analyzer

2 May 2011 11:21

PPS F\_Erfan Handoko\_26 Apr 2011\_12-...

Channel Number	Channel Diameter (Lower) $\mu\text{m}$	Diff. Volume %	Diff. Number %	Channel Number	Channel Diameter (Lower) $\mu\text{m}$	Diff. Volume %	Diff. Number %
1	0.375	0	0	61	101.1	0	0
2	0.412	0	0	62	111.0	0	0
3	0.452	0	0	63	121.8	0	0
4	0.496	0	0	64	133.7	0	0
5	0.545	0	0	65	146.8	0	0
6	0.598	0	0	66	161.2	0	0
7	0.656	0	0	67	176.9	0	0
8	0.721	0	0	68	194.2	0	0
9	0.791	0	0	69	213.2	0	0
10	0.868	0.16	3.99	70	234.0	0	0
11	0.953	1.24	23.0	71	256.9	0	0
12	1.047	2.63	37.0	72	282.1	0	0
13	1.149	2.43	25.8	73	309.6	0	0
14	1.261	0.92	7.36	74	339.9	0	0
15	1.384	0	0	75	373.1	0	0
16	1.520	0	0	76	409.6	0	0
17	1.668	0	0	77	449.7	0	0
18	1.832	0	0	78	493.6	0	0
19	2.011	0	0	79	541.9	0	0
20	2.207	0	0	80	594.8	0	0
21	2.423	0	0	81	653.0	0	0
22	2.660	0	0	82	716.8	0	0
23	2.920	0	0	83	786.9	0	0
24	3.205	0	0	84	863.9	0	0
25	3.519	0	0		948.3		
26	3.863	0	0				
27	4.240	0	0				
28	4.655	9.33	1.49				
29	5.110	9.59	1.16				
30	5.610	0	0				
31	6.158	0	0				
32	6.760	0	0				
33	7.421	0	0				
34	8.147	0	0				
35	8.943	0	0				
36	9.818	1.63	0.028				
37	10.78	2.59	0.033				
38	11.83	3.15	0.031				
39	12.99	3.06	0.022				
40	14.26	2.32	0.013				
41	15.65	3.18	0.013				
42	17.18	3.30	0.010				
43	18.86	4.71	0.011				
44	20.71	7.98	0.014				
45	22.73	7.24	0.0099				
46	24.95	7.91	0.0082				
47	27.39	9.16	0.0072				
48	30.07	7.45	0.0044				
49	33.01	6.45	0.0029				
50	36.24	3.58	0.0012				
51	39.78	0	0				
52	43.67	0	0				
53	47.94	0	0				
54	52.62	0	0				
55	57.77	0	0				
56	63.41	0	0				
57	69.61	0	0				
58	76.42	0	0				
59	83.89	0	0				
60	92.09	0	0				