

ISSN: 2598-5868

FULLERENE

Journal of Chemistry

Vol. 6, No. 1, April 2021



FULLERENE
Journal of Chemistry

JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS NEGERI MANADO

Table of Contents

Article

1. Optimalisasi Adsorpsi Kitosan Dari Kitin Canggang Keong Sawah (Pilla Ampullacea) Terhadap Logam Kadmium (Cd) 1-6
Indra Olivia Moray, Djefri Tani, Dokri Gumolung
2. Treatment of Dye Wastewater Containing Chromium from Batik Industry using Coconut Shell Activated Carbon Adsorption 7-13
Aulia Qisti, Riza Agung Pribadi Hamdan Fatah Ali, Yudhi Utomo, Deni Ainur Rokhim
3. Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Etanol Batang Daun Dan Bunga Jumpai (Glinus oppositifolius (L.) Aug. DC.) 14-19
Astuti Amin, Andi Paluseri, Wahyu Hendrarti, Rahmat Priyandi Linggot
4. Pengaruh Jenis Larutan Pemasak Terhadap Kualitas Pulp Daun Pisang 20-27
Noer Kurnia Dewi, Risnita Vicky Listyarini
doi 10.37033/fjc.v6i1.247
5. Phytochemical and Antioxidant Test of Binahong (Anredera cordifolia (Tenore) Steenis) Leaves Ethanol Extract 28-33
Fensia Analda Souhoka, Imanuel Berly Delvis Kapelle, Elisabeth Sihasale
6. Identifikasi Mineral Pasir Tiga Warna Pantai Puntaru Kabupaten Alor-NTT 34-38
Martasiana Karbeka, Herianus Manimoy, Bertho A. Abolasing
7. Kajian Regiokimia Markovnikov Melalui Mekanisme Reaksi Hidrasi Alkuna Terminal Pada 17 α -Ethinilestradiol Dengan Katalis FeCl₃. 39-45
Hotma R. Simbolon, Rymond J. Rumampuk, Anderson Arnold Aloanis
8. Ketahanan Hidup Bibit Ikan Mujair (Oreochromis mossambicus) dan Nilai Parameter Kimiawi Lingkungan Pada Media Pemeliharaan Bioflok dengan Debris Daluga Sebagai Sumber Karbon 46-53
Ferencia E. Rattu, Emma M. Moko, Ernest H. Sakul, Orbanus Naharia, Aser Yalindua, Livana Rawung

Review

9. Studi Literatur Pengaruh Pirolisis, Jenis Adsorban serta Aktivator dalam Karakterisasi Asap Cair 54-57
Rony Pasonang Sihombing, Keryanti, Fitria Yulistiani, Ayu Ratna Permanasari
10. Review: Modification of Nanocellulose as Conjugate of infectioncausing Antibacterial Hydrogel 58-70
Anisa, Metik Ambarwati, Anggi Ayunda Triani, Indra Lasmana Tarigan

Optimalisasi Adsorpsi Kitosan Dari Kitin Cangkang Keong Sawah (*Pilla Ampullacea*) Terhadap Logam Kadmium (Cd)

Indra Olivia Moray^{*a}, Djefri Tani^a, Dokri Gumolung^a

^aKimia, FMIPA, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 16 Juli 2020
 Disetujui 29 April 2021

Key word:
 Snail
 Chitosan
 Adsorption

Kata kunci:
 Keong sawah
 Kitosan
 Adsorpsi

ABSTRACT

This research aims to make the chitosan from the chitin of the Snail shell (*Pilla ampullacea*) which can be used as a cadmium metal adsorbent (Cd). It is derived from the isolation of the snail shells through 2 phases, which are deproteinization to remove protein and demineralization to remove mineral salts. The formed Kitin is transformed into Chitosan by deacetylated using NaOH 60%. Kitin and Chitosan were acquired, identified by FTIR. The results showed that the chitin yield was 26.81% of the shell weight of 400 grams and the rendemen Chitosan was 31.78% of the weight of chitin. The results of the identification indicate the absorption area of chitin and chitosan function groups, similar to the standard chitin and chitosan uptake areas. Metal adsorption Cd uses adsorbent chitosan from the shell snail (*pilla ampullacea*) Most optimal occurs at a contact time of 15 minutes and on the weight of adsorbent 0.25 grams, the most optimal absorption occurs at a comparison of 1:30 weight chitosan/volume solution Cd.

ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk membuat kitosan dari kitin cangkang keong sawah (*Pilla Ampulacea*) yang dapat dijadikan sebagai adsorben logam kadmium (Cd). Kitin didapat dari isolasi cangkang keong sawah melalui 2 tahap, yaitu deproteinasi untuk menghilangkan protein dan demineralisasi untuk menghilangkan garam-garam mineral. Kitin yang terbentuk ditransformasi menjadi kitosan dengan cara deasetilasi menggunakan NaOH 60%. Kitin dan kitosan yang didapat, diidentifikasi dengan FTIR. Hasil menunjukkan bahwa rendemen kitin yang didapat adalah 26,81% dari berat cangkang 400 gram dan rendemen kitosan adalah 31,78% dari berat kitin. Hasil identifikasi menunjukkan daerah serapan gugus fungsi kitin dan kitosan dari sampel, mirip dengan daerah serapan kitin dan kitosan standar. Adsorpsi logam Cd menggunakan adsorben kitosan dari cangkang keong sawah (*pilla ampulacea*) paling optimum terjadi pada waktu kontak 15 menit dan pada berat adsorben 0,25 gram, penyerapan paling optimum terjadi pada perbandingan 1:30 berat kitosan/volume larutan Cd.

^{*e-mail:}morayolivhia@gmail.com

^{*Telp:} +6282190068525

Pendahuluan

Keong sawah (*pilla ampulacea*) merupakan hewan *mollusca* dari kelas *gastrophoda*, yang cangkangnya terdapat kandungan kitin yang dapat disintesis menjadi kitosan yang memiliki fungsi antara lain sebagai adsorben logam berat.

Kitin dengan rumus kimia $(C_8H_{13}NO_5)_n$, bisa didapat dari isolasi cangkang keong sawah

dengan cara deproteinasi dan demineralisasi. Kitosan $(C_6H_{11}NO_4)$ dapat diperoleh dari hasil deasetilas kitin. Kitosan dapat mengadsorpsi ion logam berat Cd karena terdapat gugus hidroksil (OH) dan amino (NH) di sepanjang rantai polimer [1].

Metode Penelitian

Alat

Oven, mortal, cawan porselin, ayakan ukuran 44 mesh, gelas beaker, pipet tetes, timbangan, labu ukur 1000ml, Erlenmeyer 5 L, timbangan analitik, AAS (*Atomic Absorption Spectrophotometric*) merk Shimazu AA 600, FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) Prestige-21 Merk Shimadzu, shaker, magnetik stirer, termometer, penangas, kertas pH, lumpang dan alu, corong, kertas saring, batang pengaduk.

Bahan

Serbuk cangkang keong sawah (*Pilla ampullacea*), NaOH 3.5%, NaOH 60 %, HCl 1N, logam kadmium (Cd) dan Aquades.

Prosedur Kerja

Tahap Deproteinasi

Cangkang keong sawah dicuci, dikeringkan, dihaluskan dengan ayakan ukuran 44 mesh. Serbuk cangkang keong sawah dicampurkan dengan larutan NaOH 3.5% (1 : 10 b/v), diaduk menggunakan magnetik stirer, sambil dipanaskan selama 2 jam dengan suhu 80°C. Endapan yang didapat, dicuci menggunakan aquades hingga pH netral, dan dikeringkan selama 2 jam pada suhu 80°C [2,3].

Tahap Demineralisasi

Padatan hasil deproteinasi dicampurkan dengan larutan HCl 1 N (1:10 b/v), sambil diaduk selama 2 jam dipanaskan pada suhu 60°C. Endapan yang didapat, disaring, dicuci dengan aquades hingga pH netral dan dikeringkan selama 2 jam dalam oven. Hasil yang didapat, diidentifikasi dengan Spektrometer Infra merah .

Tahap Deasetilasi

Hasil yang didapat pada tahap demineralisasi dilarutkan dengan NaOH 60% (1:10 b/v) pada suhu 90-95°C selama 2 jam sambil diaduk dengan magnetik stirer. Endapan yang didapat, dicuci dengan aquades hingga pH netral, kemudian dikeringkan pada suhu 80°C dalam oven selama 3 jam. Kemudian hasil yang didapat diidentifikasi dengan Spektrometer Infra Merah.

Tahap Uji Adsorpsi (Penentuan Waktu Kontak Optimum)

5 mL larutan Cd ditambahkan sebanyak 0,25 gram serbuk kitosan. Larutan diaduk pada kecepatan 250 rpm selama 5 menit, kemudian didekantasi dan filtratnya diukur kadar kadmiumnya menggunakan spektrometer serapan atom. Lakukan kembali dengan variasi waktu kontak 10;15;30;45 dan 60 menit [4].

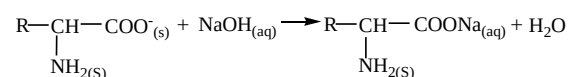
Tahap Uji Adsorpsi (Penentuan perbandingan Optimum Penyerapan)

5 mL larutan Cd ditambahkan sebanyak 0,25 gram serbuk kitosan (1:20 b/v), diaduk pada kecepatan 250 rpm selama 15 menit (waktu kontak optimum), kemudian didekantasi, dan filtratnya diukur kadar kadmiumnya menggunakan spektrometer serapan atom. Lakukan kembali pada perbandingan (berat kitosan/volume larutan Cd) 1:25; 1:30; 1:35; 1:40; 1:45; 1:50 [5,6].

Hasil Dan Pembahasan

Tahap Deproteinasi

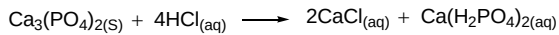
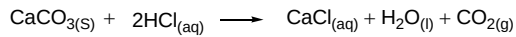
Tahap deproteinasi bertujuan menghilangkan protein dalam cangkang keong sawah ([gambar 1](#)). Pada tahap ini pelarut yang digunakan untuk melarutkan protein yaitu NaOH 3.5%. Protein yang dapat dikeluarkan dari cangkang keong sawah adalah 54,77% dari 400 gram serbuk sampel.



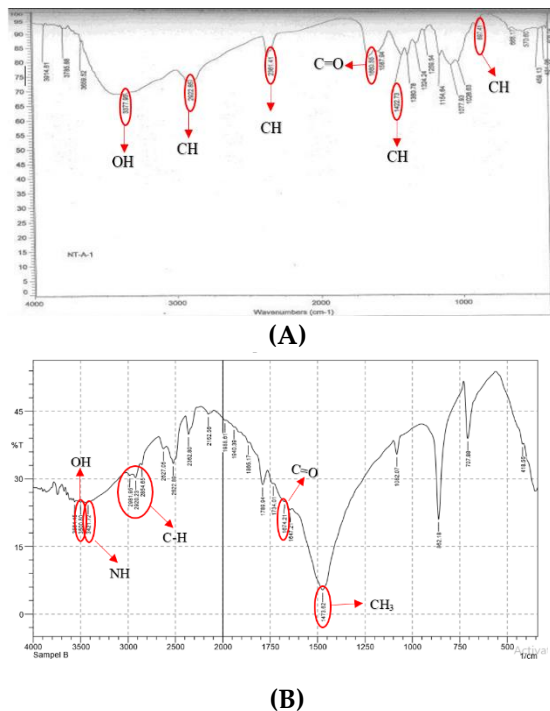
Gambar 1. Reaksi Deproteinasi

Tahap Demineralisasi

Tahap demineralisasi untuk menghilangkan mineral yang ada dalam cangkang keong sawah (*Pilla Ampullacea*). Kandungan mineral dalam cangkang keong sawah adalah CaCO₃ dan sedikit Ca₂(PO)₄. Pada saat serbuk cangkang ditambahkan HCl terbentuk gelembung-gelembung gas CO₂. Hal ini menunjukkan proses pelepasan mineral sedang berlangsung ([gambar 2](#)). Garam mineral tersebut bereaksi dengan HCl membentuk gas CO₂ [7].

**Gambar 2.** Reaksi Demineralisasi

Hasil demineralisasi diperoleh sebanyak 107,24 gram dari 219,08 gram hasil deproteinasi. Dengan demikian kandungan mineral dalam 400 gram sampel adalah 49%. Dari proses demineralisasi didapatkan rendemen kitin sebesar 26,81%.

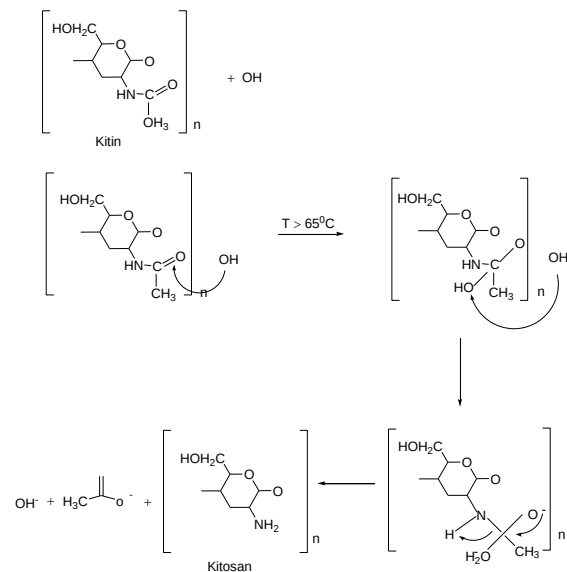
**Gambar 3.** (A)Spektrum Infra Merah Kitin Standar. (B)Spektrum Infra Merah Kitin Sampel.**Tabel 1.** Perbandingan Kitosan standar dan sampel [8].

Gugus Fungsi	Kitosan Standar	Kitosan Sampel
O-H	Bertumpang tindih dengan NH 3377.95 cm ⁻¹	3500.80 cm ⁻¹
NH	Bertumpang tindih dengan O-H	3450 cm ⁻¹
C-H	2922.85 cm ⁻¹	2922.16 cm ⁻¹
C-H	2361.41 cm ⁻¹	1360.87 cm ⁻¹
aromatic		
C=O amida sekunder	1660.55 cm ⁻¹	1647.21 cm ⁻¹
C-H	897.41 cm ⁻¹	862.18 cm ⁻¹

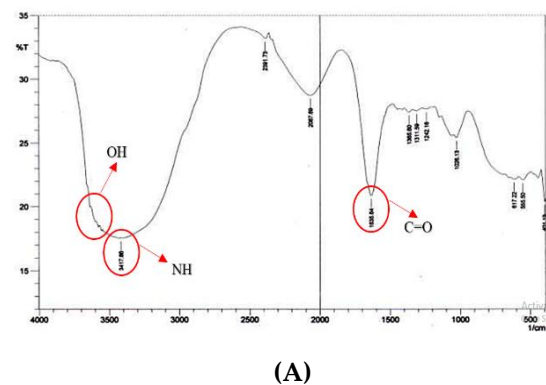
Berdasarkan tabel 1 dan gambar 3 dapat dilihat daerah serapan kitin standar dan cangkang keong sawah (*pilla ampulacea*), hal ini meyakinkan bahwa sampel yang diambil dari keong sawah adalah kitin.

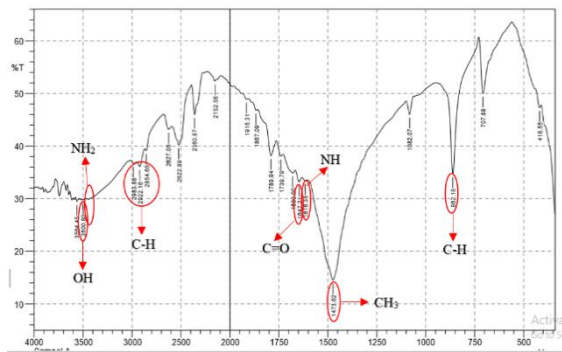
Tahap Deasetilasi

Pada tahap ini basa yang digunakan adalah NaOH dengan konsentrasi 60%. Konsentrasi NaOH 60% dapat membuat jumlah gugus asetil yang hilang akan semakin banyak [9]. Reaksinya ditunjukkan dalam gambar 4.

**Gambar 4.** Reaksi Deasetilasi Kitin menjadi Kitosan.

Pada tahap ini diperoleh serbuk hasil deasetilasi sebesar 34,08 gram dari 100 gram kitin, berarti 65,92% yang berhasil dideasetilasi. Rendemen kitosan yang dihasilkan adalah 34,08%. Kitosan yang didapat, diidentifikasi dengan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*) dan dibandingkan dengan spektrum infra merah kitosan standar.





(B)

Gambar 5. A. Spektrum Infra Merah Kitosan Keong Sawah. B. Spektrum Infra Merah Kitosan Standar

Berdasarkan [gambar 5](#) dapat dibandingkan gugus fungsi yang muncul pada kitosan dari cangkang keong sawah dan kitosan standar yang disajikan pada [tabel 2](#).

Tabel 2. Perbandingan serapan FTIR kitosan standar dan kitosan sampel.

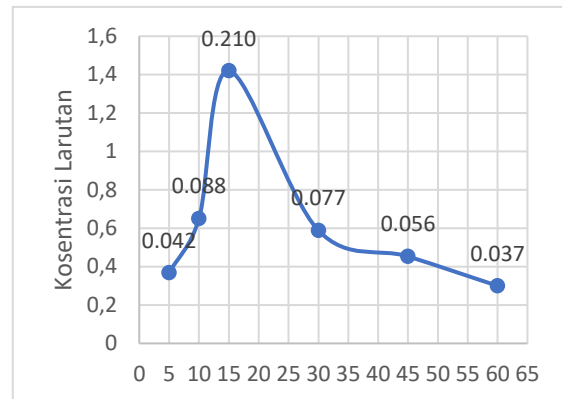
Gugus Fungsi	Kitosan Standar	Kitosan Sampel
O-H	Bertumpang tindih dengan NH 3377.95 cm^{-1}	3500.80 cm^{-1}
NH	Bertumpang tindih dengan O-H	3450 cm^{-1}
C-H	2922.85 cm^{-1}	2922.16 cm^{-1}
C-H aromatic	2361.41 cm^{-1}	1360.87 cm^{-1}
C=O	1660.55 cm^{-1}	1647.21 cm^{-1}
C-H	897.41 cm^{-1}	862.18 cm^{-1}

Uji Adsorpsi Kitosan Terhadap Logam Kadmium (Cd)

Setiap logam membutuhkan kondisi penyerapan yang berbeda-beda. Untuk itu, dalam penelitian ini menggunakan variasi waktu kontak dan perbandingan berat kitosan/volume larutan Cd, agar dapat mengetahui pada variasi waktu kontak dan perbandingan b/v berapa penyerapan kitosan sudah optimum.

Waktu Kontak Optimum Penyerapan

Hubungan antara waktu kontak dengan persentase logam Cd teradsorpsi dapat dilihat pada [gambar 6](#).



Gambar 6. Grafik Hubungan waktu kontak terhadap persentase logam Cd teradsorpsi.

Berdasarkan grafik pada [gambar 6](#) penyerapan optimum terjadi pada waktu kontak 15 menit dengan konsentrasi akhir 0,210 ppm. Pada waktu 30–60 menit kitosan sudah jenuh oleh ion-ion logam Cd [10]. Jika dalam adsorpsi sudah mencapai waktu kontak optimum, maka adsorpsi akan bersifat statis dan relatif konstan serta tidak akan terjadi lagi kenaikan atau penurunan adsorpsi yang signifikan [11]. Hal ini berarti, proses adsorpsi diperkirakan telah mencapai kesetimbangan.

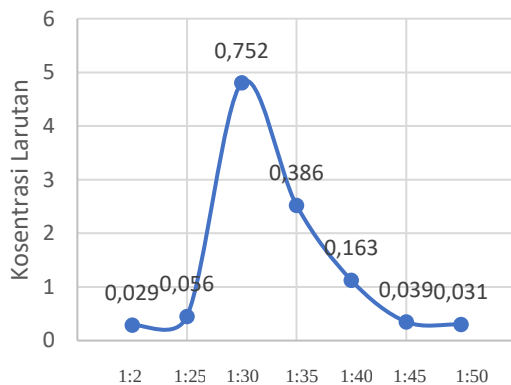
Penurunan konsentrasi pada waktu 30 menit dikarenakan permukaan aktif adsorben sudah cukup jenuh dan interaksi antara adsorben dan adsorbat yang lemah, sehingga menyebabkan ion logam terlepas dari permukaan adsorben [12–14].

Perbandingan b/v Optimum Penyerapan

Pada tahap ini digunakan kitosan dengan berat tetap yakni 0,25 gram dengan variasi perbandingan (berat kitosan/volume larutan Cd) 1:20; 1:25; 1:30; 1:35; 1:40; 1:45 dan 1:50 dan waktu kontak optimum yang didapatkan yaitu 15 menit. Hubungan antara perbandingan b/v dengan konsentrasi logam Cd teradsorpsi dapat dilihat pada [gambar 7](#).

Grafik pada [gambar 7](#) menunjukkan bahwa penyerapan 0,25 gram kitosan terhadap logam kadmium yang baik, terjadi pada perbandingan 1:30 (b/v) atau pada volume larutan Cd 7,5 mL. Karena sisi aktif penyerapan kitosan sudah terisi oleh ion-ion logam kadmium, sehingga untuk volume di atas 7,5 mL kemampuan kitosan untuk menyerap akan menurun [15]. Jadi kitosan 0,25 gram

penyerapannya mencapai optimum yaitu pada perbandingan 1:30 b/v dengan konsentrasi akhir 0,752 ppm.



Gambar 7. Grafik hubungan perbandingan b/v dengan logam Cd teradsorpsi.

Kesimpulan

Setelah melalui tahap demineralisasi dan deproteinasi, diperoleh berat kitin 107,24 gram. Setelah melalui tahap deasetilasi diperoleh berat kitosan sebesar 34,08 gram. Kondisi terbaik adsorpsi logam Cd menggunakan kitosan dari cangkang keong sawah (*Pila ampulacea*) terjadi pada waktu kontak 15 menit dan pada berat kitosan 0,25 gram pada kondisi tersebut adsorpsi yang baik yaitu terjadi pada perbandingan 1:30 berat kitosan/volume larutan Cd.

Daftar Pustaka

- Jayanti, R.D.; Leoanggraini, U. Fermentasi Kitin Dari Limbah Cangkang Kepiting Menggunakan Jamur *Rhizopus Oryzae* Pada Berbagai Kadar Air. *Fullerene Journal of Chemistry* **2020**, *5*, 10–15.
- Younes, I.; Rinaudo, M. Chitin and Chitosan Preparation from Marine Sources. Structure, Properties and Applications. *Marine drugs* **2015**, *13*, 1133–1174.
- Younes, I.; Ghorbel-Bellaaj, O.; Nasri, R.; Chaabouni, M.; Rinaudo, M.; Nasri, M. Chitin and Chitosan Preparation from Shrimp Shells Using Optimized Enzymatic Deproteinization. *Process Biochemistry* **2012**, *47*, 2032–2039.
- Ngah, W.W.; Kamari, A.; Koay, Y.J. Equilibrium and Kinetics Studies of Adsorption of Copper (II) on Chitosan and Chitosan/PVA Beads. *International Journal of Biological Macromolecules* **2004**, *34*, 155–161.
- Rojas, G.; Silva, J.; Flores, J.A.; Rodriguez, A.; Ly, M.; Maldonado, H. Adsorption of Chromium onto Cross-Linked Chitosan. *Separation and Purification Technology* **2005**, *44*, 31–36.
- Peniche-Covas, C.; Alvarez, L.W.; Argüelles-Monal, W. The Adsorption of Mercuric Ions by Chitosan. *Journal of Applied Polymer Science* **1992**, *46*, 1147–1150.
- Rohyami, Y.; Istiningrum, R.B. Preparation of Chitin, Study of Physicochemical Properties and Biopesticide Activities. *EKSAKTA: Journal of Sciences and Data Analysis* **2013**, *13*, 49–55.
- Edokpayi, J.N.; Odiyo, J.O.; Popoola, E.O.; Alayande, O.S.; Msagati, T.A.M. Synthesis and Characterization of Biopolymeric Chitosan Derived from Land Snail Shells and Its Potential for Pb²⁺ Removal from Aqueous Solution. *Materials* **2015**, *8*, 8630–8640.
- Harjanti, R.S. Kitosan Dari Limbah Udang Sebagai Bahan Pengawet Ayam Goreng. *Jurnal Rekayasa Proses* **2014**, *8*, 12–19.
- Lestari, I.; Sanova, A. Penyerapan Logam Berat Kadmium (Cd) Menggunakan Kitosan Hasil Transformasi Khitin Dari Kulit Udang (*Penaeus* Sp). *Jurnal Penelitian Universitas Jambi: Seri Sains* **2012**, *13*.
- Pitriani, P. Sintesis Dan Aplikasi Kitosan Dari Cangkang Rajungan (*Portunus Pelagicus*) Sebagai Penyerap ION Besi (Fe) Dan Mangan (Mn) Untuk Pemurnian Natrium Silikat, UIN Syarif Hidayatullah Jakarta: Fakultas Sains Dan Teknologi, 2010.
- Erosa, M.D.; Medina, T.S.; Mendoza, R.N.; Rodriguez, M.A.; Guibal, E. Cadmium Sorption on Chitosan Sorbents: Kinetic and Equilibrium Studies. *Hydrometallurgy* **2001**, *61*, 157–167.
- Bamgbose, J.T.; Adewuyi, S.; Bamgbose, O.; Adetoye, A.A. Adsorption Kinetics of Cadmium and Lead by Chitosan. *African Journal of Biotechnology* **2010**, *9*, 2560–2565.
- Becker, T.; Schlaak, M.; Strasdeit, H.

- Adsorption of Nickel (II), Zinc (II) and Cadmium (II) by New Chitosan Derivatives. *Reactive and Functional Polymers* **2000**, *44*, 289–298.
15. Zhao, F.; Repo, E.; Yin, D.; Sillanpää, M.E. Adsorption of Cd (II) and Pb (II) by a Novel EGTA-Modified Chitosan Material: Kinetics and Isotherms. *Journal of colloid and interface science* **2013**, *409*, 174–182.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Treatment of Dye Wastewater Containing Chromium from Batik Industry using Coconut Shell Activated Carbon Adsorption

Aulia Qisti^{a*}, Riza Agung Pribadi^a, Hamdan Fatah Ali^b, Yudhi Utomo^a, Deni Ainur Rokhim^c

^a Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Science, Universitas Negeri Malang, Malang, 65145, Indonesia

^b Department of Biology, Faculty of Mathematics and Science, Universitas Negeri Malang, Malang, 65145, Indonesia

^c Chemistry, SMAN 3 Sidoarjo, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 05 Desember 2020

Disetujui 30 April 2021

Key word:

Batik wastewater

Remazol

Adsorption

Coconut Shell

Activated Charcoal

ABSTRACT

Batik is a characteristic Indonesian textile product that use dyes. Various types of batik dyes, one of which is remazol dyes. This is what underlies the process of production of the household batik industry in the village of Purwosekar, District of Tajinan, Malang Regency, with remazol coloring will produce liquid waste that is difficult to be deciphered naturally. This study aims to provide a water treatment solution using the coconut shell activated carbon adsorption method to adsorb remazol dyes. Adsorption experiments were carried out in batches with a mesh size of 8 with coconut shell carbon activated with 1 M HCl solution for 24 hours. The absorption of remazol dyes by coconut shell activated charcoal is carried out with a stirring speed variation (30, 60, and 90 rpm) for 60 minutes and the mass of activated charcoal (200 and 300 g) to find the optimum adsorption conditions. The highest efficiency of coconut shell activated charcoal in reducing chromium (Cr) content in batik waste was the treatment of variations in stirring speed of 90 rpm and mass of 300 g per 1 L of waste. The Cr concentration which was initially 0.8154 mg/L then decreased by 0.2825 mg/L to 0.5329 mg/L, so that an efficiency of 34.6456% was obtained. Thus, the efficiency of the coconut shell activated carbon is proportional to the stirring speed and mass of the coconut shell activated carbon used.

*e-mail: auliaqisti00@gmail.com

Introduction

The development of modern industry has dramatically changed the progress of human civilization. Meanwhile, we also suffer from the dangers of environmental pollution while enjoying the beneficial achievements created by industrial civilization [1]. The textile industry holds a big responsibility for one of the environmental problems, namely water pollution by waste generated from industrial processes [2]. In Indonesia, one of the textile industries is batik.

Batik is a piece of cloth applied with a dye-resistant technique using "batik-wax" media as the holding medium [3]. Synthetic dyes have been used extensively by the industry to produce colorful batik for many years. Naphthol, Soluble, Direct, Remazol, and Reactive Tilapia are dyes commonly used for

the batik coloring process [4]. However, Soebaryo reported that there is a skin disorder found in batik factory workers, namely contact dermatitis, and this skin disorder has a strong correlation with the use of synthetic dyes [5].

Most of the batik produced is in the form of Small and Medium Enterprises (UKM) and usually does not have a wastewater treatment plant. Therefore, generally these industries dispose of wastewater directly into the soil or rivers, which has caused pollution [6,7].

These dyes and chemicals, in addition to their unacceptable appearance and toxic effects once damaged, can contaminate nearby soil, sediment, and surface water, posing a major challenge to global environmental pollution. Colored water is unacceptable because it shows changes in the physical properties of water and indicates that water cannot be consumed [8].

Metal contamination in textile waste occurs due to the presence of dyes and additives used (for example, caustic soda, sodium carbonate, and salt) during the textile manufacturing stage. The main metals that pose environmental challenges are chromium, zinc, iron, mercury, and lead [9]. However, Adinew reports that the main metals found in chromophore dyes in textile waste are cobalt, copper, and chromium [10].

Chromium compounds, especially in the form of chromium (III) or chromium (VI), are widely used in electroplating, metal finishing, tanning, wood protection, and the manufacture of dyes and catalysts [11]. Cr (VI) has the potential to be a human carcinogen, and its biological toxicity is 1000 times higher than that of Cr (III) [12]. High Cr (VI) intake can lead to cancer and mutagenicity in humans [11]. Activated carbon is a well-known adsorbent for wastewater treatment due to its large specific surface area and porous structure [13]. In addition, activated carbon tends to absorb various kinds of pollutants from water media [14]. Adsorption on activated carbon is superior to other physical and chemical methods for the removal of organic and inorganic waste from water and wastewater due to its high adsorption efficiency, fast adsorption kinetics, and simple design [15]. Whereas Dobrowolski-Otto stated that adsorption of heavy metals to activated carbon was found to be the most effective for separation and enrichment of residual metals from aqueous solutions due to their extended surface area, micropore structure, high adsorption capacity, and high level of surface reactivity [16].

In recent years, there has been interest in using low-cost and abundantly available agricultural waste materials, such as bagasse [17], orange peels [18], rice husks [19], pistachio shells [20], etc., as precursors for the preparation of carbon materials. Coconut shells are also a potential precursor for low-cost activated carbon production due to their excellent natural structure and low ash content and provide a potentially cheap alternative to existing commercial carbon [21]. Coconut shell activated carbon was found to be an effective adsorbent to remove Cr (VI) and Ni (II) metal ions from water solution [22].

Therefore, the authors tried to do research to reduce levels of chromium (Cr) in batik industrial wastewater by using an adsorbent in the form of activated carbon. This study was intended to determine the ability of activated carbon to reduce levels of chromium (Cr) in wastewater. From the results of this study, we hope it can provide information to the public, especially batik industry, about wastewater treatment using activated carbon as an adsorbent or adsorbent.

Material and Methods

The stages in this research are divided into three stages, including the preparation stage, the literature study stage, and the implementation stage. The preparation stage is to identify the problem of the object of research, namely batik waste. In this case, a survey was carried out to the home-scale batik industry around Purwosekar Village, District of Tajinan, Malang Regency. The next stage is to conduct literature studies, compile and submit research proposals, and prepare tools and materials for research such as making artificial waste (figure 1). The third stage is the implementation stage.

Materials and reagents

Coconut shell charcoal and batik materials such as cloth, wax, remazol dye, and waterglass, are purchased from market in Malang. The chemical reagents and materials such as HCl and filter paper are collected from Chemistry Laboratory in Department of Chemistry, Faculty of Mathematics and Sciences, Universitas Negeri Malang.

Making artificial batik wastewater

In this research, we create artificial waste, which can be assumed to be the same as the waste in the field. The tools used include a set of batik-making tools, namely a frying pan, stove, and canting; bucket, used as a place for dyeing and washing; and pans, used to boil water. Meanwhile, the materials needed are cloth for batik media, wax, remazol-type dye, and water glass. Making batik waste is done by making batik then the waste is used as a sample.

Before making batik, the cloth must first be measured and torn according to its length. It is sometimes boiled and dried to soften the fibers

and allow the material to absorb the wax. The next process is to draw motifs on the cloth using a pencil and outline the motifs and small ornaments made for the first time using a tool called canting. This step is the first staining by soaking the cloth as often as necessary to obtain the desired shade. After drying, the fabric is batik again. The process of beating the fabric and coloring is done in turns. After the last staining, the cloth is boiled to remove the wax, then washed and dried. The water that is discharged in the process is sampled. The sample was taken as much as 1 L and put in a closed glass bottle.

Wastewater preliminary testing (before treatment)

Initial characteristics test using waste samples from the batik-making process. Chromium levels in the waste samples were tested by AAS (Atomic Absorption Spectrophotometry) [23]. From these measurements obtained data on the concentration of chromium in units of mg/L.

Wastewater treatment

Mass measurement of coconut shell charcoal

Total coconut shell charcoal to be used as adsorbent is weighed using an analytical balance to determine its mass. The charcoal used is 100 g.

Activation of coconut shell charcoal

100 g coconut shell charcoal is activated with activator solution. Making the activator solution using concentrated HCl [24] which is diluted to a concentration of 1 M. Then the weighed coconut charcoal is soaked in 500 mL HCl 1 M solution for 24 hours.

The activated charcoal is then filtered using filter paper and then rinsed using distilled water to remove the activator solution [25]. Furthermore, to remove moisture content, activated charcoal is heated for a certain time [26]. In this experiment, heating in an oven at a temperature of 150-175°C for 60 minutes.

Wastewater treatment with coconut shell activated charcoal absorbent

First, weigh the activated charcoal to be used, namely 10 g and 15 g three times, respectively. Next, measure the volume of each

of the six waste samples that will be treated using a measuring cup. The volume required is as much as 50 mL per sample. Each sample was inserted into a different beaker glass (table 1). Activated charcoal was added to the sample and then stirred for 60 minutes using a magnetic stirrer with the following conditions:

Table 1. The sample to be processed by adsorption

Mass of Activated Charcoal	Stirring Speed		
	30 rpm	60 rpm	90 rpm
10 g	Sample 1	Sample 2	Sample 3
15 g	Sample 4	Sample 5	Sample 6

Wastewater final testing (after treatment)

Samples 1-6 were retested using AAS to determine chromium levels after processing with coconut shell-activated charcoal. The Cr (VI) concentration in the bulk reactor suspension of all samples in the above experiment was measured. After chromium was measured by the colorimetric method in Atomic Absorption Spectrometry (AAS) [27], the final concentration of chromium was obtained in mg/L units.

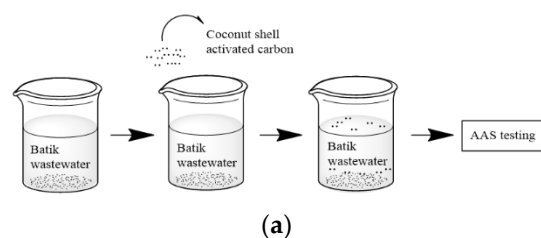


Figure 1. Processing until retesting of wastewater samples: (a) Pouring sample into beaker glass; (b) Addition of activated carbon to the sample; (c) Stirring process for 60 minutes; (d) AAS testing.

Result and Discussion

After the activation process, coconut shell charcoal has many cavities or pores. According to Kumrić's research, the morphology of coconut shell activated carbon samples showed particles in the diameter range of less than μm to 120 μm [28]. The particles have an irregular

shape and sharp edges. A rough texture with many pores of different sizes and shapes, as well as shallow and deep cavities, can be observed on the outer surface of the activated carbon. These cavities and pores on the surface increase adsorption. The unique adsorption properties depend on the functional groups of activated carbon present, which are mainly derived from the activation, precursor and thermal purification processes [29,30]. Testing the characteristics of batik wastewater was carried out to determine the concentration of Cr in batik waste. The waste that is used is batik waste from home industry in Purwosekar Village, District of Tajinan, Malang Regency. The results of the analysis of chromium content in the batik waste of Purwosekar Village were tested using AAS (Atomic Absorption Spectrophotometry) with a concentration of 0.8154 mg/L.

From the AAS test data, it can be concluded that the actual Cr content in this batik waste does not exceed the quality standard threshold for the textile waste category in Indonesia according to the *Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No. 82 tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air* (The Regulation of The Government of Republic of Indonesia No. 82 year of 2001 on Water Quality Management and Water Pollution Control), namely 1.0 mg/L [31]. However, this research is still being continued to reduce river waste pollution in Purwosekar Village while preventing more serious pollution that exceeds quality standards.

From the chromium concentration data in batik waste, there is a difference between before processing with activated charcoal and after processing (table 2). After being processed by the adsorption process, the chromium content is reduced. To determine the efficiency of using coconut shell activated charcoal as an adsorbent, it is necessary to analyze and calculate the efficiency. The formula for calculating the efficiency of using activated charcoal to decrease the Cr concentration showed in equation 1.

$$\% \text{ efficiency} = \frac{\text{Decreased concentration of Cr}}{\text{Initial concentration of Cr}} \times 100\% \quad (1)$$

Table 2. The efficiency of reducing the Cr concentration in the sample

Sam ple	Initial concen tration of Cr (mg/L)	Final concen tration of Cr (mg/L)	Decrea sed concen tration of Cr (mg/L)	% efficien cy of reducin g the Cr concent ration
1	0,8154	0,6608	0,1546	18,9600
2		0,6161	0,1993	24,4420
3		0,5824	0,2330	28,5749
4		0,6363	0,1791	21,9647
5		0,5505	0,2649	32,4871
6		0,5329	0,2825	34,6456

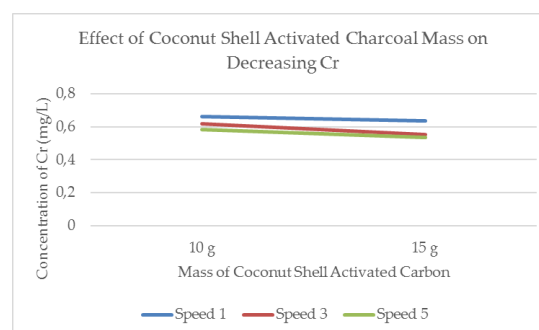


Figure 2. Graph of Effect of Coconut Shell Activated Charcoal Mass on Decreasing Cr

The mass of coconut shell-activated charcoal influences decreasing concentration levels. The greater the mass of coconut shell-activated charcoal, the lower the Cr concentration (figure 2). From the AAS test data, at speed one, there are samples 1 and 4. The mass of adsorbent in sample 1 is 10 grams, while in sample 4 is 15 grams. When compared, the Cr concentration in sample 4 was less, namely 0.6363 mg/L compared to sample 1, which was 0.6608 mg/L.

At speed 3, there are samples 2 and 5. The mass of adsorbent in sample 2 is 10 grams, while in sample 5 is 15 grams. When compared, the Cr concentration in sample 5 was less, namely 0.5505 mg/L compared to sample 2, which was 0.6161 mg/L. While at speed 5 there are samples 3 and 6. The mass of adsorbent in sample 3 is 10 grams, while in sample 6 is 15 grams. When compared, the Cr concentration in sample 6 was less, namely 0.5329 mg/L compared to sample 3, which was 0.5824 mg/L. This experiment is in line with previous research by Shang [32]. With

an increase in the adsorbent dose, more phase contact area, adsorption surface area and adsorption site are provided. Optimization of the adsorption of Cr (VI) from aqueous solutions by activated carbon that has been prepared shows that the initial Cr (VI) concentration and the adsorbent dose significantly affect the efficiency of Cr (VI) removal [33].

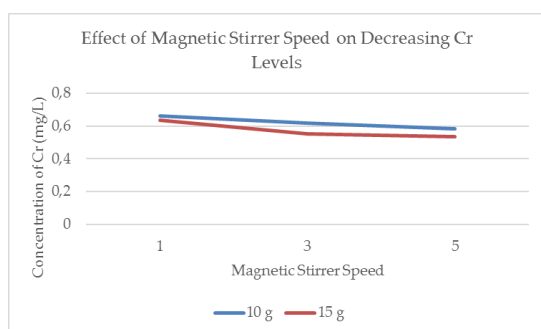


Figure 3. Graph of the Effect of Magnetic Stirrer Speed on Decreasing Cr Levels

From figure 3, the speed of stirring with a magnetic stirrer influences the decrease in concentration levels. The higher the stirring speed, the lower the Cr concentration. From the AAS test result data, the 10 grams mass data contained samples 1, 2, and 3. The stirring speed in sample 1 was scale 1 (30 rpm), sample 2 was scale 3 (60 rpm), while sample 3 was scale 5 (90 rpm). When compared, the concentration of Cr in sample 3 is the lowest, which is 0.5824 mg/L compared to sample 1 which is 0.6608 mg/L and sample 2 is 0.6161 mg/L.

Whereas in the 15 grams mass data there are samples 4, 5, and 6. The stirring speed in sample 4 is a scale of 1 (30 rpm), in sample 5 is a scale of 3 (60 rpm), while in sample 6 is a scale of 5 (90 rpm). When compared, the concentration of Cr in sample 6 is the most a little is 0.5329 mg/L compared to sample 4 which is as much as 0.6363 mg/L and sample 5 is as much as 0.5505 mg/L.

This experiment is in line with previous research by Wang [34]. The results showed that higher stirring rate, which provides a stronger impact force, could cause more micellar rods containing the inorganic-organic composite to converge. Higher stirring rates result in larger pores width. The results showed that the larger CMK-3 had a higher specific surface area and

pore volume, which led to a higher adsorption capacity and a faster adsorption rate.

Acidic conditions in this case also have an effect on decreasing chromium levels because AC can adsorb chromium only under acidic conditions and under alkaline conditions (pH>8) [35].

Acknowledgments

The authors acknowledge Chemistry Department, Faculty of Mathematics and Sciences, Universitas Negeri Malang

Conclusions

Based on the description above, it can be concluded that the variation of stirring speed and mass variation has an effect in reducing the chromium (Cr) content of batik waste. The higher the stirring speed, the less chrome content in the batik waste. Meanwhile, the greater the adsorbent mass in the form of coconut shell activated charcoal, the less chromium content in the batik waste will be. The highest efficiency of coconut shell activated charcoal in reducing chromium (Cr) content in batik waste was the treatment of variations in stirring speed of 90 rpm and mass of 300 g per 1 L of waste. The Cr concentration, which was initially 0.8154 mg/L, then decreased by 0.2825 mg/L to 0.5329 mg/L, so that an efficiency of 34.6456% was obtained.

References

1. Wang, W.; Liu, Y.; Liu, X.; Deng, B.; Lu, S.; Zhang, Y.; Bi, B.; Ren, Z. Equilibrium Adsorption Study of the Adsorptive Removal of Cd²⁺ and Cr⁶⁺ Using Activated Carbon. *Environmental Science and Pollution Research* **2018**, doi:10.1007/s11356-018-2635-5.
2. Yaseen, D.A.; Scholz, M. *Textile Dye Wastewater Characteristics and Constituents of Synthetic Effluents: A Critical Review*; Springer Berlin Heidelberg, 2019; Vol. 16; ISBN 0123456789.
3. Syahputra, R.; Soesanti, I. Green Energy Approach for Batik Industry in Order to Increase Productivity and Maintain a Healthy Environment. In *ICoSI 2014*; 2017.
4. Handayani, W.; Kristijanto, A.I.; Hunga,

- A.I.R. Are Natural Dyes Eco-Friendly? A Case Study on Water Usage and Wastewater Characteristics of Batik Production by Natural Dyes Application. *Sustainable Water Resources Management* **2018**, *4*, 1011–1021, doi:10.1007/s40899-018-0217-9.
5. Soebaryo, R.W. Batik Manufacturing Workers. In *Handbook of Occupational Dermatology*; 2000.
6. Rashidi, H.R.; Sulaiman, N.M.N.; Hashim, N.A. Batik Industry Synthetic Wastewater Treatment Using Nanofiltration Membrane. *Procedia Engineering* **2012**, doi:10.1016/j.proeng.2012.09.025.
7. Subki, N.S.; Hashim, R.; Muslim, N.Z.M. Heavy Metals Analysis of Batik Industry Wastewater, Plant and Soil Samples: A Comparison Study of FAAS and HACH Colorimeter Analytical Capabilities. In *From Sources to Solution*; 2014.
8. Handayani, W.; Kristijanto, A.I.; Hunga, A.I.R. A Water Footprint Case Study in Jarum Village, Klaten, Indonesia: The Production of Natural-Colored Batik. *Environment, Development and Sustainability* **2019**, *21*, 1919–1932, doi:10.1007/s10668-018-0111-5.
9. Hussein, A.; Scholz, M. Dye Wastewater Treatment by Vertical-Flow Constructed Wetlands. *Ecological Engineering* **2017**, doi:10.1016/j.ecoleng.2017.01.016.
10. Adinew, B. Textile Effluent Treatment and Decolorization Techniques - A Review. *Chemistry* **2012**.
11. Li, H.; Gao, P.; Cui, J.; Zhang, F.; Wang, F.; Cheng, J. Preparation and Cr(VI) Removal Performance of Corncob Activated Carbon. *Environmental Science and Pollution Research* **2018**, *25*, 20743–20755, doi:10.1007/s11356-018-2026-y.
12. Markiewicz, B.; Komorowicz, I.; Sajnóg, A.; Belter, M.; Barańkiewicz, D. Chromium and Its Speciation in Water Samples by HPLC/ICP-MS - Technique Establishing Metrological Traceability: A Review since 2000. *Talanta* **2015**.
13. Zeng, G.; Hong, C.; Zhang, Y.; You, H.; Shi, W.; Du, M.; Ai, N.; Chen, B. Adsorptive Removal of Cr(VI) by Sargassum Horneri-Based Activated Carbon Coated with Chitosan. *Water, Air, and Soil Pollution* **2020**, *231*, doi:10.1007/s11270-020-4440-2.
14. Boopathy, R.; Karthikeyan, S.; Mandal, A.B.; Sekaran, G. Adsorption of Ammonium Ion by Coconut Shell-Activated Carbon from Aqueous Solution: Kinetic, Isotherm, and Thermodynamic Studies. *Environmental Science and Pollution Research* **2013**, *20*, 533–542, doi:10.1007/s11356-012-0911-3.
15. Van, H.T.; Bui, T.T.P.; Nguyen, L.H. Residual Organic Compound Removal from Aqueous Solution Using Commercial Coconut Shell Activated Carbon Modified by a Mixture of Seven Metal Salts. *Water, Air, and Soil Pollution* **2018**, *229*, doi:10.1007/s11270-018-3953-4.
16. Dobrowolski, R.; Otto, M. Study of Chromium(VI) Adsorption onto Modified Activated Carbons with Respect to Analytical Application. *Adsorption* **2010**, *16*, 279–286, doi:10.1007/s10450-010-9240-3.
17. Gurgel, L.V.A.; Gil, L.F. Adsorption of Cu(II), Cd(II) and Pb(II) from Aqueous Single Metal Solutions by Succinylated Twice-Mercerized Sugarcane Bagasse Functionalized with Triethylenetetramine. *Water Research* **2009**, doi:10.1016/j.watres.2009.07.017.
18. Ajmal, M.; Rao, R.A.K.; Ahmad, R.; Ahmad, J. Adsorption Studies on Citrus Reticulata (Fruit Peel of Orange): Removal and Recovery of Ni(II) from Electroplating Wastewater. *Journal of Hazardous Materials* **2000**, doi:10.1016/S0304-3894(00)00234-X.
19. Hassan, A.F.; Mortada, W.I.; Hassanien, M.M. Preparation and Characterization of Activated Carbon Based Rice Husk and Its Use for Preconcentration of Pt(II). *International Journal of Modern Chemistry Int. J. Modern Chem* **2013**.
20. Dolas, H.; Sahin, O.; Saka, C.; Demir, H. A New Method on Producing High Surface Area Activated Carbon: The Effect of Salt on the Surface Area and the Pore Size Distribution of Activated Carbon Prepared from Pistachio Shell. *Chemical Engineering Journal* **2011**, doi:10.1016/j.cej.2010.10.061.
21. Song, C.; Wu, S.; Cheng, M.; Tao, P.; Shao, M.; Gao, G. Adsorption Studies of Coconut Shell Carbons Prepared by KOH

- Activation for Removal of Lead(Ii) from Aqueous Solutions. *Sustainability (Switzerland)* **2014**, doi:10.3390/su6010086.
22. Wu, Y.; Yilihan, P.; Cao, J.; Jin, Y. Competitive Adsorption of Cr (VI) and Ni (II) onto Coconut Shell Activated Carbon in Single and Binary Systems. *Water, Air, and Soil Pollution* **2013**, 224, doi:10.1007/s11270-013-1662-6.
23. Sun, H.-W.; Kang, W.-J.; Ha, J.; Liang, S.-X.; Shen, S.-G. Determination of Cr(III) and Cr(VI) in Environmental Waters by Derivative Flame Atomic Absorption Spectrometry Using Flow Injection on-Line Preconcentration with Double-Microcolumn Adsorption. *Journal of the Iranian Chemical Society* **2004**, 1, 40–46, doi:10.1007/bf03245769.
24. Wang, F. A Novel Magnetic Activated Carbon Produced via Hydrochloric Acid Pickling Water Activation for Methylene Blue Removal. *Journal of Porous Materials* **2018**, 25, 611–619, doi:10.1007/s10934-017-0474-2.
25. Chaudhuri, M.; Azizan, N.K. Bin Adsorptive Removal of Chromium(VI) from Aqueous Solution by an Agricultural Waste-Based Activated Carbon. *Water, Air, and Soil Pollution* **2012**, 223, 1765–1771, doi:10.1007/s11270-011-0981-8.
26. Heidarinejad, Z.; Dehghani, M.H.; Heidari, M.; Javedan, G.; Ali, I.; Sillanpää, M. Methods for Preparation and Activation of Activated Carbon: A Review. *Environmental Chemistry Letters* **2020**, 18, 393–415, doi:10.1007/s10311-019-00955-0.
27. Nguyen, L.H.; Nguyen, T.M.P.; Van, H.T.; Vu, X.H.; Ha, T.L.A.; Nguyen, T.H.V.; Nguyen, X.H.; Nguyen, X.C. Treatment of Hexavalent Chromium Contaminated Wastewater Using Activated Carbon Derived from Coconut Shell Loaded by Silver Nanoparticles: Batch Experiment. *Water, Air, and Soil Pollution* **2019**, 230, doi:10.1007/s11270-019-4119-8.
28. Kumrić, K.; Vujasin, R.; Egerić, M.; Petrović, Đ.; Devečerski, A.; Matović, L. Coconut Shell Activated Carbon as Solid-Phase Extraction Adsorbent for Preconcentration of Selected Pesticides from Water Samples. *Water, Air, and Soil Pollution* **2019**, doi:10.1007/s11270-019-4359-7.
29. Bhatnagar, A.; Hogland, W.; Marques, M.; Sillanpää, M. An Overview of the Modification Methods of Activated Carbon for Its Water Treatment Applications. *Chemical Engineering Journal* **2013**.
30. Yousefi, M.; Arami, S.M.; Takallo, H.; Hosseini, M.; Radfard, M.; Soleimani, H.; Mohammadi, A.A. Modification of Pumice with HCl and NaOH Enhancing Its Fluoride Adsorption Capacity: Kinetic and Isotherm Studies. *Human and Ecological Risk Assessment* **2019**, doi:10.1080/10807039.2018.1469968.
31. Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 82 Tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air Dan Pengendalian Pencemaran Air. 2001
32. Shang, T.X.; Zhang, J.; Jin, X.J.; Gao, J.M. Study of Cr(VI) Adsorption onto Nitrogen-Containing Activated Carbon Preparation from Bamboo Processing Residues. *Journal of Wood Science* **2014**, 60, 215–224, doi:10.1007/s10086-014-1392-4.
33. Yusuff, A.S. Optimization of Adsorption of Cr(VI) from Aqueous Solution by Leucaena Leucocephala Seed Shell Activated Carbon Using Design of Experiment. *Applied Water Science* **2018**, 8, 1–11, doi:10.1007/s13201-018-0850-3.
34. Wang, Q.; Wang, Z.; Zheng, T.; Zhou, X.; Chen, W.; Ma, D.; Yang, Y.; Huang, S. Size Control of SBA-15 by Tuning the Stirring Speed for the Formation of CMK-3 with Distinct Adsorption Performance. *Nano Research* **2016**, 9, 2294–2302, doi:10.1007/s12274-016-1116-8.
35. Mohammad-Khah, A.; Ansari, R. Activated Charcoal: Preparation, Characterization and Applications: A Review Article. *International Journal of ChemTech Research* **2009**.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Etanol Batang Daun Dan Bunga Jumpai (*Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC.)

Astuti Amin*, Andi Paluseri, Wahyu Hendrarti, Rahmat Priyandi Linggot

Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Makassar, Makassar, 90241, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 27 Januari 2021

Disetujui 30 April 2021

Key word:

Antioxidants,

Jumpai (*Glinus oppositifolius*

(L.) Aug. DC.),

flavonoid,

DPPH (2,2-diphenyl-1-

picrilhydrazil)

Kata kunci:

Antioksidan,

Jumpai (*Glinus oppositifolius*

(L.) Aug. DC.),

flavonoid,

DPPH(2,2-diphenyl-1-

picrilhydrazil).

ABSTRACT

Jumpai *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC is a plant that contains flavonoids which can act as antioxidants. This study aims to determine the antioxidant potential of the ethanol extract of stems, leaves and flowers by looking at the IC₅₀ value. The stems, leaves and flowers were extracted by maceration using 70% ethano solvent. The results of the antioxidant activity test using the DPPH method (2,2-diphenyl-1-picrilhydrazil) showed very strong antioxidant activity with IC₅₀ values of 9.523 µg / ml stem, 32.89 µg / ml leaves and 23.07 µg / ml flowers with positive control. vitamin C obtained IC₅₀ value of 1.698 µg / ml. Based on these results, it can be concluded that the stems, leaves and flowers have antioxidant activity with a very strong category against DPPH free radicals (2,2-diphenyl-1-picrilhydrazil).

ABSTRAK

Jumpai *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC merupakan tanaman yang mengandung senyawa flavanoid yang dapat berperan sebagai antioksidan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui potensi antioksidan ekstrak etanol batang, daun dan bunga jumpai dengan melihat nilai IC₅₀. Batang, daun dan bunga jumpai diekstraksi dengan cara maserasi menggunakan pelarut etano 70%. Hasil uji aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH (2,2-diphenyl-1-picrilhydrazil) menunjukkan aktivitas antioksidan sangat kuat dengan nilai IC₅₀ batang 9,523 µg/ml, daun 32,89 µg/ml dan bunga 23,07 µg/ml dengan kontrol positif vitamin C diperoleh nilai IC₅₀ 1,698 µg/ml. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa batang, daun dan bunga jumpai memiliki aktivitas antiosidan dengan kategori sangat kuat terhadap radikal bebas DPPH (2,2-diphenyl-1-picrilhydrazil).

email: amin.astuti@gmail.com

Pendahuluan

Antioksidan adalah senyawa pemberi elektron atau reduktan. Senyawa ini memiliki berat molekul kecil, tetapi mampu menghambat reaksi oksidasi, dengan cara mencegah terbentuknya radikal bebas jus [1]. Antioksidan alami bisa berasal dari buah-buahan dan tanaman sedangkan antioksidan buatan dihasilkan dari sintesis suatu reaksi kimia. Penggunaan antioksidan buatan cenderung memiliki negatif bagi kesehatan tubuh [2]. Saat antioksidan endogen (dalam tubuh) tidak dapat dipastikan mampu melindungi tubuh dari oksigen reaktif maka diperlukannya zat antioksidan eksogen (luar tubuh) seperti suplemen nutrisi atau produk farmasi, yang mengandung

prinsip aktif senyawa antioksidan. Antioksidan eksogen yang paling sering di jumpai dari sumber alami seperti vitamin, flavonoid, antosianin, beberapa senyawa mineral [3]. Apabila kadar radikal bebas terlalu tinggi karena pengaruh dari luar tubuh seperti polusi udara, asap rokok, dan, aktivitas fisik berat, maka antioksidan dalam tubuh tidak mampu lagi menetralsir sehingga dibutuhkan antioksidan dari luar tubuh [4].

Tumbuhan memiliki metabolit sekunder yang dikenal akan fungsinya sebagai antioksidan adalah flavonoid. Flavonoid berperan sebagai antioksidan dengan cara mendonasikan atom hidrogennya atau melalui kemampuannya mengkhelat logam, dalam bentuk glukosida (mengandung rantai samping

glukosa) atau dalam bentuk bebas yang disebut aglikon [5].

Berdasarkan penelitian yang dilakukan Sholekah menunjukkan bahwa kandungan fitokimia hasil dari metabolit sekunder seperti flavonoid berpotensi sebagai antioksidan [6]. Salah satu tanaman yang dipercaya mrngandung senyawa flavanoid yang berpotensi sebagai antioksidan adalah tanaman Jumpai (*Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC) [7].

Tanaman *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC adalah tanaman yang tumbuh di Kota Sengkang, Kabupaten Wajo, Sulawesi Selatan. Tanaman *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC sering dibuat sayur oleh masyarakat. Secara empiris tanaman *Glinus oppositifolius* (L.) ini juga dipercaya sebagai tanaman obat tradisional, analgetik, antidiabetes, antihiperlipidemik, antihelminthic, antidiarrhoeal, diuretik, antimalaria, antivirus, antimikroba dan antioksidan [8,9]. Selain itu di India *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC telah digunakan secara tradisional sebagai obat sakit perut, stimulan uterus [10]. Tanaman *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC banyak mengandung glikosida, flavanoid, fenol, steroid, saponin dan alkaloid. Senyawa flavanoid diduga sangat bermanfaat karena berupa senyawa fenolik dan bersifat antioksidan kuat [11].

Pengujian antioksidan dilakukan dengan menggunakan DPPH (2,2 diphenyl-1-picrylhydrazyl) sebagai radikal bebas yang stabil.. Berdasarkan uraian tersebut dilakukan penelitian untuk menentukan aktivitas antioksidan dari ekstrak etanol batang, daun dan bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dengan menggunakan metode DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl).

Metode

Bahan dan Alat

Alat yang digunakan antara lain aluminium foil, bejana maserasi, cawan porselen, kertas saring, rotary evaporator, spektrofotometer UV-Vis, timbangan analitik, water bath, dan gelas piala, labu ukur 10 ml, 25 ml, 50 ml dan 100 ml, beaker gelas, erlenmeyer, vial, pipet mikro, pipet volume, pipet tetes, neraca analitik, sendok tanduk, dan batang pengaduk.

Bahan yang digunakan antara lain: ekstrak etanol batang, daun dan bunga *G. oppositifolius*, etanol 70%, methanol p.a, air suling, aluminium klorida (Merck, Germany), asam galat (Merck, Germany), asam sitrat (Merck, Germany), DPPH

(Sigma-Aldrich), etanol p.a (Merck, Germany), etanol 70%, etil asetat (Merck, Germany), FeCl₃ (Sigma-Aldrich), HCl pekat (Merck, Germany), Kuarsetin (Sigma-Aldrich), n-Heksan (Merck, Germany), Na₂CO₃ 7,5% (Merck, Germany), natrium klorida (Sigma-Aldrich), serbuk Mg (Sigma-Aldrich), reagen Folin-Ciocalteau (Merck, Germany) dan TPTZ (Sigma-Aldrich).

Pembuatan Ekstrak Batang, Daun dan Bunga Jumpai (Glinus oppositifolius (L.) Aug. DC)

Simplisia yang sudah kering ditimbang dan dimasukkan ke dalam tempat maserasi kemudian dimasukkan pelarut etanol 70% dengan perbandingan (1:10). Maserasi dilakukan selama 3 kali 24 jami sambil diaduk, kemudian disimpan ditempat yang tidak terkena sinar matahari langsung. Ekstrak yang diperoleh diuapkan dengan rotary evaporator hingga didapatkan ekstrak kental.

Pembuatan Sediaan Uji Ekstrak Batang, Daun dan Bunga jumpai (Glinus oppositifolius (L.) Aug. DC)

Pembuatan larutan sediaan uji ekstrak batang, Daun dan Bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC Ekstrak etanol batang, Daun dan Bunga *G. oppositifolius* dilarutkan dengan etanol p.a dengan konsentrasi 1000 ppm dalam 100 ml pelarut 100 mg ekstrak. Kemudian 1 ml di pipet, diencerkan dengan etanol p.a dengan menggunakan labu ukur 10 ml sehingga didapatkan konsentrasi 100 ppm sebagai larutan stock. Pembuatan berbagai seri konsentrasi dari larutan stock ekstrak etanol batang *G. oppositifolius* di buat seri konsentrasi 1ppm, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm dan 8 ppm lalu diencerkan dengan etanol p.a pada masing-masing pada labu ukur 5 ml.

Pembuatan larutan DPPH

Ditimbang DPPH 0,01577 g, kemudian dilarutkan dengan etanol p.a dalam labu ukur 100ml.

Pembuatan larutan Standar Vitamin C

Vitamin C dilarutkan dalam etanol p.a dengan konsentrasi 1000 ppm dalam 100 ml pelarut yang mengandung 100 mg ekstrak diencerkan dengan etanol p.a dalam labu ukur dengan konsentrasi 10 ppm sebagai larutan stock.

Pengukuran serapan larutan blanko DPPH

Larutan DPPH dipipet sebanyak 1 ml kedalam labu ukur 5 ml, ditambahkan etanol p.a. kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 515 nm dengan dengan Spektrofotometri Vis.

Pengukuran aktivitas radikal bebas DPPH ekstrak batang, Daun dan Batang *G. oppositifolius*.

Masing-masing konsentrasi ekstrak batang, Daun dan Bunga dipipet sebanyak 1 ml larutan pereaksi DPPH dan dicukupkan volumenya sampai 5 ml dengan etanol p.a dalam masing-masing labu ukur. Larutan dihomogenkan dan didiamkan selama 30 menit, kemudian diukur pada panjang gelombang 515 nm dengan spektrofotometri Vis.

Pengukuran aktivitas pengikatan DPPH dengan Vitamin C murni

Dipipet 1 ml larutan vitamin C, ditambahkan 1 ml larutan DPPH kemudian ditambahkan etanol p.a samapi volumenya 5 ml n dalam labu ukur. serapan diukur dengan spektrofotometri Vis dengan panjang gelombang 515 nm.

Pengolahan Data

Data hasil analisis antioksidan ekstrak batang, daun dan bunga Jumpai dengan Besar persentase pengikatan radikal bebas DPPH dihitung berdasarkan [persamaan 1](#) [12].

$$\text{Aktivitas antioksidan} = \frac{(\text{Abs.Blanko} - \text{Abs.Sampel})}{(\text{Abs.Blank}) \times 100\%} \quad (1)$$

Hasil dan Pembahasan

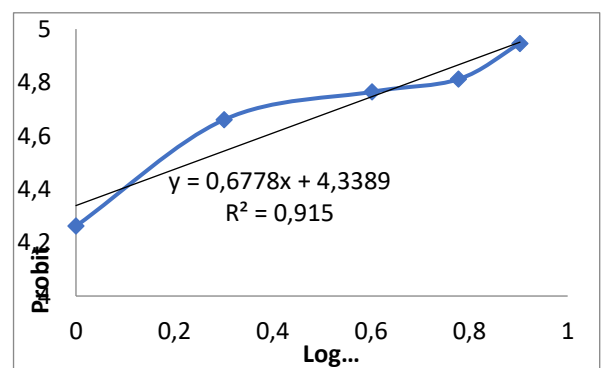
Hasil aktivitas antioksidan batang, daun dan bunga jumpai dilakukan dengan metode DPPH karena Senyawa antioksidan dapat bereaksi dengan radikal DPPH melalui mekanisme donasi atom hydrogen dan menyebabkan terjadinya perubahan warna DPPH dari ungu ke kuning yang diukur pada panjang gelombang 515-520 nm. Hasil pengukuran aktivitas antioksidan ekstrak etanol batang, daun dan bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dan vitamin C dengan DPPH.

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah batang, daun dan bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC yang di ekstraksi dengan metode maserasi. Pada metode maserasi sampel dipotong kecil- kecil kemudian dikeringkan terlebih dahulu sehingga didapatkan

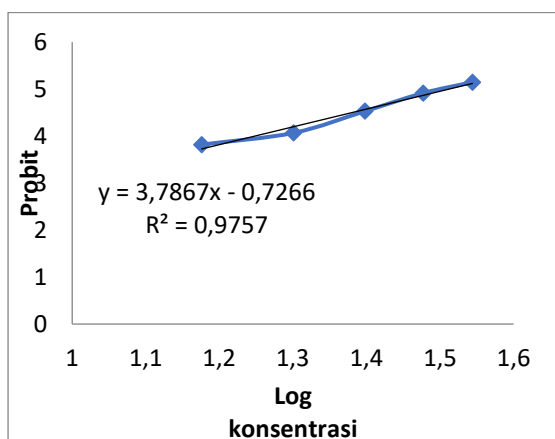
luas permukaan sampel yang besar. Pelarut yang digunakan adalah pelarut etanol 70% karena konsentrasi pelarut etanol sangat berpengaruh nyata terhadap rendemen, total fenol, total flavonoid dan aktivitas penghambat radikal DPPH [4].

Dengan menggunakan pelarut etanol 70% bisa mengikat senyawa polar sehingga bisa menembus dinding sel dan masuk ke dalam rongga sel yang mengandung zat aktif. Selain itu berdasarkan penelitian yang dilakukan bahwa semua bagian tanaman yaitu akar, batang dan daun tanaman *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC mengandung alkaloid, flavonoid, glikosida, saponin, sterol, tanin dan memiliki aktivitas antioksidan yang tinggi [13,14]. Ekstrak etanol memiliki aktivitas penghambatan DPPH tertinggi yaitu sebesar 70%. Untuk memaksimalkan hasil ekstraksi maka dilakukan sebanyak 2 kali (remaserasi) dimana ampas dari ekstrak pertama dimaserasi kembali. Ekstrak etanol 70% disaring dan diuapkan dengan rotari evaporator hingga diperoleh ekstrak kental. Selanjutnya ekstrak etanol batang, daun dan bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC diuji aktivitas antioksidannya dengan menggunakan metode DPPH (2,2-difenil-1-pikrihidrazil).

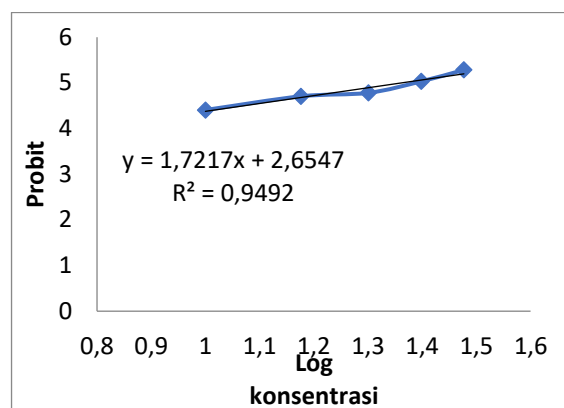
Pengujian masing-masing ekstrak dilakukan terhadap 5 konsentrasi yaitu ekstrak etanol batang *G. oppositifolius* 1 ppm, 2 ppm, 4 ppm, 6 ppm dan 8 ppm, ekstrak etanol daun *G. oppositifolius* 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm, 30 ppm dan 35 ppm dan ekstrak etanol bunga *G. oppositifolius* 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm dan 30 ppm, diukur dengan spektrofotometer UV- Vis pada panjang gelombang 520 nm dengan vitamin C sebagai kontrol positif. Hasil pengujian aktivitas antioksidan dapat dilihat pada [gambar 1](#), [2](#), dan [3](#).



Gambar 1. Hubungan Log konsentrasi Ekstrak etanol batang *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dengan persen peredaman



Gambar 2. Hubungan Log konsentrasi Ekstrak etanol Daun *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dengan persen peredaman



Gambar 3. Hubungan Log konsentrasi Ekstrak etanol Bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dengan persen peredaman

Tabel 1. Nilai IC₅₀ Aktivitas Antioksidan Ekstrak Etanol Batang, Daun, Bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dan Vitamin C

Sampel	Konsentrasi (ppm)	Log konsentrasi (X)	Inhibisi (%)	Probit (y)	Persamaan garis linear	IC ₅₀ (µg/ml)
Ekstrak etanol batang <i>G. oppositifolius</i>	1	0	23,11	4,262	Y=0,676x +	9,523 µg/ml
	2	0,301	36,68	4,6604	4,339	
	4	0,602	40,75	4,765	R2=0,915	
	6	0,778	42,62	4,8124		
	8	0,903	47,87	4,9461		
Ekstrak etanol daun <i>G. oppositifolius</i>	15	1,176	12,98	3,819	Y=3,786x –	32,89 µg/ml
	20	1,301	17,62	4,0686	0,726	
	25	1,398	32,01	4,5303	R2=0,975	
	30	1,477	46,74	4,9148		
	35	1,544	55,86	5,1472		
Ekstrak etanol bunga <i>G. oppositifolius</i>	10	1	27,55	4,4065	Y=1,721x +	23,07 µg/ml
	15	1,176	38,3	4,705	2,654	
	20	1,301	41,41	4,7823	R2=0,949	
	25	1,398	51,08	5,0316		
	30	1,477	61,13	5,2839		
Vitamin C	0.4	0,398	9,70	3,702	Y=2,232x +	1,698 µg/ml
	0.8	0,097	19,72	4,1488	4,466	
	1.2	0,079	30,58	4,4916	R2=0,918	
	1.6	0,204	41,82	4,7864		
	2	0,301	65,59	5,4018		

Berdasarkan analisis data menggunakan analisis

probit diperoleh nilai IC₅₀ dapat dilihat pada [tabel](#)

1 dan gambar 1, 2, dan 3. Hasil pengujian aktivitas antioksidan dengan metode DPPH didapatkan ekstrak etanol batang *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dengan nilai IC_{50} sebesar 9,523 $\mu\text{g/ml}$, ekstrak etanol daun *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC mempunyai nilai IC_{50} sebesar 32,89 $\mu\text{g/ml}$, ekstrak etanol bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dengan nilai IC_{50} 23,07 $\mu\text{g/ml}$ dan vitamin C. Sebagai pembanding mempunyai nilai IC_{50} sebesar 1,698 $\mu\text{g/ml}$. Semakin kecil nilai IC_{50} berarti semakin kuat daya antioksidannya. Hal ini menunjukkan bahwa daya antioksidan masing-masing ekstrak etanol daun, batang dan bunga *G. oppositifolius* memiliki aktivitas antioksidan yang sangat kuat dengan tingkat intensitas antioksidan dalam rentang nilai IC_{50} 50-100 $\mu\text{g/mL}$. Hal ini disebabkan karena ekstrak etanol daun, batang dan bunga *G. oppositifolius* memiliki Senyawa flavonoid dan senyawa fenolik. Dimana senyawa fenolik memiliki aktivitas antioksidan karena sifat reduksinya. Flavonoid dapat beraksi sebagai antioksidan dengan menangkap radikal bebas melalui pemberian atom hidrogen pada radikal tersebut. Secara umum, kemampuan flavonoid dalam menangkap radikal tergantung dari substitusi gugus hidroksi dan kemampuan stabilisasi dari radikal fenolik melalui ikatan hidrogen atau melalui delokalisasi elektron. Selanjutnya radikal fenoksi flavonoid tersebut distabilkan oleh delokalisasi elektron yang tidak berpasangan di sekitar cincin aromatik. Stabilitas radikal fenoksi flavonoid (reactive oxygen) akan mengurangi kecepatan perambatan (propagasi) autooksidasi reaksi berantai [15,16]. Sehingga dari hasil menunjukkan bahwa daya hambat antioksidan Vitamin C tetap lebih kuat dibandingkan dengan masing-masing ekstrak etanol daun, batang dan bunga *G. oppositifolius*. Hal ini disebabkan karena Vitamin C merupakan senyawa murni sedangkan ekstrak etanol batang, daun dan bunga masih merupakan ekstrak kasar bukan senyawa murni atau isolat. Sehingga nilai IC_{50} Vitamin C lebih kuat dibandingkan dengan nilai ekstrak etanol Batang, Daun dan Bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC.

Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan pada ekstrak etanol Batang, Daun dan Bunga *Glinus oppositifolius* (L.) Aug. DC dapat disimpulkan bahwa ketiga ekstrak tersebut memiliki aktivitas antioksidan sangat kuat karena

memiliki nilai IC_{50} <50 ppm yaitu : ekstrak batang 9,523 ppm, ekstrak daun 32,89 ppm dan ekstrak bunga 23,07 ppm

DaftarPustaka

1. Jusmiati, J.; Rusli, R.; Rijai, L. Aktivitas Antioksidan Kulit Buah Kakao Masak Dan Kulit Buah Kako Muda. *Jurnal Sains dan Kesehatan* **2015**, *1*, 34–39.
2. Rahmi, H. Aktivitas Antioksidan Dari Berbagai Sumber Buah-Buahan Di Indonesia. *Jurnal Agrotek Indonesia (Indonesian Journal of Agrotech)* **2017**, *2*.
3. Aloanis, A.A.; Karundeng, M. Total Kandungan Antioksidan Ekstrak Etanol Buah Beringin (*Ficus Benjamina* Linn.). *Fullerene Journal of Chemistry* **2019**, *4*, 1–4.
4. Suhendra, C.P.; Widarta, I.W.R.; Wiadnyani, A.A.I.S. Pengaruh Konsentrasi Etanol Terhadap Aktivitas Antioksidan Ekstrak Rimpang Ilalang (*Imperata Cylindrica* (L) Beauv.) Pada Ekstraksi Menggunakan Gelombang Ultrasonik. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Pangan (ITEPA)* **2019**, *8*, 27–35.
5. Sholekah, F.F. Perbedaan Ketinggian Tempat Terhadap Kandungan Flavonoid Dan Beta Karoten Buah Karika (*Carica Pubescens*) Daerah Dieng Wonosobo. In *Proceedings of the Prosiding Seminar Nasional Pendidikan Biologi dan Biologi*. Fakultas MIPA, Universitas Negeri Yogyakarta. Hal.: B75-B82; 2017.
6. Redha, A. Flavonoid: Struktur, Sifat Antioksidatif Dan Peranannya Dalam Sistem Biologis. **2013**.
7. Inngjerdigen, K.T.; Patel, T.R.; Chen, X.; Kenne, L.; Allen, S.; Morris, G.A.; Harding, S.E.; Matsumoto, T.; Diallo, D.; Yamada, H. Immunological and Structural Properties of a Pectic Polymer from *Glinus Oppositifolius*. *Glycobiology* **2007**, *17*, 1299–1310.
8. Sheu, S.-Y.; Yao, C.-H.; Lei, Y.-C.; Kuo, T.-F. Recent Progress in *Glinus Oppositifolius* Research. *Pharmaceutical biology* **2014**, *52*, 1079–1084.
9. Traore, F.; Faure, R.; Ollivier, E.; Gasquet, M.; Azas, N.; Debrauwer, L.; Keita, A.; Timon-David, P.; Balansard, G. Structure and Antiprotzoal Activity of Triterpenoid Saponins from *Glinus Oppositifolius*. *Planta Medica* **2000**, *66*, 368–371.
10. Suman Pattanayak; Subas Chandra Dinda;

- Siva Shankar; Durgaprasad Panda
Antimicrobial and Anthelmintic Potetntial of
Glinus Oppositifolius (Linn Family:
Molluginaceae. *Pharmacologyonline* **2011**, 1,
165–169.
11. Heinrich, M.; Barnes, J.; Gibbons, S.;
Williamson, E.M. Farmakognosi Dan
Fitoterapi. *Jakarta: Penerbit Buku Kedokteran
EGC* **2009**.
 12. Aloanis, A.A. Analisis Pemerangkapan
Radikal Bebas Ekstrak Etanol Buah Beringin
(Ficus Benjamina Linn.). *Fullerene Journal of
Chemistry* **2018**, 3, 37–39.
 13. Martin-Puzon, J.J.R.; Valle Jr, D.L.; Rivera, W.L.
TLC Profiles and Antibacterial Activity of
Glinus Oppositifolius L. Aug.
DC.(Molluginaceae) Leaf and Stem Extracts
against Bacterial Pathogens. *Asian Pacific
Journal of Tropical Disease* **2015**, 5, 569–574.
 14. AsokKumar, K.; UmaMaheswari, M.;
Sivashanmugam, A.T.; SubhadraDevi, V.;
Subhashini, N.; Ravi, T.K. Free Radical
Scavenging and Antioxidant Activities of
Glinus Oppositifolius (Carpet Weed) Using
Different in Vitro Assay Systems.
Pharmaceutical Biology **2009**, 47, 474–482.
 15. Amin, A.; Wunas, J.; Anin, Y.M. Uji Aktivitas
Antioksidan Ekstrak Etanol Klika Faloak
(Sterculia Quadrifida R. Br) Dengan Metode
DPPH (2, 2-Diphenyl-1-Picrylhydrazyl). *Jurnal
Fitofarmaka Indonesia* **2015**, 2, 111–114.
 16. Hoque, N.; Imam, M.Z.; Akter, S.; Mazumder,
M.E.H.; Hasan, S.R.; Ahmed, J.; Rana, M.S.
Antioxidant and Antihyperglycemic Activities
of Methanolic Extract of Glinus Oppositifolius
Leaves. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*
2011, 1, 5.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This
article is an open access article distributed under the terms and
conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license
(<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Pengaruh Jenis Larutan Pemasak Terhadap Kualitas Pulp Daun Pisang

Noer Kurnia Dewi, Risnita Vicky Listyarini*

Pendidikan Kimia, Universitas Sanata Dharma, Yogyakarta, 55281, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 05 Maret 21

Disetujui 29 April 21

Keywords:

pulp making; banana leaves;
solvents

Kata kunci:

pembuatan pulp; daun pisang;
larutan pemasak

ABSTRACT

The need for paper continues to increase, indicating that there is an alternative wood material that can be used as a base for making pulp. Materials that can be used are dried banana leaves which contain cellulose. The quality of the pulp can be obtained by the characteristics of the pulp produced. This study was conducted to determine the effect of the type of solvents on the pulp quality of banana leaves. The pulp has been made using delignification process with addition of 3% NaOH or 3% Na₂CO₃ 3% and heating up to 120 minutes, at 105 °C. Pulp quality was obtained from the results of pulp analysis, cellulose content, water content, physical appearances and qualitative analysis by FTIR. From the analysis of cellulose content, water content and FTIR instruments, pulp made with 3% NaOH solution are better suited to 3% Na₂CO₃ where the resulting pulp has a water content of 4.96%, a smooth and fibrous texture, a rich color, and produces a cellulose hydroxyl absorption band that is stronger than the pulp made of 3% Na₂CO₃. However, the pulp made from 3% NaOH solution has a lower yield (56.5%) and cellulose content (26.07%) than Na₂CO₃ 3%. Dried banana leaves can be used as an alternative in pulp making.

ABSTRAK

Kebutuhan kertas terus meningkat yang menunjukkan perlu adanya adanya bahan alternatif pengganti kayu yang dapat dijadikan sebagai bahan dasar pembuatan pulp. Bahan yang dapat digunakan adalah daun pisang kering yang memiliki kandungan selulosa. Kualitas pulp dipengaruhi oleh karakteristik dari pulp yang dihasilkan. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh jenis larutan pemasak terhadap kualitas pulp dari daun pisang. Pulp dibuat melalui proses delignifikasi menggunakan larutan pemasak NaOH 3% dan Na₂CO₃ 3% selama 120 menit, pada suhu 105 °C. Kualitas pulp ditinjau dari analisis rendemen pulp, kadar selulosa, kadar air, bentuk fisik dan analisis kualitatif dengan FTIR. Dari analisis kadar selulosa, kadar air dan instrumen FTIR, pulp yang dibuat dengan larutan pemasak NaOH 3% lebih baik daripada Na₂CO₃ 3% di mana pulp yang dihasilkan memiliki kadar air yang 4,96%, tekstur yang halus dan berserat, warna yang lebih terang, dan menghasilkan pita serapan hidroksil selulosa yang lebih kuat dibandingkan pulp yang dibuat dari Na₂CO₃ 3%. Namun, pulp yang dibuat dari larutan NaOH 3% memiliki rendemen (56,5%) dan kadar selulosa (26,07%) yang lebih rendah dibandingkan Na₂CO₃ 3%. Daun pisang kering dapat dijadikan sebagai alternatif dalam pembuatan pulp.

*e-mail: risnita.vicky@usd.ac.id

Pendahuluan

Kertas merupakan salah satu bahan yang masih dibutuhkan oleh masyarakat. Semua sektor baik pemerintah, pengusaha, dan dunia pendidikan membutuhkan kertas untuk administrasi, media menyampaikan informasi dan sebagainya. Menurut data dari Kemperin

RI, konsumsi kertas di dunia telah mencapai 394 juta ton pada tahun 2016 dan akan terus meningkat menjadi 490 juta ton pada 2020 [1]. Industri kertas di Indonesia memproduksi kertas dari kayu pohon. Kebutuhan akan kertas yang terus meningkat berbanding lurus dengan jumlah pohon yang harus ditebang untuk

memenuhi perminataan. Adanya usaha reboisasi tidak akan cukup untuk menanggulangi penebangan pohon yang terus meningkat. Menipisnya pohon di hutan berdampak buruk terhadap iklim di Indonesia. Bahan alternatif pengganti kayu untuk bahan pembuatan kertas perlu diteliti dari tumbuhan di Indonesia.

Kertas dibuat dari bubur kertas (*pulp*) yang mengandung selulosa. Bubur kertas (*pulp*) merupakan bahan utama dalam pembuatan kertas yang mengandung sebagian besar selulosa. Selulosa dapat ditemukan di sebagian besar tumbuhan [2]. Selulosa adalah komponen yang terdapat pada tumbuhan dengan bobot molekul mencapai 50.000 – 500.000 dan terdapat di dalam dinding sel tanaman seperti dalam jerami, kapas, kertas, dan berbagai macam kayu [3, 4]. Selulosa memiliki rumus kimia $(C_6H_{10}O_5)_n$ yang merupakan polimer yang tersusun dari monomer berupa β -D-glukopiranososa.

Hampir sebagian besar tanaman di Indonesia mengandung selulosa yang berpotensi untuk dijadikan sebagai bubur kertas (*pulp*) [4]. Indonesia merupakan negara tropis agraris dengan hasil perkebunan bervariasi salah satunya adalah pohon pisang. Bagian pohon pisang yang kurang dimanfaatkan adalah daun pisang yang sudah kering. Daun pisang kering oleh masyarakat hanya dibuang dan dibakar sehingga dapat menambah polusi udara. Bagian pohon pisang yang digunakan pada penelitian ini adalah daun pisang. Daun pisang mengandung serat berupa 26% selulosa, 17% hemiselulosa, dan 25% lignin [5]. Lebih lanjut, penelitian lain mengemukakan bahwa kandungan selulosa dan lignin dalam daun pisang berturut-turut sebesar 44-54% dan 11-22% [6]. Pemanfaatan daun pisang kering sebagai bahan baku pembuatan pulp ini dapat dijadikan sebagai usaha untuk meningkatkan nilai ekonomi hasil perkebunan. Dimana, daun pisang kering yang awalnya hanya dibuang dapat dijual atau dimanfaatkan untuk pembuatan *pulp* atau bubur kertas.

Sebagian besar tanaman memiliki komponen lignoselulosa yang terdiri dari selulosa, hemiselulosa, dan lignin. Limbah tanaman mengandung 40 - 60% selulosa, 20 - 30% hemiselulosa, dan 15 - 30% lignin [7].

Komponen utama yang diperlukan untuk membuat kertas adalah selulosa sehingga komponen lain seperti hemiselulosa dan lignin perlu dihilangkan melalui proses delignifikasi. Dalam pembuatan pulp, dapat dilakukan melalui proses kimia yang meliputi proses soda, proses sulfat, dan proses sulfit [8]. Bahan yang sering digunakan untuk proses sulfat adalah Na_2S , Na_2CO_3 , dan Na_2SO_4 . Berbeda dengan proses soda yang menggunakan larutan alkali seperti $NaOH$ sedangkan proses sulfit menggunakan garam sulfit [8]. Sebagian besar penelitian terhadap *pulp*, menggunakan $NaOH$ sebagai larutan pemasaknya. Setiap proses kimia yang berbeda dimungkinkan berpengaruh terhadap kualitas *pulp* yang dihasilkan.

Pembuatan pulp yang memanfaatkan biomassa berupa tumbuhan ini sudah banyak dilakukan seperti penelitian yang dilakukan oleh [9] yang membuat pulp dari ampas tebu melalui proses soda. Pembuatan pulp dari batang pisang dan mengkaji pengaruh konsentrasi $NaOH$ dan waktu pemasakan terhadap kualitas pulp telah dilakukan oleh [7]. Berdasarkan penelitian tersebut konsentrasi $NaOH$ paling optimum sebesar 2% dengan waktu pemasakan selama 120 menit dapat menghasilkan pulp dengan kualitas paling baik. Penelitian lain dilakukan oleh [10] yang mengkaji faktor-faktor yang mempengaruhi proses pembuatan pulp dimana suhu optimum untuk menghasilkan kadar selulosa tertinggi pada suhu 95 °C; dengan waktu pemasakan selama 60-120 menit, konsentrasi etanol sebesar 40%, dan perbandingan larutan pemasak sebesar 8:1. Setiap proses kimia dengan jenis larutan pemasak yang berbeda memiliki kelebihan dan kekurangannya masing-masing sehingga dapat mempengaruhi kualitas pulp. Kualitas pulp dipengaruhi oleh karakteristik dari pulp yang dihasilkan. Faktor yang mempengaruhi mutu pulp diantaranya adalah panjang serat, kadar selulosa, kadar abu, kadar lignin, dan bilangan kappa [8]. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh jenis larutan pemasak terhadap kualitas *pulp* dari daun pisang yang ditinjau dari rendemen *pulp*, kadar selulosa, kadar air, dan bentuk fisiknya.

Bahan dan Metode

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah erlenmeyer, labu ukur, gelas kimia, gelas ukur, pengaduk gelas, penyaring, pipet tetes, cawan petri *oven, hot plate, magnetic stirrer*, autoklaf, desikator, neraca, dan alat instrumentasi FTIR.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah daun pisang, NaOH 3%, Etanol 40%, Na₂CO₃ 3%, akuades, asam asetat 2N, asam sulfat, dan kertas saring, indikator universal.

Tahapan Persiapan

Daun pisang dibersihkan dari pengotor. Daun pisang dijemur di bawah sinar matahari sampai kering. Daun pisang kering disimpan dalam tempat yang tertutup. Daun pisang dipotong dengan ukuran yang sama. Daun pisang kering tersebut dianalisis kadar air, kadar selulosa. Kandungan selulosa dan lignin juga dianalisis menggunakan FTIR. Daun pisang dikeringkan di dalam oven selama 1 jam kemudian didinginkan dalam desikator.

Tahapan Pembuatan Pulp dari Daun Pisang

Beberapa tahapan dari pembuatan pulp diadaptasi dan dimodifikasi dari penelitian [7]. 10 gram daun pisang dimasukkan dalam tiga gelas kimia. Larutan pemasak berupa NaOH 3% dan Na₂CO₃ 3% dimasukkan pada masing-masing gelas kimia dengan perbandingan 8:1 terhadap berat daun pisang. Ketiga gelas kimia dimasukkan dalam autoklaf. Autoklaf dioperasikan pada suhu 105 °C selama 120 menit. Daun pisang yang sudah dimasak kemudian dikeluarkan dari autoklaf dan didinginkan hingga mencapai suhu kamar. Residu dan filtrat dipisahkan dengan menggunakan kertas saring. Residu yang didapatkan kemudian dicuci dengan etanol 40% dan dilanjutkan pencucian dengan air panas lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 60 menit. Padatan yang telah kering ditimbang (sebagai berat pulp kering). Analisis yang dilakukan adalah pengukuran rendemen pulp, kadar selulosa dan kadar air. Analisis kandungan selulosa dan lignin dilakukan dengan FTIR.

Analisis Kadar Selulosa (Metode SNI 14-0444-1989)

Tiga gram pulp kering ditimbang. Pulp ditambahkan dengan 15 mL NaOH 17,5% dan diaduk selama 1 menit. 10 mL NaOH 17,5% ditambahkan dan diaduk selama 45 detik. Sebanyak 10 mL NaOH 17,5% ditambahkan lagi dan diaduk selama 15 detik. Campuran dibiarkan selama 3 menit dan ditambahkan 10 mL NaOH 17,5% dengan pengadukan selama 10 menit. Penambahan selanjutnya adalah larutan NaOH 17,5% sebanyak 10 mL setelah 2,5 ; 5 ; 7,5 menit. Campuran dibiarkan selama 30 menit dalam keadaan tertutup. Setelah 30 menit, campuran ditambahkan 100 mL akuades. Campuran dan dipisahkan dari endapannya. Endapan yang didapatkan kemudian dicuci dengan 50 mL akuades sebanyak 5 kali. Endapan yang telah dicuci kemudian ditambahkan dengan 12,5 mL asam asetat 2 N dan diaduk selama 5 menit. Campuran kemudian dicuci dengan akuades hingga bebas asam (diuji dengan kertas lakmus). Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 105 °C selama 60 menit dan dimasukkan dalam desikator. Endapan ditimbang hingga diperoleh berat yang konstan. Kadar selulosa dihitung dengan rumus [persamaan 1](#) [7].

$$\text{Kadar selulosa} = \frac{\text{Berat endapan selulosa}}{\text{Berat pulp}} \times 100\% \quad (1)$$

Analisis kadar air

Cawan dipanaskan pada suhu 105 °C selama 1 jam dan didinginkan dalam desikator. 5 gram sampel ditimbang. Sampel dipanaskan di dalam oven pada suhu 105 °C selama 1 jam. Sampel kemudian didinginkan di dalam desikator dan ditimbang [10]. Kadar air dihitung dengan [persamaan 2](#).

$$\text{Kadar Air} = \frac{\text{berat sampel awal} - \text{berat sampel di oven}}{\text{berat sampel awal}} \times 100\% \quad (2)$$

Analisis dengan FTIR

Produk pulp kering dianalisis menggunakan FTIR pada bilangan gelombang 500 – 4000 cm⁻¹ untuk uji kualitatif kandungan

selulosa dan lignin.

Hasil dan Pembahasan

Pulp dibuat dari daun pisang kering dari pohon. Daun pisang yang dipilih adalah daun pisang dengan kualitas baik yang dilihat dari tidak adanya hama yang menempel pada daun. Daun pisang dipilih karena kandungan selulosa dan lignin dalam daun pisang berturut-turut sebesar 44-54% dan 11-22% [6]. Syarat bahan yang dapat digunakan sebagai pulp adalah yang mengandung selulosa cukup tinggi sehingga daun pisang dipilih sebagai sumber selulosa. Pembuatan pulp menggunakan prinsip utama yaitu proses delignifikasi. Delignifikasi adalah proses penghilangan kandungan lignin pada bahan berserat menggunakan larutan pemasak tertentu [11, 12]. Sebelum dilakukan proses delignifikasi, daun pisang harus dipotong kecil-kecil terlebih dahulu dengan ukuran yang seragam untuk memperbesar luas permukaan bahan dan agar serat dari pulp yang dihasilkan lebih seragam. Daun pisang kering yang digunakan disajikan pada [gambar 1](#).



Gambar 1. Daun Pisang Kering sebelum Dilakukan Proses Delignifikasi

Penggunaan larutan pemasak yang berbeda telah digunakan dalam penelitian ini. Larutan pemasak yang digunakan adalah Na_2CO_3 dan NaOH . Bahan Na_2CO_3 merupakan larutan pemasak dalam pembuatan pulp melalui proses sulfat sedangkan NaOH merupakan larutan pemasak dalam pembuatan pulp melalui proses soda. Konsentrasi larutan pemasak, waktu reaksi, dan suhu reaksi dibuat sama untuk kedua larutan pemasak. Konsentrasi larutan pemasak yang digunakan sebesar 3%, waktu reaksi selama 120 menit, pada suhu 105°C . Konsentrasi larutan pemasak

3% dan suhu pemanasan 120 menit dipilih sesuai dengan penelitian [7] di mana diperoleh kandungan selulosa dan lignin pada pulp batang pisah dengan baik. Referensi tersebut digunakan dalam penelitian pembuatan pulp dengan daun pisang ini.

Pembuatan pulp dilakukan dengan cara menambahkan larutan pemasak berupa NaOH 3% atau Na_2CO_3 3%. Penambahan larutan pemasak tersebut bertujuan untuk menghidrolisis lignin yang terdapat dalam daun pisang. Saat daun pisang ditambahkan dengan NaOH akan terbentuk natrium lignat yang dapat larut dalam air dan terpisah dari selulosa [13]. Proses reaksi dilakukan selama 120 menit menggunakan autoklaf. Tujuan digunakannya autoklaf agar suhu reaksi stabil selama proses pemasakan sehingga proses hidrolisis lignin dapat berlangsung secara maksimal. Daun pisang disaring dan dicuci menggunakan etanol. Tujuan pencucian menggunakan etanol untuk melarutkan lignin yang masih terdapat pada daun pisang. Hal ini terbukti dari filtrat yang berwarna coklat hasil dari proses pencucian daun pisang setelah dimasak. Menurut [7], lignin pada tumbuhan merupakan bahan yang tidak berwarna namun jika terkena sinar matahari berubah menjadi kuning hingga kecoklatan. Hal ini mengindikasikan bahwa filtrat hasil penyaringan mengandung lignin yang terlarut dalam pelarut etanol. Didukung oleh [14], lignin dapat larut dalam pelarut organik, dan larutan alkali encer. Proses selanjutnya adalah menambahkan air panas 70°C yang bertujuan untuk mencuci dan menetralkan pH pada daun pisang. Etanol dan air memiliki kemiripan polaritas dimana sama-sama termasuk ke dalam pelarut polar sehingga diharapkan lignin dan zat pengotor lain pada daun pisang dapat larut dan terbawa oleh pelarut sehingga daun pisang terhindar dari zat pengotor yang dapat menurunkan kualitas pulp.

Kualitas pulp dianalisis dengan pengujian rendemen pulp, kadar selulosa, dan kadar air yang didukung analisis interumentasi menggunakan FTIR untuk mengetahui kandungan selulosa secara kualitatif. Rendemen pulp menunjukkan persentase antara berat murni pulp setelah dilakukan proses delignifikasi terhadap berat daun pisang

[7]. Kadar selulosa menunjukkan persentase banyaknya selulosa murni terhadap jumlah komponen total (selulosa, hemiselulosa, dan lignin) yang terdapat pada pulp. Kadar air menunjukkan berat air murni terhadap berat

total pulp. Analisis FTIR menunjukkan grafik pita absorpsi yang menunjukkan keberadaan gugus penyusun selulosa. Hasil kualitas pulp disajikan dalam [tabel 1](#).

Tabel 1. Data Perbandingan Kualitas Pulp dari Larutan Pemasak yang Berbeda

Nama Sampel	Jenis Larutan Pemasak	Rendemen (%)	Kadar Selulosa (%)	Kadar air (%)
Sampel a	NaOH 3%	56,5	26,07	4,96
Sampel b	Na ₂ CO ₃ 3%	68,2	51,96	38,40

Pengaruh Jenis Larutan Pemasak terhadap Rendemen Pulp

Hubungan antara persentase rendemen terhadap jenis larutan pemasak dapat dilihat pada [tabel 1](#). Rendemen pulp yang menggunakan larutan pemasak Na₂CO₃ 3% (sampel b) lebih besar dibandingkan rendemen pulp yang menggunakan larutan pemasak NaOH 3% (sampel a). Hasil yang diperoleh dari penelitian ini lebih baik dibandingkan industri pulp kimia yang menghasilkan rendemen pada rentang 35% sampai 63% [7]. Hal ini menunjukkan bahwa pulp berbahan dasar daun pisang kering dapat digunakan sebagai alternatif pembuatan pulp pada skala industri kimia skala besar. Namun, besarnya rendemen pulp ini tidak bisa digunakan sebagai salah satu penentu bahwa pulp yang dihasilkan memiliki kualitas yang baik. Kualitas pulp dapat ditinjau dari kadar selulosa, kadar air, dan bentuk fisiknya.

Pengaruh Jenis Larutan Pemasak terhadap Kadar Selulosa

Kadar selulosa pada pulp sangatlah penting. Pulp dengan kadar selulosa yang tinggi sangat diharapkan pada industri kertas. Kadar selulosa yang tinggi berkaitan dengan kekuatan tarik yang dimiliki oleh pulp. Pada [tabel 1](#) terlihat bahwa kadar selulosa dari pulp pada sampel b lebih besar dibandingkan kadar selulosa pada sampel a. Hanya sampel b yang memenuhi standar kualitas pulp menurut SNI 7274 yaitu minimal 40%. Kadar selulosa yang rendah pada sampel a dapat dikarenakan konsentrasi NaOH yang terlalu besar sehingga

selulosa pada daun pisang terdegradasi dalam larutan NaOH. Peningkatan kadar NaOH yang berlebihan berbanding lurus dengan penurunan rendemen yang sebanding dengan penurunan kadar selulosa [13].

Pengaruh Jenis Larutan Pemasak terhadap Kadar Air

Kadar air pada pulp sangat mempengaruhi kualitas pulp. Kadar air yang terlalu tinggi pada pulp dapat mempengaruhi viskositas pulp dan menyebabkan kualitas pulp menurun [15]. [Tabel 1](#) menunjukkan bahwa kadar air pada sampel b lebih besar dibandingkan kadar air pada sampel a. Tingginya kadar air ini juga mempengaruhi rendemen pulp yang didapatkan sehingga sampel b memiliki rendemen yang lebih besar dibandingkan sampel a. Hanya sampel a yang memenuhi standar kualitas pulp menurut SNI 7274 yaitu maksimal 7%.

Pengaruh Jenis Larutan Pemasak terhadap Tekstur dan Bentuk Fisik Pulp

Pulp dengan warna yang cenderung gelap sangat dihindari karena berpengaruh terhadap fungsi pulp. Pulp dengan warna kecoklatan mengindikasikan bahwa masih terdapat banyak lignin pada pulp. Hal ini mengindikasikan bahwa proses delignifikasi untuk menghidrolisis lignin tidak berjalan maksimal. Pulp yang dihasilkan dari kedua larutan pemasak memiliki tekstur dan bentuk fisik yang berbeda dapat terlihat pada [gambar 2](#).



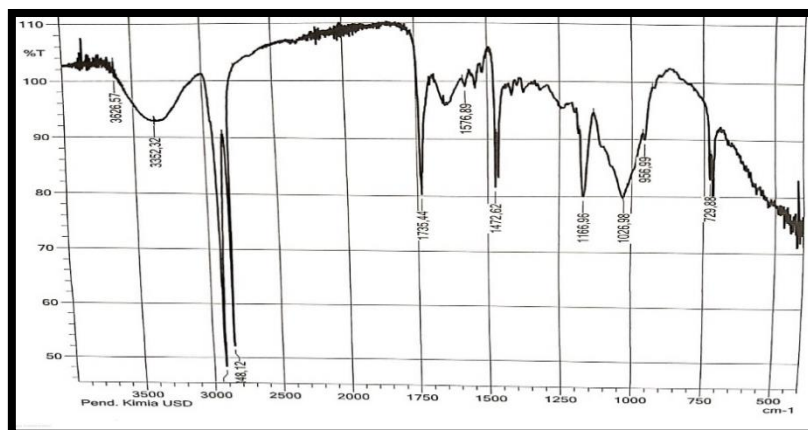
Gambar 2. Tekstur dan Bentuk Fisik Pulp dari sampel a (kiri) dan sampel b(kanan)

Berdasarkan [gambar 2](#), tekstur dari sampel a cenderung halus, berserat, seperti bubur, berwarna kekuningan, memiliki pH netral sebesar 7 sedangkan sampel b teksturnya masih sama seperti potongan daun pisang sebelum dilakukan proses delignifikasi, serat-serat tidak terlihat, berwarna coklat tua, dan memiliki pH netral sebesar 7. Bentuk fisik sampel b yang cenderung tidak hancur dan halus mengindikasikan bahwa larutan pemasak Na_2CO_3 tidak dapat merusak dinding sel daun pisang sehingga ketika proses pencetakan pulp menjadi lembaran kertas akan lebih sulit. Warna pulp sampel b pada [gambar 2\(b\)](#) cenderung berwarna coklat tua sebagai indikator bahwa kandungan lignin pada kertas masih cukup tinggi. Tingginya kadar lignin dapat menyebabkan kertas menjadi kaku, sulit dibentuk karena lignin bersifat menolak air, dan

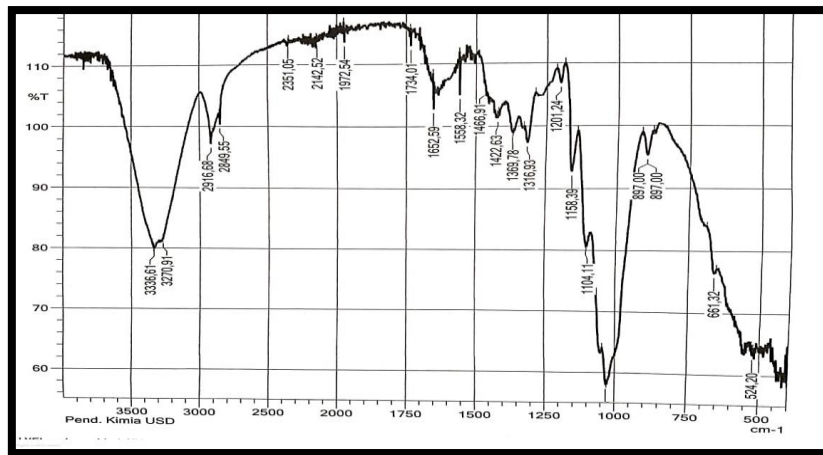
berwarna kuning yang menyebabkan kualitas pulp rendah [15]. Tingginya lignin juga terlihat dari besarnya rendemen sampel b. Semakin tinggi kadar lignin menyebabkan rendemen pulp semakin tinggi karena lignin yang terlarut dalam larutan pemasak semakin rendah yang artinya proses delignifikasi tidak berjalan dengan baik [9].

Analisis dengan FTIR

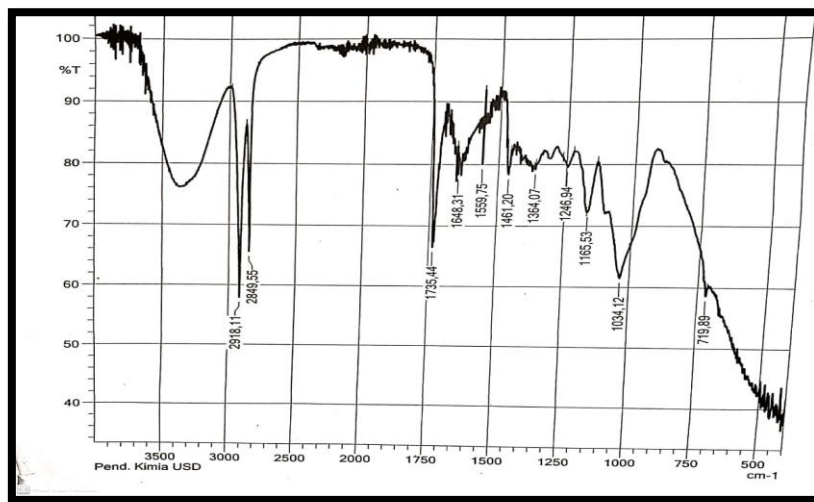
Analisis selulosa secara kualitatif dilakukan dengan FTIR untuk mengetahui perbedaan spektra dari daun pisang sebelum dilakukan proses delignifikasi dan setelah proses delignifikasi terhadap jenis larutan pemasak yang berbeda. Hasil spektra dari ketiga sampel dapat terlihat pada [gambar 3](#), [gambar 4](#), dan [gambar 5](#) berikut ini.



Gambar 3. Hasil Spektra FTIR pada Daun Pisang Sebelum Proses Delignifikasi



Gambar 4. Hasil Spektra Sampel a



Gambar 5. Hasil Spektra Sampel b

Berdasarkan ketiga spektra dapat terlihat bahwa terdapat absorpsi yang kuat pada daerah serapan 3352.32 cm^{-1} , 3336.61 cm^{-1} , 3350 cm^{-1} pada semua sampel baik yang belum diberi perlakuan delignifikasi maupun yang sudah diberi perlakuan. Absorpsi yang kuat dan luas pada daerah 3355 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus O-H peregangan (*stretching*) pada grup hidroksil selulosa [16]. Pada gambar 3, gambar 4, dan gambar 5 terdapat serapan yang kuat pada 2900 cm^{-1} , 2916.68 cm^{-1} , dan 2918.11 cm^{-1} . Hal ini menunjukkan adanya C-H peregangan (*stretching*) pada CH_2 yang terdapat pada grup CH_2OH selulosa [16]. Dari ketiga sampel baik yang diberi perlakuan maupun yang sudah diberi perlakuan, ketiganya masih mengandung lignin yang terbukti adanya serapan pada daerah $1200 - 1300\text{ cm}^{-1}$. Pada gambar 3 menunjukkan adanya serapan pada daerah $3336,61\text{ cm}^{-1}$ yang lebih kuat

dibandingkan gambar 4. Hal ini menunjukkan bahwa perlakuan delignifikasi menggunakan alkali NaOH 3% dapat mereduksi ikatan hidrogen yang diakibatkan oleh hilangnya gugus hidroksil yang bereaksi dengan NaOH. Besarnya intensitas serapan sebanding dengan besarnya konsentrasi -OH [16]. Dari daerah-daerah serapan yang muncul pada spektra, terbukti bahwa ketiga sampel mengandung selulosa dimana gugus -OH atau hidroksil selulosa terbanyak terdapat pada perlakuan delignifikasi menggunakan larutan pemasak NaOH 3%.

Kesimpulan

Pembuatan pulp dari daun pisang kering dapat dilakukan menggunakan reaksi delignifikasi menggunakan larutan pemasak NaOH 3% atau Na_2CO_3 3%. Dari analisis kadar selulosa, kadar air dan instrumen FTIR, pulp

yang dibuat dengan larutan pemasak NaOH 3% lebih baik daripada Na₂CO₃ 3% di mana pulp yang dihasilkan memiliki kadar air yang 4,96%, tekstur yang halus dan berserat, warna yang lebih terang, dan menghasilkan pita serapan hidroksil selulosa yang lebih kuat dibandingkan pulp yang dibuat dari Na₂CO₃ 3%. Namun, pulp yang dibuat dari larutan NaOH 3% memiliki rendemen (56,5%) dan kadar selulosa (26,07%) yang lebih rendah dibandingkan Na₂CO₃ 3%. Daun pisang kering dapat dijadikan sebagai alternatif dalam pembuatan pulp.

Daftar Pustaka

1. Rakyat, P., *RI Produsen Kertas Nomor 6 Terbesar Dunia*, in *Pikiran Rakyat* 2016.
2. Malachowska, E., et al., *Analysis of Cellulose Pulp Characteristics and Processing Parameters for Efficient Paper Production*. Sustainability, 2020. **12**(17): p. 7219.
3. Mohieldin, S.D., *Pretreatment Approaches in Non-wood Plants for Pulp and Paper Production: A Review*. Journal Of Forest Products & Industries, **2014**. **3**(2): p. 84-88.
4. Adi, D.S.; Wahyuni, I.; Risanto, L.; Rulliaty, S.; Hermiati, E.; Dwianto, W; Watanabe, T., *Central Kalimantan's Fast Growing Species: Suitability For Pulp And Paper*. Indonesian Journal of Forestry Research, **2015**. **2**(1): p. 21-29.
5. Reddy, N.; Y. Yang, *Fibers from Banana Pseudo-Stems*. 2015, Berlin: Springer.
6. Das, S.; Rahman, Hasan, M., *Physico-Mechanical Properties of Pineapple Leaf and Banana Fiber Reinforced Hybrid Polypropylene Composites: Effect of Fiber Ratio and Sodium Hydroxide Treatment*. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, **2018**. **438**: p. 012027.
7. Bahri, S., *Pembuatan Pulp dari Batang Pisang*. Jurnal Teknologi Kimia Unimal **2015**. **4**(2): p. 36-50.
8. Saleh, A.; Pakpahan, M.M; Angelina, N, *Pengaruh Konsentrasi Pelarut, Temperatur dan Waktu Pemasakan Pada Pembuatan Pulp dari Sabut Kelapa Muda*. Jurnal Teknik Kimia, 2009. **3**(16): p. 35-44.
9. Andaka, G. ; D. Wijayanto. *Pemanfaatan Limbah Ampas Tebu untuk Memproduksi Pulp dengan Proses Soda*. in *Prosiding Nasional Rekayasa Teknologi Industri dan Informasi XIV*. 2019. Yogyakarta: Sekolah Tinggi Teknologi Nasional (STTNAS).
10. Dewi, T.K.; Wulandari, A.; Rony, *Pengaruh Temperatur, Lama Pemasakan, dan Konsentrasi Etanol pada Pembuatan Pulp Berbahan Baku Jerami Padi dengan Larutan Pemasak NaOH-Etanol*. Jurnal Teknik Kimia **2009**. **3**(16): p. 11-20.
11. Jablonsky, M.; Majova, V.; Skulcova, A.; Haz, A., *Delignification of pulp using deep eutectic solvents*. J Hyg Eng. **2018**. 76-81.
12. Smink, D.; Kersten, S.R.A. ; Schuur, B., *Process development for biomass delignification using deep eutectic solvents. Conceptual design supported by experiments*. Chemical Engineering Research and Design, **2020**. **164**: p. 86-101.
13. Suryani, *Pembuatan Pulp dari Daun Pisang*. Jurnal Photon, **2010**. **1**(1): p. 31-36.
14. Asip, F.; Wibowo, Y.P.; Wahyudi, R.T. *Pengaruh Basa terhadap Penurunan Lignin dan Konsentrasi HCl pada Hidrolisa Sabut Kelapa untuk Memproduksi Bioetanol*. Jurnal Teknik Kimia, **2016**. **22**(1): p. 10-20.
15. Fariati, I.; *Pengaruh Konsentrasi Larutan Pemasak dan Lama Pemasakan pada Proses Delignifikasi Campuran Pelepah Pisang dan Tanda Kosong Kelapa Sawit untuk Pembuatan Pulp*, in *Jurusan Kimia*. **2016**, UIN Alaudin Makassar: Makassar.
16. Aditama, A.G.; Farid, M.; H. Ardhyananta, *Isolasi Selulosa dari Serat Tandan Kosong Kelapa Sawit untuk Nano Filler Komposit Absorpsi Suara: Analisis FTIR*. Jurnal Teknik ITS, **2017**. **6**(2): p. 228-231.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Phytochemical and Antioxidant Test of Binahong (*Anredera cordifolia* (Tenore) Steenis) Leaves Ethanol Extract

Fensia Analda Souhoka*, Imanuel Berly Delvis Kapelle, Elisabeth Sihasale

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Pattimura, Ambon, 97233, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 06 Maret 2021

Disetujui 26 April 2021

Key word:

Antioxidant

Phytochemical

Binahong

Anredera cordifolia

DPPH

Kata kunci:

Antioksidan

Fitokimia

Binahong

Anredera cordifolia

DPPH

*fensia@fmipa.unpatti.ac.id

ABSTRACT

Binahong Anredera cordifolia (Tenore) Steenis leaves contain chemical compounds that can be used as antioxidants. This study aims to examine the phytochemical and antioxidant activity of the ethanol extract of binahong leaves. Binahong leaves were extracted using the maceration method with an ethanol solvent. The phytochemical test showed that the ethanol extract of binahong leaves contained phenolic compounds, flavonoids, alkaloids, and tannins to have potential antioxidants. The antioxidant activity test was carried out using the DPPH method and absorbance measurement with a UV-Vis spectrophotometer at a wavelength of 517 nm. The results showed that the ethanol extract of binahong leaves had strong antioxidant activity, as evidenced by the IC_{50} value of 87.423 $\mu\text{g/mL}$.

Introduction

Binahong is cultivated as herbal medicine, planted in pots, in the yard, or garden. Binahong leaves are often used as a traditional medicine to heal burns, rheumatism, gout, lack of appetite, nosebleeds, inflammation of the kidneys, colitis, and cancer. However, the binahong plant's benefits have not been widely known in Indonesian society [1]. Binahong leaves contain saponins, tannins, flavonoids, alkaloids, and polyphenols with antioxidant properties [2].

Antioxidants have an important role to play in maintaining health. It is due to the ability of antioxidants to scavenge free radicals. Free radicals are highly reactive because they have one or more unpaired electrons. Reactive oxygen compounds are produced continuously in the human body due to normal metabolic processes [3].

Synthetic antioxidants such as butylated hydroxytoluene (BHT) and butylated hydroxyanisole (BHA) have side effects on our health [4]. The side effect has spurred

researchers to explore natural materials as a source of antioxidants. Generally, natural antioxidants are phenolic compounds scattered throughout the plant, both in the roots, stems, leaves, seeds, fruits, and flowers. Natural antioxidants from plants are polyphenols (phenolic acids, flavonoids, anthocyanins, lignans, and stilbene), carotenoids (xanthophyll and carotene), and vitamins (vitamins E and C) [5].

Several natural-based antioxidants have been studied. The methanol extract of banyan fruit has an IC_{50} of 40.36 $\mu\text{g/mL}$ against DPPH [6]. The IC_{50} of the methanol extract of Kesumba Keling seeds was 69.425 ppm [7]. Ethanolic extract of binahong possesses total antioxidants of 4.25 mmol/100 g (fresh) and 3.68 mmol/100 g (dry) [3]. Binahong leaf ethyl acetate extract had an IC_{50} 68.07 $\mu\text{g/mL}$ [8]. EC_{50} of binahong tuber flavonoid extract was 178.60 mg/L, and 70% ethanol extract was 298.10 mg/L [9].

This study aimed to determine the chemical content and antioxidant power of binahong leaf ethanol extract. Binahong leaf

extract was obtained by maceration using ethanol. The antioxidant activity test was carried out in-vitro with the DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazil) method. The DPPH method is often used for testing the antioxidant activity of several natural compounds because this method is relatively easy and simple compared to other methods [10].

Materials and Methods

Materials

The materials used in the study were binahong (*Anredera cordifolia* (Tenore) Steenis) leaves, 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH), 96% of ethanol, FeCl₃, HCl, Mg powder, distilled water, Mayer's reagent, and quercetin. All the chemicals were purchased from Merck with pro analysis grade.

Sample preparation

Binahong leaves were taken, washed, sliced into small pieces, dried in an oven at 105 °C for 5 hours until a constant weight was calculated for the moisture content. The dry sample was mashed and sieved until a powder was obtained.

Procedure

Sample Extraction

The 10 g of binahong leaf powder was put into an Erlenmeyer and added 200 mL of 96% ethanol until the sample was immersed and then macerated for 24 hours. The filtrate is filtered and evaporated using a rotary evaporator. The binahong leaf ethanol extract obtained was weighed and performed a phytochemical test.

Phytochemical test

The phytochemical test is a preliminary test for the ethanol extract of binahong leaves, including phenolic, flavonoid, tannin, and alkaloid tests.

Preparation of test solutions

The ethanol extract of binahong leaves as much as 0.5 g was dissolved in ethanol 96% in a 10 mL volumetric flask.

Phenolic test

The 2 mL sample extract was put into a test

tube added 5 mL of ethanol, and two drops of 2% FeCl₃ were added (positive if it produces a dark blue color) [11].

Flavonoid test

A total of 2 mL of binahong leaf extract was added with 1 mL of 1% HCl into a test tube, then added a little Mg powder (positive if a yellow color is formed in the presence of flavonoids) [12].

Tannin test

Ethanol extract 2 mL was dissolved in 1 mL of distilled water and brought to a boil. Then filtered and the filtrate is added 2 drops of FeCl₃ 1% and shaken (positive if it produces a brown color) [13].

Alkaloid test

2 mL of the sample extract was added with 5 mL of ethanol. Then added with Mayer's reagent drop by drop (positive for pink color) [14].

Preparation of 40 ppm DPPH solution

A total of 0.01 g of DPPH is put into a 250 mL measuring flask, then ethanol is added to the limit mark. The solution is used immediately and is kept at a low temperature and protected from light [8].

Determination of the maximum DPPH wavelength

A total of 5 mL of DPPH solution were observed for their absorption in the wavelength range of 400–600 nm using ethanol blanks.

Determination of DPPH free radical scavenging activity.

A total of 2 mg of ethanol extract of binahong leaf was made into a solution with 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, and 80 ppm. Quercetin comparison solution was made with a concentration of 2.5; 5.0; 10; 15; 20; and 25 ppm. Each test solution of 1 mL was put into a test tube, and 2 mL of 40 ppm DPPH solution were added, then left to stand for 30 minutes at room temperature. The absorbance measurement was carried out at a wavelength of 517 nm using a UV-Vis spectrophotometer [15]. The test was carried out with twice measurements. Furthermore, the IC₅₀ value is calculated based

on the regression equation obtained.

Results and Discussions

Sample Preparation

The moisture content of the binahong leaf samples was 54.805%. The high and low water content will affect the maceration process. The lower the water content, the easier it is to withdraw the sample's active substance because the solvent easily penetrates the sample cell wall without interference from water molecules.

Sample Extraction

Binahong leaf antioxidant test begins with preparing a sample extract with 96% ethanol using the maceration method. The extraction results obtained dark green extract. The extract was filtered, then the filtrate was evaporated using a rotary evaporator to remove the solvent to obtain a thick extract weighing 0.94 g (1.063%). The amount of the active compound content of a sample is related to the yield value. If the yield obtained is large, the active compound content will also increase. The high bioactive compounds in a sample are indicated by the high yield value produced.

Phytochemical Test

Phenolic test

A positive result is indicated in phenol testing by forming a dark blue color when reacted with 1% FeCl_3 . Binahong leaf ethanol extract showed positive results indicated by a change in color from yellow to dark blue. The test results showed that the ethanol extract of binahong leaves contained phenolic compounds. The hydroxyl groups in phenolic compounds can react with FeCl_3 to form dark blue complexes [11].

Flavonoid test

To determine the presence or absence of flavonoid compounds presence in the ethanol extract of binahong leaves, testing was carried out using the Shinoda test, namely by reacting the extract with 1% HCl powder and Mg powder. The formation of yellow color indicates a positive test [13]. The test results showed that the ethanol extract of binahong leaves contained flavonoids.

Tannin test

In the tannin test, the ethanol extract of binahong leaves reacted with 1% FeCl_3 showed positive results, marked by a change in color from green to brown and frothy. The test results showed that the ethanol extract of binahong leaves contained tannin compounds. Tannins will form complex compounds with the Fe^{3+} ion as the central atom. Tannins contain O atoms which have lone pairs that can coordinate with the central atom. The Fe^{3+} ion in the above reaction binds three tannins with two donor atoms, namely the O atoms in the 4' and 5' dihydroxy positions, so that six lone pairs can be coordinated to the central atom. Atoms O at 4' and 5' dihydroxy positions have the lowest energy in forming complex compounds [16].

Alkaloid test

Testing for the presence of alkaloid compounds in a sample was carried out using Mayer's reagent. The ethanol extract of binahong leaves showed positive results, indicated by a color change from white to pink. Mayer's reagent contains potassium iodide and mercuric chloride, producing alkaloid potassium, a white precipitate. The white precipitate is thought to be a complex alkaloid potassium compound. Potassium iodide, which is added excess, will form potassium tetraiodomercurate (II) [17]. The test results showed that the ethanol extract of binahong leaves contained alkaloid compounds.

Determination of the maximum DDPH wavelength

Determination of the maximum wavelength of DDPH is carried out to determine the wavelength required by the DPPH solution to achieve maximum absorption. The determination of wavelength was carried out using 96% ethanol blank. The maximum absorbance obtained was 0.736 in the 517 nm wavelength range. The wavelength corresponds to the maximum wavelength of the DPPH, which is 400–600 nm. Furthermore, the maximum wavelength of DPPH was used in determining the antioxidant activity of binahong leaf ethanol extract.

Determination of DPPH Free Radical Counter Activity

Calibration curve

Before determining the activity of the DPPH free radical scavenger of binahong leaf ethanol extract, a calibration curve was made to test the linearity of the sample. Based on the calculation results, the data presented in Table 1 and Figure 1 are obtained.

Table 1. The activity of DPPH free radical scavenger of quercetin

No	Quercetin concentration (ppm)	Absorbance	% Inhibition
1	2.5	0.451	27.84
2	5	0.342	45.28
3	10	0.256	59.04
4	15	0.122	80.48
5	20	0.025	96.00
6	25	0.020	96.80
DPPH + Ethanol		0.625	

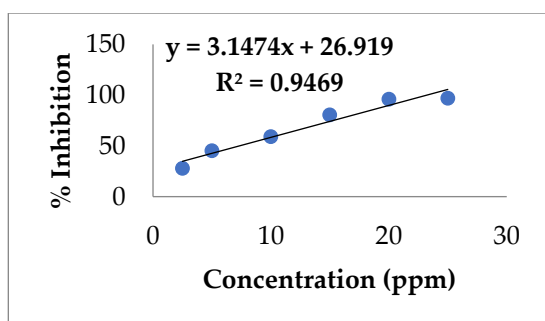


Figure 1. Standard curve of quercetin DPPH free radical scavenging activity

Determination of DPPH free radical scavenging activity was expressed by IC_{50} value using quercetin control. The measurements using UV-Vis spectroscopy at a wavelength of 517 nm obtained each concentration's absorbance value. The absorbance value was used to calculate % inhibition and IC_{50} quercetin. Based on Table 1 and Figure 1, it can be seen that the increase in quercetin concentration means the higher the ability to ward off DPPH free radicals. From the calculation, the IC_{50} quercetin value was 46.88 $\mu\text{g/mL}$.

Results of determining DPPH free radical scavenging activity

The antioxidant activity of binahong leaf ethanol extract was tested using the DPPH method. DPPH radical is an organic compound containing unstable nitrogen with strong absorbance at a wavelength of 517 nm. The presence of antioxidant activity from the sample results in a color change from purple to yellow. This change occurs when DPPH free radicals are captured by antioxidants and release hydrogen atoms to capture stable DPPH-H. Qualitatively, the ethanol extract of binahong leaves contains phenolic compounds, flavonoids, alkaloids, and tannins which can donate electrons to ward off free radicals.

The quantitative antioxidant activity test was carried out by measuring the free radical scavenger of a compound with an antioxidant activity using UV-Vis spectrophotometry. Thus will be known the activity of reducing free radicals is expressed by the value of IC_{50} . The IC_{50} value is defined as the test compound's concentration that can reduce free radicals by 50%. The smaller the IC_{50} value, the higher the free radical scavenging activity. Specifically, a compound is a powerful antioxidant if the IC_{50} value is <50 ppm, 50-100 ppm strong, 100-150 ppm medium, 150-200 ppm weak, and very weak >200 ppm.

Binahong leaf ethanol extract showed an increase in % inhibition per concentration. The percentage of inhibition was obtained from the difference in the absorbance of the control and the sample's absorbance. The activity of the DPPH free radical scavenger of binahong leaf ethanol extract is presented in Table 2.

Table 2. The activity of DPPH free radical scavenger of binahong leaf ethanol extract

No	Sample Concentration (ppm)	Average	
		Absorbance	% Inhibition
1	10	0.615	1.75
2	20	0.606	3.27
3	30	0.588	6.06
4	40	0.574	8.38
5	50	0.562	10.29
6	60	0.530	15.20
7	70	0.487	23.52
8	80	0.371	40.78

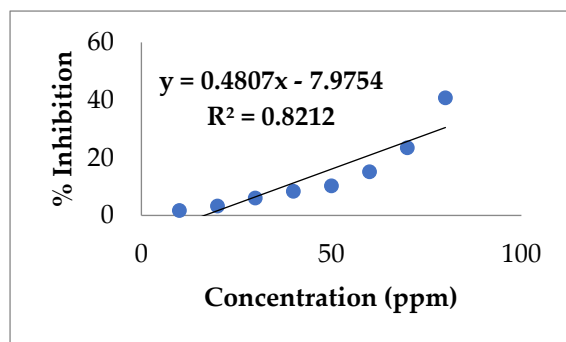


Figure 2. Determination of DPPH free radical scavenging activity of ethanol extract of binahong leaves

Based on Figure 2, the regression equation $Y=0.4807x-7.9754$ and the IC_{50} value is $87.423 \mu\text{g/mL}$, which is classified as a strong antioxidant. Compared with the results of a study regarding the antioxidant activity test of the ether fraction from the hydrolysis of binahong leaf infusion, an IC_{50} was obtained of 249.31 ppm , which means that the antioxidants are fragile [18]. Meanwhile, the antioxidant activity test of binahong leaf ethanol extract with the maceration method obtained an IC_{50} of 40.27 ppm , which is classified as a powerful antioxidant [14].

Conclusions

Based on the research results, it can be concluded that the phytochemical test showed that the ethanol extract of binahong leaves contained phenolic compounds, flavonoids, alkaloids, and tannins. The ethanol extract of binahong leaves has a strong antioxidant activity with an IC_{50} value of $87.423 \mu\text{g/mL}$.

References

1. Manoi, F. dan Balittro, Binahong (*Anredera cordifolia* (Tenore) Steenis) as Medicine. *Industrial Crops Research and Development Newsletter*. **2009**, 15, (1), 3-5.
2. Astuti, S., Sakinah, M., Andayani, R., and Risch, A. Determination of Saponin Compound From *Anredera cordifolia* (Ten) Steenis Plant (Binahong) to Potensial Treatment for Several Diseases. *J. of Agric. Sci.* **2011**, 3, (4), 224-231. DOI: 0.5539/jas.v3n4p224.
3. Selawa, W. Runtuwene, M. R. J., and Citraningtyas, G. Flavonoid Content and Total Antioxidant Capacity of Binahong Leaf Ethanol Extract [*Anredera cordifolia* (Ten.) Steenis.]. **2013**, PHARMACON Jurnal Ilmiah Farmasi, 2, (01), 18-22.
4. Blaszczyk, A., Augustyniak A., and Skolimowski, Review Article, Ethoxyquin: An Antioxidant Used in Animal Feed. *I. J. of Food Sci.* **2013**, Article ID 585931, 1-12. <http://dx.doi.org/10.1155/2013/585931>
5. Baiano A., and del Nobile M.A. Antioxidant Compounds from Vegetable Matrices: Biosynthesis, Occurrence, and Extraction Systems. *Crit. Rev. Food Sci. Nutr.* **2015**, 56, 2053–2068. DOI: 10.1080/10408398.2013.812059.
6. Karundeng, M. and Aloanis, A. A., Free Radical Scavenging Analysis of Ethanol Extract of Banyan Fruit (*Ficus benjamina* Linn.). **2018**. *Fullerene Journ. of Chem*, 3, (2), 37-39. DOI: <https://doi.org/10.37033/fjc.v3i2.36>.
7. Souhoka, F. A., Hattu, N., and Huliselan, M. Antioxidant Activity Test of Methanol Extract of Kesumba Keling (*Bixa orellana* L) Seeds. **2019**, *Indo. J. Chem. Res.*, 7, (1), 25-31. DOI: <https://doi.org/10.30598/ijcr.2019.7-fas>.
8. Djamil, R., Wahyudi, P.S., Wahono, S., and Hanafi, M. Antioxidant Activity of Flavonoid From *Anredera cordifolia* (Ten) Steenis Leaves. **2012**. *I. Res J. of Pharm*, 3, (9), 241-243.
9. Rizkia P., Jannah A., and Hasanah, H., Antioxidant Effectiveness Test of 70% Ethanol Extract, Flavonoid Compound Extract and Isolate in Binahong Tuber (*Anredera cordifolia* (Ten.) Steenis), **2014**, *ALCHEMY*, 3, (2), 154–162.
10. Jiménez, Y. C., García-Moreno, V. M., Igartuburu, J. M., and Barroso, C. C. Simplification of the DPPH Assay for Estimating the Antioxidant Activity of Wine and Wine by-products. **2014**, *Food Chem*, 165, 198-204.
11. Harborne J. B., *Phytochemical Methods: A Guide to Modern Methods of Analyzing Plants*, Translation from Phytochemical Method, Translator; Padmawinata K., Soediro I., ITB, Bandung. **2006**, pp. 127.

12. Nafisah, M., Tukiran, Suyanto, Hidayati, N., Phytochemical Screening and Layer Chromatography Analysis of Patikan Kebo Plant Extracts (*Euphorbia hirta* L). **2017**, *Medicamento*, 3, (2), 61-70.
13. Tiwari, P., Kumar, B., Kaur, M., Kaur, G., and Kaur, H., Phytochemical Screening and Extraction: A Review, **2011**, *I. Pharm. Sci*, 1, (1), 98-106.
14. Parwati, N. K. F., Napitupulu M., dan Diah, A. W. M. Antioxidant Activity Test of Binahong Leaf Extract (*Anredera cordifolia* (Tenore) Steen) with 1,1-Diphenyl-2-Picrylhydrazyl (DPPH) Using a UV-Vis Spectrophotometer. **2014**, *J. Akad. Kim.* 3, (4), 206-213.
15. Mulyani, W., Idiawati, N., dan Gusrizal, 2013, Antioxidant Activity of n-hexane, Ethyl Acetate, and Methanol Extracts of Chili Orange Fruit Peels (*Citrus microcarpa* Bunge). **2013**, *J. Kimia Khatulistiwa*, 2, (2), 90-94.
16. Sa'adah, L., Isolation and Identification of Tannin Compounds from Starfruit Leaves (*Averrhoa bilimbi* L.). **2010**, *Skripsi*, Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, Malang.
17. Marliana, S. D., Suryanti, V., dan Suyono, Phytochemical Screening and Thin Layer Chromatography Analysis of Chemical Compounds in Ethanol Extract of Chayote (*Sechium edule* Jacq. Swartz.) in Ethanol Extract. *Biofarmasi*, **2005**, 3, (1), 26-31.
18. Ardianti, A., Guntarti, A. dan Zainab. Antioxidant Activity Test of Ether Fraction as a Result of Hydrolysis of Binahong *Anredera cordifolia* (Ten) Steenis Leaf Infusion Using the DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazil) Method. **2014**, *Pharmaciana*, 4, (1), 1-8.



Identifikasi Mineral Pasir Tiga Warna Pantai Puntaru Kabupaten Alor-NTT

Martasiana Karbeka, Herianus Manimoy, Bertho A. Abolasing

**Kimia FMIPA, Universitas Tribuana Kalabahi, Kalabahi, 85813, Indonesia*

INFO ARTIKEL

Diterima 31 Maret 2021

Disetujui 29 April 2021

Key word:

Three-colored sand

Silica

Magnetite

Sulfur oxide

XRF

XRD

Kata kunci:

Pasir tiga warna

Silica

Magnetit

Sulphur oksida

XRF

XRD

ABSTRACT

Puntaru beach is famous for its three-colored sand that is mixed into one of the reddish-brown, black and white sand. Research on the mineral composition of the tricolor sand has been conducted so that the use of three-colored sand is still done traditionally. This study aims to obtain information on the silica content and other mineral compositions of the three-colored sand of Puntaru beach as initial data for further development. The three-color sand preparation process is carried out by the method of milling crushing sand samples then sieving and washing with H₂O. Stages of characterization of silica in three-colored sand were carried out using X-ray fluorescence (XRF), X-ray powder diffraction (XRD), and Fourier-transform infrared (FTIR). The analysis showed that the percentage of Si was the most dominant 45.28%, followed by Fe 25.94% and other minor elements. XRD results show that the three-colored sand contains quartz mineral (SiO₂) identified at the main peak with 2θ within the 24.34° area. The black color of the sand is influenced by Fe content of 25.94% with hematite metal oxide (Fe₂O₃) 15.80% and reddish-brown influenced by the presence of sulfur (3.25%) in the form of mineral SO₃ 4.32%.

ABSTRAK

Pantai Puntaru terkenal dengan pasir tiga warna yang bercampur menjadi satu yakni pasir berwarna coklat kemerahan, hitam dan putih. Penelitian tentang komposisi mineral pada pasir tiga belu pernah dilakukan sehingga pemanfaatan pasir tiga warna masih dilakukan secara tradisional. Penelitian ini bertujuan untuk diperoleh informasi kandungan silika dan komposisi mineral lainnya pada pasir tiga warna Pantai Puntaru sebagai data awal dalam pengembangan lebih lanjut. Proses preparasi pasir tiga warna dilakukan dengan metode *milling*/penghancuran sampel pasir kemudian diayak dan dilakukan pencucian dengan H₂O. Tahapan karakterisasi silika pada pasir tiga warna dilakukan dengan menggunakan X-ray fluorescence (XRF), X-ray powder diffraction (XRD) dan Fourier-transform infrared (FTIR). Hasil analisis menunjukkan bahwa persentase Si paling dominan yaitu 45,28% diikuti oleh Fe 25,94% dan unsur-unsur minor lainnya. Hasil XRD menunjukkan bahwa pada pasir tiga warna terkandung silika kristalin (SiO₂) fasa *quartz* yang teridentifikasi pada puncak utama dengan 2θ pada daerah 24,34°. Warna hitam pada pasir dipengaruhi oleh kandungan Fe 25,94% dengan oksida logam hematit (Fe₂O₃) 15,80% dan coklat kemerahan dipengaruhi oleh keberadaan sulfur (3,25%) dalam bentuk mineral SO₃ 4,32%.

**email:martasianakarbeka@gmail.com*

Pendahuluan

Pasir pantai merupakan sumber mineral yang paling banyak ditemukan. Kemurnian

mineral pasir pantai sangat bervariasi dan bergantung pada keadaan lingkungan suatu wilayah. Batuan yang ada di gunung

mengalami proses pelapukan akibat gaya-gaya luar yang bekerja dan yang terutama pengaruh air dan suhu sehingga terurai menjadi bagian-bagian yang kecil (*fragmen*) yang disuplai ke laut oleh aliran sungai. Ketika fragmen itu sampai di laut, selanjutnya akan dipindahkan ke sepanjang pantai yang disebabkan oleh gelombang arus membentuk tumpukan pasir di pantai. Proses tersebut mempengaruhi variasi komposisi mineral pasir pantai di berbagai daerah. Komposisi unsur pada pasir pantai terdapat dalam bentuk oksida logam. Oksida logam dengan persentase komposisi yang tinggi tergolong dalam unsur mayor sedangkan unsur/mineral dengan persentase kecil merupakan mineral-mineral minor [1-3]. Pasir pantai terdiri atas beberapa warna yakni pasir pantai warna putih, pasir pantai warna hitam dan lainnya. Warna pasir yang terlihat dipengaruhi oleh kandungan unsur/mineral dan persentasenya. Unsur yang dominan berkontribusi sebagai pemberi warna pada pasir pantai diperkirakan derajat kemurniannya [4]. Sedangkan mineral minor kurang berkontribusi dalam pemberi warna dan termasuk dalam kategori mineral pengganggu [5-7].

Pasir Pantai Puntaru terdiri atas tiga warna yakni coklat kemerahan, hitam dan putih. Pasir berwarna hitam merupakan pasir besi dengan unsur dominan adalah besi (magnetit, Fe_3O_4). Pasir putih merupakan pasir silika tinggi (SiO_2) dan dapat juga merupakan pasir dengan kalsium tinggi dalam bentuk kalsium karbonat (CaCO_3) [1,4,5,8]. Warna pasir coklat kemerahan dimungkinkan adanya kandungan oksida sulfur pada pasir tersebut (SO_3) dikarenakan lokasi penelitian berada dekat dengan Gunung Sirung yang merupakan gunung berapi aktif. Pasir besi telah dimanfaatkan secara luas sebagai serta bahan dasar untuk industri magnet permanen, adsorben, sebagai bahan dasar tinta kering, dan pigmen warna. Pasir silika telah banyak dimanfaatkan sebagai bahan utama pembuatan gelas dan kaca serta bahan baku pembuatan sel surya. Silika dan kalsium karbonat telah dikembangkan sebagai bahan nanokomposit untuk material keramik dan aplikasi di dunia industri yang berkaitan dengan produk farmasi, katalis dan pengembangan adsorben

yang bersifat magnet [9-12]. Oleh karena itu, penelitian pada pasir tiga warna Pantai Puntaru akan memberikan kajian mineral yang terkandung di dalamnya. Kajian mineral pasir tiga warna dianalisis dengan pengujian *X-ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui elemen yang terkandung, pengujian *X-ray Diffraction* (XRD) untuk mengetahui kandungan fasa secara kualitatif dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) dalam menentukan gugus fungsi.

Bahan dan Metode

Bahan yang digunakan adalah sampel pasir tiga warna dari Pantai Puntaru dan aquades. Peralatan yang digunakan adalah mortar dan ayakan. Peralatan instrument untuk analisis yaitu XRF PANalytical Epsilon 1, XRD Diffraktometer PANalytical-Empyrean, FTIR Shimadzu. Prosedur kerja mengikuti prosedur [1] dengan sedikit modifikasi. Tahap awal yang dilakukan yakni preparasi sampel pasir tiga warna. Sampel pasir tiga warna dicuci dengan aquades hingga bersih dan dikeringkan pada suhu 70-80 °C selama 2 jam. Pasir tiga warna digerus dan diayak kemudian hasil ayakan pasir tiga warna dicuci hingga bersih. Selanjutnya dikeringkan pada suhu 70-80 °C selama 2 jam lalu dilakukan karakterisasi lanjutan. Pada tahap akhir dilakukan karakterisasi sampel pasir tiga warna menggunakan peralatan instrumen seperti XRF untuk mengetahui kandungan unsur penyusunnya, XRD untuk mengetahui jenis fasa yang dominan dan FTIR untuk mengetahui gugus fungsi.

Hasil dan Pembahasan

Analisis X-Ray Fluorescence (XRF)

Kandungan oksida logam pada pasir tiga warna Pantai Puntaru dilakukan dengan instrumen XRF. Hasil analisis yang dihasilkan berupa data kualitatif jenis unsur dan persentase komposisi unsur penyusun pasir tiga warna. Hasil uji pasir tiga warna dengan instrumen XRF menunjukkan bahwa unsur yang dominan adalah Si 45,28% dan Fe 25,94%, dan unsur lainnya sebagai unsur-unsur minor yang berpengaruh terhadap pembentukan warna pada pasir tiga warna. Untuk data lengkap kandungan oksida logam pasir tiga warna dari Pantai Puntaru Kabupaten Alor

dapat dilihat pada [tabel 1](#).

Tabel 1. Hasil XRF pasir tiga warna (oksida)

Unsur	Komposisi i (%)	Senyawa Oksida	Komposisi i (%)
Al	6,61	Al ₂ O ₃	8,20
Si	45,28	SiO ₂	59,20
P	0,94	P ₂ O ₅	1,16
S	3,25	SO ₃	4,32
Cl	1,81	Cl	0,95
K	6,42	K ₂ O	3,94
Ca	8,45	CaO	5,79
Mn	0,27	MnO	0,16
Fe	25,94	Fe ₂ O ₃	15,80
Sr	0,61	SrO	0,28
Ba	0,43	BaO	0,19

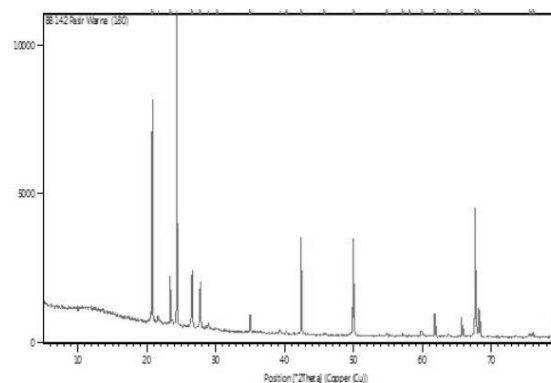
Berdasarkan hasil komposisi unsur dapat dikatakan bahwa warna pasir putih dipengaruhi oleh komposisi mineral silikat yang cukup tinggi yaitu SiO₂ 59,20% dan dipengaruhi oleh mineral Al₂O₃ 8,20%, CaO 5,79% yang memberi pengaruh pada dominasi warna putih pasir tiga warna. Warna hitam pada pasir dipengaruhi oleh kandungan Fe 25,94% dengan oksida logam hematit (Fe₂O₃) 15,80% dan coklat kemerahan dipengaruhi oleh keberadaan sulfur (3,25%) dalam bentuk mineral SO₃ 4,32%. Unsur-unsur lainnya merupakan *light element* seperti Al, P, S, Cl, K, dan Ba. Unsur Mn dan Sr merupakan unsur transisi dengan persentase yang kecil turut berpengaruh pada pigmen warna pasir tiga warna yang juga berpengaruh terhadap pembentukan warna pada pasir tiga warna.

Analisis X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis fasa kristal pada pasir tiga warna Pantai Puntaru dilakukan menggunakan instrumen XRD dengan radiasi CuK α pada panjang gelombang (λ) 1,54060 Å pada rentang sudut 2 θ antara 0° sampai 80°. Hasil uji XRD untuk mengetahui kristalinitas fasa pada pasir tiga warna dapat dilihat pada [gambar 1](#).

Berdasarkan [gambar 1](#), menunjukkan bahwa pasir tiga warna Pantai Puntaru memiliki kandungan *silica quartz* (SiO₂) dengan yang ditunjukkan melalui karakteristik puncak utama dengan 2 θ pada daerah 20,72°; 24,34°; 26,54° dan 42,39° dengan puncak utama pada daerah 24,34° [2, 13]. Pada pasir tiga warna

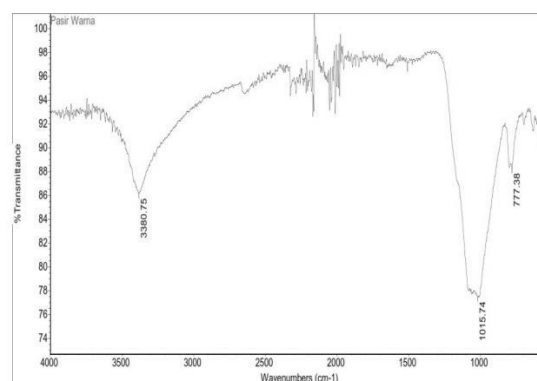
terdapat kandungan K₂O terlihat pada 2 θ daerah 24,40° dengan intensitas 50% dan adanya hematit (Fe₂O₃) dan magnetit (Fe₃O₄) pada 2 θ daerah 35° dengan intensitas 6,72% serta Al₂O₃ pada 2 θ daerah 42,50° dengan intensitas 15,62% [3, 6, 14,15].



Gambar 1. Difraktogram pasir tiga warna Pantai Puntaru

Analisis Fourier-transform infrared spectroscopy (FTIR)

Penentuan gugus fungsi suatu senyawa dapat diketahui *peak* yang muncul pada daerah panjang gelombang tertentu berdasarkan pola serapan vibrasi senyawa tersebut. Untuk mengetahui gugus fungsi pada pasir tiga warna maka dilakukan pengujian FTIR dan hasil uji dapat dilihat pada [gambar 2](#).



Gambar 2. Spektra FTIR pasir tiga warna Pantai Puntaru

Hasil analisis spektra FTIR pada [gambar 2](#) menunjukkan bahwa daerah pada bilangan gelombang 3380 cm⁻¹ merupakan vibrasi gugus O-H dari Si-OH yang tumpang tindih dengan vibrasi gugus O-H dari Fe-OH mengindikasikan bahwa pada pasir tiga warna terdapat silika oksida dan besi oksida [3].

Adanya silika pada pasir tiga warna juga ditunjukkan dengan munculnya serapan pada bilangan gelombang 1015 cm^{-1} yang merupakan serapan karakteristik untuk vibrasi Si-O (ulur asimetri) [15]. Serapan pada bilangan gelombang 777 cm^{-1} merupakan vibrasi *symmetric stretch* ikatan Si-O-Si di dalam SiO_2 .

Ucapan terimakasih

Ucapan terima kasih kepada LPPM Universitas Tribuana Kalabahi atas bantuan dana Penelitian Internal Tahun Anggaran 2020 sehingga penelitian dapat berjalan dengan baik.

Kesimpulan

Karakteristik pasir tiga warna Pantai Puntaru berdasarkan hasil analisis XRF menunjukkan bahwa unsur dengan komposisi dominan adalah Si dengan kadar 45,28% dan hasil uji XRD membuktikan bahwa terdapat silika kristalin (SiO_2) fasa *quartz*. Berdasarkan analisis FTIR membuktikan bahwa terdapat kandungan mineral oksida dari silika dan besi pada pasir tiga warna dengan adanya gugus fungsi OH yang teridentifikasi sebagai Si-OH/Fe-OH dan gugus fungsi Si-O. Warna hitam pada pasir dipengaruhi oleh kandungan Fe 25,94% dengan oksida logam hematit (Fe_2O_3) 15,80% dan coklat kemerahan dipengaruhi oleh keberadaan sulfur (3,25%) dalam bentuk mineral SO_3 4,32%.

Daftar Pustaka

1. A.L. Rettob.; M. Karbeka. Pengaruh Konsentrasi Larutan HF pada Proses Preparasi terhadap Kadar Unsur Bahan Magnetik Pasir Besi. *Walisono J. Chem.* **2019**, 2, 6–9.
2. R. Prasdiantika.; A. Rohman.; N. C. Agustin. Pencucian Material Magnetik Pasir Besi Pantai. *Semin. Nas. Edusaintek FMIPA UNIMUS.* **2019**, 201–212.
3. Z. Jalil.; E.N. Sari.; I.A.B.; dan E. Handoko. Phase Composition and Magnetic Behaviour of Iron Sand from Syiah Kuala Beach Prepared by Mechanical Alloying. *Indones. J. Appl. Phys.* **2016**, 4, 110–114, doi: 10.13057/ijap.v4i01.1180.
4. M. Karbeka. Karakterisasi Sifat Kemagnetan Pasir Besi Pantai Puntaru Kabupaten Alor-NTT. *lantania J.* **2020**, 8.
5. M. Karbeka.; Nuryono.; Suyanta. Synthesis of Silica Coated on Iron Sand Magnetic Materials Modified with 2-Mercaptobenzimidazole through Sol-gel. *Moroccan J. Chem.* **2020**, 8, 44–52, 2020, doi: 10.48317/IMIST.PRSM/morjchem-v8i1.19124.
6. Trianasari.; P. Manurung.; P. Karo-karo. Analisis dan Karakterisasi Kandungan Silika (SiO_2) sebagai Hasil Ekstraksi Batu Apung (Pumice). *J. Teor. dan Apl. Fis.* **2017**, 05, 9–14.
7. S. Susilawati.; D. Aris.; T. Muhammad.; W. Wahyudi.; E.R.Gunawan.; K.Kosim.; A. Fitriani.; dan H. Khair. Identifikasi Kandungan Fe Pada Pasir Besi Alam Di Kota Mataram. *J. Pendidik. Fis. dan Teknol.* **2018**, 4, 105–110, doi: 10.29303/jpft.v4i1.571.
8. Alimin.; Maryono.; S. E. Putri. Analisis Kandungan Mineral Pasir Pantai Losari Kota Makassar Menggunakan XRF dan XRD," *J. Chem.* **2013**, 17, 19–23.
9. N.A. Metungku.; D. Darwis.; dan E. Sesa. Pemurniaan dan Karakterisasi Senyawa SiO_2 berbasis Pasir Kuarsa dari Desa Pendolo Kecamatan Pamona Selatan Kabupaten Poso. *Gravitasi.* **2017**, 16, 39–43.
10. E. Haryati.; K. Dahlan. Potential of Iron Sand from Betaf Beach, Sarimi Regency and River Sand from Doyo, Jayapura Regency, Papua as Basic Materials of Mortar as Nuclear Radiation Shielding. *J. Phys. Conf. Ser.* **2018**, 997, 1–5, doi: 10.1088/1742-6596/997/1/012043.
11. M. Karbeka.; Nuryono.; dan Suyanta. Coating of Mercapto Modified Silica on Iron Sand Magnetic Material for Au(III) Adsorption In Aqueous Solution. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* **2020**, 823, 0–8, doi: 10.1088/1757-899X/823/1/012031.
12. F. A. Khamudilah.; D. Suhendar.; A. Supriadin. Sintesis dan Karakterisasi Pigmen Merah Besi (III) Oksida. *al-Kimiya.* **2017**, 4, 45–50.
13. Bilalodin.; Sunardi.; M. Effendy. Analisis Kandungan Senyawa Kimia dan Uji Sifat Magnetik Pasir Besi Pantai Ambal. *J. Fis. Indones.* **2013**. XVII, 29–31.
14. V. A. Tiwow.; M. Arsyad.; P. Palloan.; M.J. Rampe. Analysis of Mineral Content of Iron Sand Deposit in Bontokanang Village

- and Tanjung Bayang Beach, South Sulawesi, Indonesia. *J. Phys. Conf. Ser.* **2018**, 997, 1–7, doi: 10.1088/1742-6596/997/1/012010.
15. N. M. Rosiati.; D. Miswanda.; M. Muflikhah. Pelapisan Bahan Magnetik Pasir Besi Bugel Dengan Sitrat. *Walisono J. Chem.* **2019**, 2, 1–5, doi: 10.21580/wjc.v3i1.3577.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem.
This article is an open access article distributed under the
terms and conditions of the Creative Commons Attribution
(CC BY) license
(<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Kajian Regiokimia Markovnikov Melalui Mekanisme Reaksi Hidrasi Alkuna Terminal Pada 17 α -Ethinilestradiol Dengan Katalis FeCl₃.

Hotma R. Simbolon*, Rymond J. Rumampuk, Anderson Arnold Aloanis

^a Kimia FMIPA, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95618, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 12 April 2021

Disetujui 29 April 2021

Key word:

Hydratin Reaction

Markovnikov Regiochemistry

Terminal Alkynes

17 α -ethinilestradiol

Catalyst FeCl₃

Kata kunci:

Reaksi Hidrasi

Regiokimia Markovnikov

Alkuna Terminal

17 α -ethinylestradiol

Katalis FeCl₃

ABSTRACT

The terminal alkynes hydration reaction on 17 α -ethynylestradiol with FeCl₃ catalyst mediated by dichloromethane aims to determine the reaction products produced and to conduct a Markovnikov regiochemistry study through the proposed reaction mechanism. The reaction conditions were carried out at a temperature of 50 °C (48 hours) and 60 °C (19 hours), the separation of the reaction properties was carried out using Gravity Column Chromatography, and the reaction products were identification using by Proton Nuclear Magnetic Resonance (¹H-NMR). In the reaction mechanism, the FeCl₃ catalyst forming a coordination complex with the terminal alkyne, which is then addition by nucleophilic water following Markovnikov's regiochemistry to finally produce the product of a methyl ketone, 17 α -acetylestadiol. The catalyst used is a cationic ligand coordinate, where Fe³⁺ is a Lewis acid and Cl₃ acts as a ligand. The dichloromethane solvent used can also increase the reaction rate.

ABSTRAK

Dilakukan reaksi hidrasi alkuna terminal pada 17 α -etinilestradiol dengan katalis FeCl₃ dengan media diklorometana yang bertujuan untuk menentukan produk reaksi yang dihasilkan serta melakukan kajian regiokimia Markovnikov melalui mekanisme reaksi yang diusulkan. Kondisi reaksi dilakukan pada suhu 50 °C (48 jam) dan 60 °C (19 jam), pemisahan campuran reaksi dengan Kromatografi Kolom Gravitasi, dan produk reaksi diidentifikasi menggunakan Resonansi Magnetik Inti Proton (¹H-NMR). Pada mekanisme reaksinya, katalis FeCl₃ membentuk kompleks koordinasi dengan alkuna terminal, yang kemudian diadisi oleh nukleofilik air mengikuti regiokimia Markovnikov hingga akhirnya menghasilkan produk reaksi berupa suatu metil keton yaitu 17 α -asetilestradiol. Katalis yang digunakan berbentuk kationik yang berkoordinasi dengan ligan, dimana Fe³⁺ merupakan asam Lewis dan Cl₃ bertindak sebagai ligan. Pelarut diklorometana yang digunakan juga dapat menambah laju reaksinya.

e-mail: hotmaars@gmail.com

Pendahuluan

Hidrasi merupakan suatu metode yang sangat berguna dalam fungsionalisasi alkuna yang tidak aktif dan telah ditemukan sejumlah sintesis yang digunakan dapat membentuk suatu metil keton (adisi Markovnikov), dan membentuk suatu aldehid (adisi anti-Markovnikov) [1].

Penambahan air ke alkuna untuk membentuk suatu karbonil pertama kali dilaporkan oleh Berthelot pada tahun 1862 yang

dimediasi oleh garam merkuri Hg²⁺ [2]; namun penggunaan garam merkuri dapat menjadi penghalang baik dalam aplikasi dilingkup akademik maupun kerja industri, karena bersifat toksik tinggi sehingga dikembangkan reaksi hidrasi rantai alkuna dengan bantuan katalis logam transisi seperti kobalt (Co) [3], emas (Au) [4], rodium (Rh) [5], dan platina (Pt) [6], walaupun masih ditemukan kelemahan sebagai logam berat yang langka dan memiliki toksisitas, serta harganya yang cukup mahal.

Oleh karena itu penggunaan katalis besi klorida (FeCl_3) yang merupakan salah satu logam transisi yang murah, efisien, stabil serta ramah lingkungan dikembangkan dalam reaksi hidrasi. Penggunaan katalis besi (III) klorida efisien merubah gugus alkuna menjadi metil keton yang melibatkan jumlah stoikiometrinya [7], dapat merubah alkuna terminal menjadi keton dengan regioselektif yang baik, dan proses mekanisme reaksi mengikuti regiokimia Markovnikov [8]. Pengembangan metode reaksi hidrasi menggunakan katalis besi (III) belum melaporkan metode hidrasi pada alkuna terminal alisiklik yang terikat pada karbon sp^3 dengan alkohol sekunder yang terdapat pada substrat standar 17α -etinilestradiol (EE2). Pada penelitian sebelumnya, telah dilakukan reaksi hidrasi alkuna terminal pada 17α -etinilestradiol yang dimediasi oleh FeCl_3 , pembentukan produknya mengikuti regiokimia Markovnikov [9], akan tetapi penelitian tersebut tidak melakukan reaksi hidrasi sampai standar dan pereaksi benar-benar habis bereaksi dan belum melakukan pengkajian regiokimia Markovnikov melalui mekanisme reaksinya. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan struktur produk reaksi pada kondisi optimum reaksi hidrasi terhadap gugus alkuna terminal pada 17α -etinilestradiol dengan katalis FeCl_3 dan melakukan kajian regiokimia Markovnikov melalui mekanisme reaksinya.

Bahan dan Metode

Metode yang digunakan mengacu pada metode sebelumnya [8] yang mana stoikiometrinya mengikuti pada penelitian tersebut, akan tetapi dilakukan perubahan pada jumlah 17α -etinilestradiol (EE2), suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$ dan $60\text{ }^\circ\text{C}$ selama 67 jam, dan melakukan reaksi hidrasi sampai standar dan pereaksi habis bereaksi.

Bahan yang dibutuhkan adalah besi (III) klorida anhidrat *for synthesis*, 17α -etinilestradiol kemurnian $\geq 98\%$ (Sigma Aldrich), diklorometana p.a, metanol, n-heksana p.a, etil asetat, kloroform p.a, akuades, pelat KLT F254, silika gel 60 (0,063-0,200 mm *for column chromatography*), 10% asam sulfat dalam metanol sebagai penampak noda, dan aluminium foil.

Alat yang digunakan adalah neraca digital, seperangkat alat refluks, termometer, pipet mikro eppendorf ($1\text{--}100\text{ }\mu\text{L}$), pinset, pipa kapiler, *cutter*, *chamber*, oven, *hot plate*, lemari asam, botol vial, kromatografi kolom gravitasi ($1,5 \times 30\text{ cm}$), dan spektrometer Resonansi Magnetik Inti (RMI).

Reaksi Hidrasi

Sejumlah $16,2\text{ mg}$ ($0,1\text{ mmol}$) FeCl_3 anhidrat direaksikan dengan $0,054\text{ mL}$ akuades, dan sebanyak 2 mL (3 mmol) $1,2$ -diklorometana dengan cara dipanaskan. Kemudian ditambahkan ke dalamnya 17α -etinilestradiol sebanyak 50 mg ($0,168\text{ mmol}$). Campuran dipanaskan dengan penangas air pada suhu $50\text{ }^\circ\text{C}$ (48 jam) dan $60\text{ }^\circ\text{C}$ (19 jam), dan proses reaksi dikontrol menggunakan metode KLT dengan eluen kloroform dan metanol. Setelah reaksi dilakukan, campuran reaksi didinginkan pada suhu kamar dan dibiarkan pelarutnya menguap di lemari asam. Campuran reaksi ditunjukkan dalam [tabel 1](#).

Pemisahan Campuran Hasil Reaksi Hidrasi

Campuran reaksi dipisahkan dengan cara kromatografi kolom gravitasi (KKG) menggunakan fasa gerak n-heksana : etil asetat ($8:2$) bobot v/v. Hasil pemisahan (eluat) kemudian ditampung ke dalam botol vial dengan volume 2 mL/vial . Eluat yang diperoleh selanjutnya dianalisis dengan uji KLT dan dikelompokkan berdasarkan penampakan noda kemudian diuapkan di lemari asam untuk mendapatkan beberapa fraksi. Tahapan kromatografi kembali (rekromatografi) dilakukan untuk mendapatkan senyawa murni.

Penentuan Struktur Hasil Hidrasi 17α -etinilestradiol

Senyawa murni yang diperoleh kemudian diidentifikasi menggunakan spektrometer Resonansi Magnetik Inti proton (^1H -RMI) untuk mengetahui struktur senyawa yang dihasilkan.

Hasil dan Pembahasan

Reaksi Hidrasi

Reaksi diawali dengan pencampuran katalis besi (III) klorida dengan pereaksinya yaitu air (akuades) di dalam labu leher dua, kemudian ditambahkan pelarut diklorometana.

Campuran dipanaskan di penangas air selama 10 menit kemudian ditambahkan ke dalamnya 17α -etinilestradiol.

Tabel 1. Komposisi Campuran Reaksi.

Bahan	Jumlah Berat	Jumlah Mol
FeCl ₃	16,2 mg	0,1 mmol
H ₂ O	0,054 mL	3 mmol
EE2	50 mg	0,168 mmol

Campuran reaksi dipanaskan di atas penangas air pada suhu 50 °C (48 jam) dan 60 °C (19 jam). Pemanasan pada reaksi dilakukan bertujuan untuk mempercepat laju reaksi, yang disebabkan oleh adanya peningkatan temperatur akan mempertinggi gerakan antar molekul dan memperluas permukaan pereaksi sehingga semakin banyak molekul-molekul yang bergerak semakin mudah molekul untuk berinteraksi satu dengan yang lain.

Produk reaksi yang terbentuk dianalisis dengan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) F₂₅₄ dengan menggunakan 3 komposisi eluen kloroform, metanol dan kloroform : metanol (9:1). Reaksi di kontrol dengan KLT pertama kali setelah 1 jam pemanasan, kemudian pada 11 jam, 21 jam, 48 jam. Reaksi dihentikan karena diamati telah terbentuk produk baru, dan diamati bahwa reaksinya telah habis bereaksi. Reaksi ini habis bereaksi karena adanya reaktan yang bersifat sebagai pereaksi pembatas. Pereaksi pembatas adalah reaktan yang sepenuhnya digunakan dalam suatu reaksi, dan dengan demikian menentukan kapan reaksi berhenti. Berdasarkan kromatogram lapis tipis standar dan pereaksi dapat dikatakan bahwa katalis FeCl₃ bertindak sebagai pereaksi pembatas karena diamati bahwa sudah tidak ada lagi noda katalis yang terlihat di KLT.

Pemisahan Campuran Hasil Reaksi Hidrasi

Pemisahan campuran hasil reaksi dilakukan dengan teknik Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG) menggunakan kolom fasa normal, fasa diam bersifat polar yaitu silika gel 60 (70-230 mesh ASTM), sedangkan fase geraknya bersifat non polar yaitu n-heksana : etilasetat 8:2. Fase gerak yang digunakan didasarkan pada beberapa analisis KLT yang dilaporkan untuk penentuan komposisi eluen dalam analisis 17α -etinilestradiol yaitu

sikloheksanol : etilasetat : kloroform 1:1:1 [10] dan heksana : kloroform : metanol 1:3:0,25 [11].

Preparasi kolom dikemas secara basah, yaitu membuat bubur adsorben dengan cara merendam silika gel sebanyak 15 gram minimal selama 24 jam dengan fase gerak (eluen). Merendam silika gel dilakukan untuk menjenuhkan fasa diam sehingga pemisahan dapat berlangsung dengan baik karena butiran silika gel tersebut akan tertata dengan baik di dalam kolom tanpa ada celah/gelembung udara. Kemudian silika gel dimasukkan ke dalam kolom lalu sampel ditempatkan di atas silika gel dan mulai dielusi.

Sampel akan terelusi berdasarkan interaksinya dengan silika gel sebagai fasa diam, hasil elusi (eluat) ditampung ke dalam botol vial sebanyak 84 buah dan isi tiap vial sebanyak 2 mL/vial. Eluat yang ditampung kemudian dianalisis KLT menggunakan eluen yang sama dalam KKG, plat kemudian disemprotkan dengan penampak bercak asam sulfat (H₂SO₄ 10% dalam metanol). Berdasarkan noda pada pelat KLT, eluat yang sama digabungkan menjadi 5 kelompok fraksi (A1-A5). Hasil KLT dari kelima fraksi, belum menunjukkan adanya pemisahan yang baik sehingga dilakukan pemisahan kembali. Fraksi A2 dan A3 memiliki penampakan noda yang sama, fraksi A4 dan A5 juga memiliki penampakan noda yang sama sehingga digabungkan, dengan demikian jumlah fraksi yang diperoleh adalah 3 fraksi (A1'; A2'; dan A3'). Fraksi A2' sebanyak 10 mg dipilih untuk dilakukan pemisahan kembali (rekromatografi) dengan tahapan yang sama pada kromatografi yang sebelumnya menghasilkan 71 eluat yang ditampung dalam botol vial (2 mL/vial). Eluat yang ditampung dianalisis menggunakan KLT dan dikelompokkan berdasarkan penampakan noda yang sama menjadi 4 fraksi (A2'.1; A2'.2; A2'.3; A2'.4) Fraksi pemisahan kembali kemudian dianalisis KLT dan dibandingkan dengan standar. Berdasarkan noda yang tampak pada pelat KLT, fraksi A2'.2 dapat dikatakan relatif murni karena hanya terdapat satu spot noda.

Penentuan Struktur Hasil Hidrasi

Dilakukan analisis lanjutan pada Fraksi A2'.2 menggunakan Resonansi Magnetik Inti

Proton (^1H -RMI) untuk menentukan strukturnya. Tabulasi pergeseran kimia ditunjukkan pada [tabel 2](#).

Data pada [tabel 2](#). menunjukkan adanya sinyal proton yang khas pada inti steroid, dengan adanya sinyal proton metil angular pada δ H 0,868 s [12]. Pergeseran kimiawi dalam steroid, proton aksial (dalam pelarut Kloroform-D) ditemukan pada kisaran δ H 0,7 – 1,5, sedangkan proton ekuator pada kisaran δ H 1,4 – 2,1 [13].

Tabel 2. Tabulasi data spektroskopi ^1H -RMI Fraksi A2'.2 dengan standar EE2 dan Jurnal pembanding [14].

Posisi proton	Pembanding	Standar	Fraksi A2'.2
1	7,05	7,088	7,687
2	6,50	6,569	7,518
4	6,43	7,945	7,704
6 α	2,7 ^a	2,722	1,410
6 β	2,7 ^b	2,718	1,425
7 α	1,25	1,280	1,292
7 β	1,76	1,718	1,684
8	1,30	1,375	1,425
9	2,04	2,025	0,922
11 α	2,28	2,299	1,304
11 β	1,30	1,389	1,323
12 α	1,76	1,712	1,684
12 β	1,65	1,692	1,304
14	1,31	1,399	1,671
15 α	1,65	1,692	1,647
15 β	1,31	1,399	1,671
16 α	2,10	2,182	1,439
16 β	1,86	1,858	1,397
18	0,75	0,857 s	0,868 s
20	3,31	3,297 d	1,241 s
OH	5,29	4.334 s	4,205 m

Interpretasi data tabulasi pergeseran kimia fraksi A2'.2 pada [tabel 2](#) adalah sebagai berikut: Sinyal proton metil yang terikat pada C-18 berada pada δ H 0,868 ppm. Pergeseran kimia δ H 4.205 ppm memperlihatkan adanya gugus -OH yang terikat pada C-3 dan C-17. Sinyal

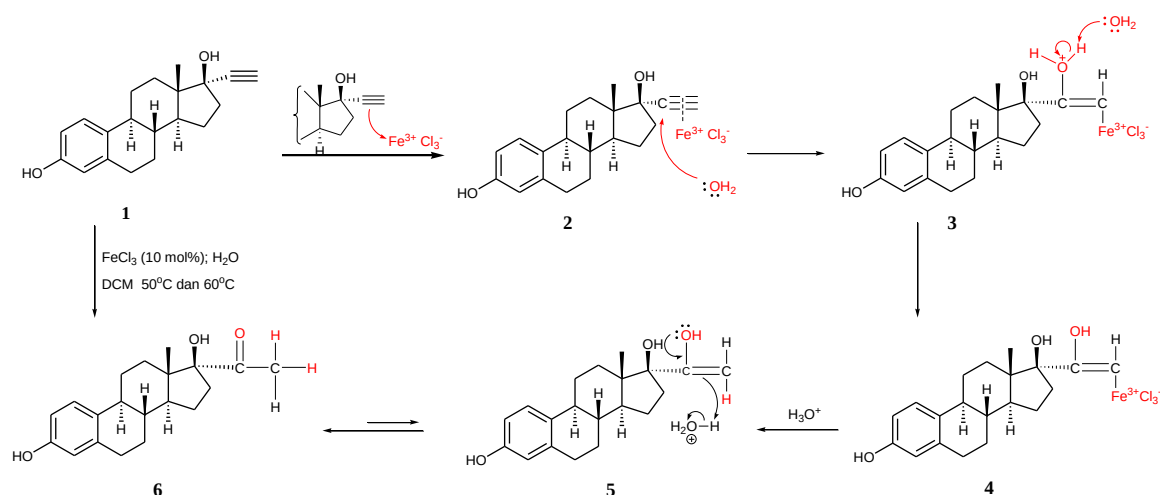
proton aromatik untuk cincin A muncul pada δ H 7,687; 7,518; 7,704. Sinyal proton metil pada δ H 1,241 s yang diduga terikat pada C-20.

Sinyal proton yang terikat pada C-20 pada standar mengindikasikan gugus alkuna terminal berada pada δ H 3,297 d ($J = 5$ Hz). Pada spektrum fraksi A2'.2 tidak lagi menunjukkan adanya gugus alkuna terminal, namun muncul sinyal berupa gugus metil pada δ H 1,241 s. Gugus metil produk reaksi ini diduga merupakan gugus metil keton [15]. Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil reaksi hidrasi yang diperoleh adalah 17 α -asetilestradiol (6).

Kajian Regiokimia Markovnikov Melalui Mekanisme Reaksi Hidrasi

Percobaan menunjukkan bahwa hidrasi alkuna terminal pada EE2 dalam diklorometana dengan katalis besi (III) terjadi secara efisien karena adanya promotor katalis asam besi (III) klorida. Pada mekanismenya ([gambar 1](#)), reaksi diawali dengan aktivasi ikatan rangkap tiga pada **1** dengan katalis FeCl_3 membentuk kompleks koordinasi **2**.

Logam transisi memiliki peran penting dalam sintesis kimia, banyak logam transisi harus dalam bentuk kationik untuk aktif secara katalik; dalam hal ini besi (Fe^{3+}). Katalis logam transisi bentuk kationik yang telah diamati yaitu emas (Au). Spesies emas kationik telah dianggap sebagai katalis paling kuat untuk aktivasi elektrofilik alkuna terhadap berbagai nukleofil. Serangan nukleofilik pada alkuna $[\text{AuL}]^+$ diaktifkan berlanjut melalui kompleks π untuk memberikan perantara kompleks emas trans-alkenil yang mampu bereaksi dengan elektrofili (E^+), biasanya proton, untuk menghasilkan produk akhir melalui protodeauratasi [4]. Pembentukan kompleks antara pusat emas kationik dan alkuna bersaing dengan pusat interaksi emas dengan penyeimbangannya, emas direduksi relatif mudah ke keadaan nol, dan ligan L yang dibebaskan berkoordinasi dengan kompleks emas kationik yang tersisa membentuk spesies L_2Au^+ yang tidak aktif secara katalitik dan akhirnya menghasilkan deaktivasi katalis lengkap [16].



Gambar 1. Usulan Mekanisme Reaksi Hidrasi Alkuna Terminal pada 17α-etinilestradiol (1) dengan katalis FeCl₃, menghasilkan 17α-asetilestradiol (6).

Bedasarkan kajian logam transisi emas (Au) sebagai katalis, serangan nukleofilik alkuna terminal dengan katalis besi (III), katalis harus berada dalam kondisi kationik dan berkoordinasi dengan ligan. Katalis FeCl₃ merupakan kationik yang berkoordinasi dengan dengan ligan, di mana Fe³⁺ merupakan asam Lewis [17], sedangkan Cl₃ bertindak sebagai ligan.

Setelah terbentuk kompleks koordinasi 2, nukleofilik pada air menyerang ikatan rangkap tiga alkuna. Penambahan air ke dalam ikatan rangkap mengikuti aturan Markovnikov, di mana gugus -OH ditambahkan pada atom karbon yang lebih tersubstitusi [18] menghasilkan enol terprotonasi yang mengandung besi 3 (zat antara Markovnikov), diikuti dengan pelepasan ion H⁺ oleh air membentuk senyawa organobesi 4. Nukleofilik air dapat menyerang alkuna teraktivasi dari sisi besi atau dari arah yang berlawanan. Kondisi reaksi yang bersifat asam mempengaruhi penggantian besi (III) dengan hidrogen menghasilkan enol netral 5 yang kemudian mengalami tautomerisasi keto-enol menghasilkan metil keton 6. Tautomerisasi keto-enol mengacu pada kesetimbangan kimiawi antara bentuk keto (keton atau aldehida) dan enol (alkohol) [19].

Ada beberapa kecenderungan umum yang dapat memberi pengaruh dalam penelitian yang telah dilakukan. Adanya pengaruh kondisi reaksi dari pelarut yang digunakan. Pelarut memiliki peran utama dalam reaksi

hidrasi yang telah dilakukan dan terlibat dalam mekanisme reaksinya. Pelarut dapat mempengaruhi kelarutan, stabilitas, dan laju reaksi. Pengamatan eksperimental dan teoritis dalam metoksilasi alkuna menunjukkan bahwa anion lawan (pelarut) dapat mendorong serangan nukleofilik dan pengalihan proton. Jadi, anion bertindak sebagai tempat selama serangan nukleofilik melalui pembentukan ikatan hidrogen dan dapat membantu perpindahan proton selama langkah penggantian katalis dengan proton. Polaritas pelarut sangat penting dalam menentukan aktivitas katalitik [20].

Pelarut diklorometana yang digunakan dalam penelitian ini merupakan pelarut aprotik polar. Pelarut aprotik polar adalah pelarut yang kekurangan hidrogen asam, bukan donor ikatan hidrogen, memiliki tetapan dielektrik dan polaritas yang sedang. Pelarut aprotik, non-nukleofilik yang masih memiliki beberapa derajat kebasaan Brønsted juga dapat mendorong reaksi dengan memfasilitasi langkah transfer proton, dan tidak bersaing dengan alkuna untuk berkoordinasi dengan besi (III) klorida. Aktivitas katalis (dalam TOF) tampaknya berkorelasi terbalik dengan polaritas pelarut (konstanta dielektrik). Pelarut diklorometana memiliki nilai TOF 220 dan ε_r^e (konstanta dielektrik) 8,39 mampu mengubah substrat menjadi produk yang diinginkan sebanyak 96% [20]. Nilai konstanta laju untuk beberapa senyawa sangat berkorelasi dengan konstanta dielektrik pelarut air [21]. Ketika

konstanta dielektrik air ditingkatkan dengan jumlah yang proporsional dengan peningkatan tekanan dalam studi dehidrasi 1-propanol dalam air superkritik dapat menurunkan konstanta laju katalis asam [22].

Gambaran kualitatif dari efek pelarut dielektrik adalah ketika pelarut cenderung menstabilkan kompleks keadaan transisi suatu reaksi (relatif terhadap reaktan), maka laju reaksi akan meningkat. Untuk reaksi di mana medan listrik yang terkait dengan keadaan transisi lebih kuat, misalnya karena muatan bersih yang lebih tinggi atau momen dipol yang lebih kuat, pelarut dengan respons dielektrik yang kuat atau polaritas yang tinggi akan cenderung menurunkan energi keadaan transisi relatif terhadap reaktan dan menghasilkan reaksi yang lebih cepat [23]. Sebaliknya, untuk reaksi di mana reaktan memiliki medan listrik yang lebih kuat daripada keadaan transisi, pelarut dengan konstanta dielektrik tinggi akan menurunkan energi total reaktan lebih dari pada keadaan transisi, menghasilkan energi aktivasi yang lebih tinggi dan reaksi yang lebih lambat.

Adanya gugus pengarah oksigen pada karbon-17 dalam **1** yang terikat pada karbon sp^3 yang mengikat alkuna terminal memiliki peran penting dalam reaksi hidrasi ini. Alkuna sederhana yang terhubung dengan oksigen adalah propargil alkohol. Hidrasi propargil alkohol sering disertai dengan dua penataan ulang yang dimediasi asam, yaitu penataan ulang Meyer-Schuster dan Ruppe yang memperhatikan perubahan pola substitusi oksigen, tidak pada kerangka karbon [24], akan tetapi, perluasan cincin steroid etinilasi menyiratkan bahwa penataan ulang dapat mengganggu substrat tersier tertentu [25]. Substrat **1** tidak mengalami penataan ini dan diperlukan sejumlah kompleks besi (III) klorida sebagai katalis untuk menghasilkan reaksi tanpa penataan ulang.

Kesimpulan

Mekanisme reaksi hidrasi alkuna terminal pada 17α -etinilestradiol dengan katalis $FeCl_3$, diawali dengan pembentukan kompleks koordinasi kemudian diadisi oleh air mengikuti kaidah adisi Markovnikov menjadi enol dan

dengan cepat mengalami penyusunan kembali menjadi bentuk keto (metil keton).

Katalis $FeCl_3$ merupakan kationik yang berkoordinasi dengan ligan, di mana Fe^{3+} merupakan asam Lewis sedangkan Cl_3 bertindak sebagai ligan. Kondisi reaksi dari pelarut yang digunakan mempengaruhi kelarutan, stabilitas dan laju reaksi. Pelarut diklorometana yang digunakan mempunyai konstanta dielektrik (ϵ_r) yang rendah 8,39, mampu menambah laju reaksi hidrasi. Pengaruh adanya gugus alkohol (OH) pada karbon-17 dalam 17α -etinilestradiol, akan mengalami reaksi dengan dua penataan ulang yaitu penataan ulang Meyer-Schuster dan Ruppe, akan tetapi, perluasan cincin steroid etinilasi dalam penataan ulang dapat mengganggu substrat tersier tertentu, sehingga substrat dapat membentuk produk 17α -asetilestradiol tanpa mengalami penataan ulang yang dimediasi oleh katalis $FeCl_3$.

Daftar Pustaka

1. Hintermann, L.; Labonne, A. Catalytic Hydration of Alkynes and Its Application in Synthesis. *Synthesis* **2007**, *8*, 1121–1150, doi:10.1055/s-2007-966002.
2. Trost, B.M. Atom Economy – A Challenge for Organic Synthesis: Homogeneous Catalysis Leads the Way. *Angewandte Chemie International Edition in English* **1995**, *34*, 259–281, doi:10.1002/anie.199502591.
3. Tachinami, T.; Nishimura, T.; Ushimaru, R.; Noyori, R.; Naka, H. Hydration of Terminal Alkynes Catalyzed by Water-Soluble Cobalt Porphyrin Complexes. *Journal of the American Chemical Society* **2013**, doi:10.1021/ja310282t.
4. Wang, W.; Jasinski, J.; Hammond, G.B.; Xu, B. Fluorine-Enabled Cationic Gold Catalysis: Functionalized Hydration of Alkynes. *Angewandte Chemie - International Edition* **2010**, *49*, 7247–7252.
5. Blum, J.; Hummer, H.; Alper, H. Alkyne Hydration Promoted by $RhCl_3$ and Quaternary Ammonium Salts. *Journal of Molecular Catalysis* **1992**, *75*, 153–160, doi:10.1016/0304-5102(92)80117-Y.
6. Hartman, J.W.; Hiscox, W.C.; Jennings, P.W. Catalytic Hydration of Alkynes with

- Platinum(II) Complexes. *Journal of Organic Chemistry* **1993**, 58, 7613–7614, doi:10.1021/jo00078a056.
7. Damiano, J.P.; Postel, M. FeCl₃-H₂O: A Specific System for Arylacetylene Hydration. *Journal of Organometallic Chemistry* **1996**, 522, 303–305, doi:10.1016/0022-328X(96)06294-8.
8. Wu, X.F.; Bezier, D.; Darcel, C. Development of the First Iron Chloride-Catalyzed Hydration of Terminal Alkynes. *Advanced Synthesis and Catalysis* **2009**, 351, 367–370, doi:10.1002/adsc.200800666.
9. Karundeng, A.M.R. Reaksi Hidrasi Pada Gugus Etilin Dalam 17 α -Etilinestradiol Menggunakan Katalis Besi (III) Klorida, Universitas Negeri Manado: Tondano, 2015.
10. Bhawani, S.A.; Sulaiman, O.; Hashim, R.; Mohamad, M.N. Thin-Layer Chromatographic Analysis of Steroids: A Review. **2010**, 9, 301–313.
11. Reza, A.; Rajabi, A.; Shamsipur, M. Determination of Levonorgestrel and Ethinyloestradiol in Bulk Drug and in Low-Dosage Oral Contraceptives. **2006**, 572, 237–242, doi:10.1016/j.aca.2006.05.029.
12. Rumampuk, R.J. Elusidasi Struktur Saponin Dari Biji Barringtonia Asiatica L (Kurz)., Universitas Padjadjaran, Bandung, 2001.
13. Kirk, D.N.; Toms, H.C.; Douglas, C.; White, K.A.; Smith, K.E.; Latif, S.; Hubbard, R.W.P. 1H NMR Spectra of the Steroid Hormones, Their Hydroxylated Derivatives, and Related Compounds. *J. Chem. Soc. Perkin Trans.* **1990**, 2, 1567–1594.
14. França, J.A.A.; Navarro-Vázquez, A.; Lei, X.; Sun, H.; Griesinger, C.; Hallwass, F. Complete NMR Assignment and Conformational Analysis of 17- α -Ethinylestradiol by Using RDCs Obtained in Grafted Graphene Oxide. *Magnetic Resonance in Chemistry* **2017**, 55, 297–303, doi:10.1002/mrc.4526.
15. Silverstein, M.R.; Webster, F.X. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*, 4th ed.; John Wiley & Sons, Inc.: New York, 1981;
16. Leung, C.H.; Baron, M. Gold-Catalyzed Intermolecular Alkyne Hydrofunctionalizations—Mechanistic Insights. *MDPI: Catalyst* **2020**, 10, 1–35, doi:10.3390/catal10101210.
17. Greenhalgh, M.D.; Jones, A.S.; Thomas, S.P. Iron-Catalysed Hydrofunctionalisation of Alkenes and Alkynes. *ChemCatChem* **2015**, 7, 190–222, doi:10.1002/cctc.201402693.
18. Mc Murry, J. *Organic Chemistry*; 7th ed.; Brooks/Cole Cengage Learning: Kanada, 2010; Vol. 1;.
19. Clayden, J.; Greeves, N.; Warren, Stuart. *Organic Chemistry*; 2nd ed.; Oxford University Press: New York, 2012; ISBN 978-0-19-927029-3.
20. Gatto, M.; Baratta, W.; Belanzoni, P.; Belpassi, L.; Del Zotto, A.; Tarantelli, F.; Zuccaccia, D. Hydration and Alkoxylation of Alkynes Catalyzed by NHC-Au-OTf. *Green Chemistry* **2018**, 20, 2125–2134, doi:10.1039/c8gc00508g.
21. Townsend, S.H.; Abraham, M.A.; Huppert, G.L.; Klein, M.T.; Paspek, S.C. Solvent Effects During Reactions in Supercritical Water. *Industrial and Engineering Chemistry Research* **1988**, 27, 143–149, doi:10.1021/ie00073a026.
22. Narayan, R.; Jerry Antal, M. Influence of Pressure on the Acid-Catalyzed Rate Constant for 1-Propanol Dehydration in Supercritical Water. *Journal of the American Chemical Society* **1990**, 112, 1927–1931, doi:10.1021/ja00161a043.
23. Lowry, T.H.; Richardson, K.S. *Mechanism and Theory in Organic Chemistry*, 2nd ed.; Harper & Row Publishers: New York, 1981; ISBN 0-06-044-082-1.
24. Swaminathan, S.; Narayanan, K. V. The Rupe and Meyer-Schuster Rearrangements. *Chemical Reviews* **1971**, 71, 429–438, doi:10.1021/cr60273a001.
25. Goldberg, M.W.; Aeschbaeher, R.; Athinyl-carbinols, H. Über Steroide Und Sexualhormone. **1943**, 626, 680–686.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Ketahanan Hidup Bibit Ikan Mujair (*Oreochromis mossambicus*) dan Nilai Parameter Kimiawi Lingkungan Pada Media Pemeliharaan Bioflok dengan Debris Daluga Sebagai Sumber Karbon

Ferencia E. Rattu*, Emma M. Moko, Ernest H. Sakul, Urbanus Naharia, Aser Yalindua, Livana Rawung

^aProgram Studi Biologi, Universitas Negeri Manado, 95618, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 17 Maret 2021

Disetujui 29 April 2021

Keyword:

Biofloc,

Tilapia,

Debris Daluga

Kata kunci:

Bioflok,

Ikan Mujair,

Debris Daluga

ABSTRACT

Biofloc is a cultivation technique to manage aquaculture using microorganisms to increase feed and waste products by adding an organic carbon source. The purpose of this study is to determine the survival rate of tilapia (*Oreochromis mossambicus*) and the environmental chemical parameters in biofloc rearing media with daluga (*Cryptosperma merkusii*) debris as a carbon source. This study used a completely randomized design (CRD) with four treatments and three replications. The treatments without biofloc as a control, C: N = 15, C: N = 20, and C: N = 25. The mean length of Tilapia is 5.5 cm and spread ten fish per bucket. The research parameters are water quality and survival rate (SR) of Tilapia. The water quality parameters are including temperature, pH, conductivity, and redox. The best treatment from the research results at C: N = 25 with the highest SR percentage 86.67%. The water quality during the research still in optimal conditions in every treatment.

ABSTRAK

Bioflok adalah teknik budidaya ikan untuk mengelola lingkungan budidaya dengan memanfaatkan mikroorganisme untuk meningkatkan penggunaan pakan dan sisa hasil metabolisme dengan penambahan sumber karbon organik. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui ketahanan hidup bibit ikan mujair (*Oreochromis mossambicus*) dan nilai parameter kimiawi lingkungan pada media pemeliharaan bioflok dengan debris daluga (*Cryptosperma merkusii*) sebagai sumber karbon. Penelitian ini menggunakan Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan 4 perlakuan dan 3 ulangan. Perlakuan yang dilakukan adalah tanpa bioflok, C:N=15, C:N=20, dan C:N=25. Hewan uji ikan mujair dengan panjang rata-rata 5,5 cm di tebar 10 ekor setiap ember. Parameter yang diamati adalah kualitas air yang meliputi suhu, pH, konduktivitas, dan redoks dan Survival Rate (SR) ikan mujair. Dari hasil penelitian diketahui bahwa perlakuan terbaik pada C:N=25 dengan persentase SR tertinggi yaitu, 86,67%. Kualitas air selama penelitian ada pada kondisi optimal di setiap perlakuan.

*e-mail: emmamoko@unima.ac.id

Pendahuluan

Ikan mujair (*Oreochromis mossambicus*) merupakan salah satu komoditas perairan tawar yang perkembangbiakannya relative lebih cepat dibandingkan dengan jenis ikan air tawar lainnya. Ikan mujair banyak terdapat di perairan Indonesia dan sering diolah menjadi sumber bahan makanan karena rasa dan

kandungan proteinnya cukup tinggi sehingga ikan mujair banyak dibudidayakan oleh masyarakat [1–4]. Dalam pembudidayaan ikan mujair, masyarakat biasanya menggunakan pakan buatan. Namun, pakan buatan yang diberikan tidak semua dikonsumsi oleh ikan. Sehingga, pakan buatan tersebut terbuang dan mengganggu kualitas air dari ikan tersebut [5].

Tingginya penggunaan pakan dalam budidaya intensif, dapat mengakibatkan pencemaran lingkungan yang menyebabkan penyebaran penyakit. Ikan hanya menyerap 25% pakan yang diberikan, sedangkan 75% lainnya menjadi limbah di dalam air. Limbah dari pakan ini akan diubah oleh bakteri menjadi ammonia yang dapat menyebabkan kematian pada ikan [6].

Penerapan teknologi melalui pendekatan biologis, telah menerapkan teknik bioflok untuk menjaga kualitas air untuk budidaya [7]. Bioflok adalah teknik budidaya dengan rekayasa lingkungan menggunakan mikroorganisme dan oksigen untuk meningkatkan nilai cerna pakan. Teknologi bioflok menggunakan bakteri, jamur, plankton, alga yang mempengaruhi struktur nutrisi bioflok [8]. Penggunaan bioflok dapat membuat angka produktifitas panen lebih tinggi dibandingkan dengan nilai pertumbuhan ikan pada umumnya [9].

Prinsip teknik bioflok adalah potensial limbah dan konversi bioflok sebagai pakan alami dalam sistem pembudidayaan ikan dengan aerasi konstan. Penambahan sumber karbon sebagai substrat bahan organik memungkinkan dekomposisi aerobik dan mempertahankan tingkat mikroba flok dalam suspensi pakan [5].

Talas rawa raksasa atau biasa dikenal oleh masyarakat lokal daluga adalah salah satu jenis tumbuhan talas-talasan yang banyak terdapat di Kabupaten Kepulauan Siau, Sangihe dan Talaud, Sulawesi Utara. Daluga sering dijadikan sebagai bahan makanan oleh masyarakat setempat. Hasil pengujian pati umbi daluga adalah sekitar 16 - 24%, kadar lemak rendah (<1%), dan mengandung lebih tinggi. Tingkat abu dan tingkat protein yang lebih rendah daripada pati sereal. Tepung daluga memiliki khasiat yang sama yaitu rendemen rata-rata 14,70% [10].

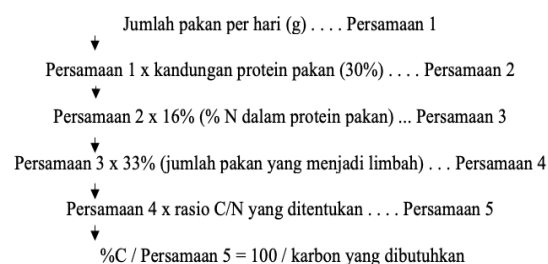
Penambahan sumber karbon dalam budidaya ikan dengan metode bioflok dapat memberikan pengaruh terhadap pertumbuhan ikan [11], oleh karena itu, dilakukan penelitian ini dengan tujuan untuk mengetahui ketahanan hidup ikan mujair dan nilai parameter kimiawi lingkungan pada media pemeliharaan dengan

sistem bioflok menggunakan debris daluga sebagai sumber karbon.

Bahan dan Metode

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah air tawar, EM4, debris daluga, dan pakan. Ikan uji yang digunakan adalah ikan mujair dengan berat rata-rata ikan pada awal percobaan adalah 0,7g per ekor sebanyak 120 ekor. Penelitian ini merupakan percobaan factorial yang diatur berdasarkan Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan 4 perlakuan dan 3 ulangan, sehingga total perlakuan ada 12 perlakuan. Perlakuan yang digunakan yaitu, perlakuan A sebagai Kontrol (Tanpa Bioflok), Perlakuan B dengan rasio C:N = 15, perlakuan C dengan rasio C:N = 20, dan perlakuan D dengan rasio C:N = 25.

Wadah yang digunakan dalam kultur bioflok adalah 12 unit ember dan diisi dengan air tawar sebanyak 5L dan setelah itu diberi aerasi untuk mempertahankan oksigen terlarut. Setiap ember diisi 10 ekor ikan mujair. Bioflok diproduksi dengan menambahkan EM4 (*Effective microorganisms-4*) yang mengandung bakteri *Lactobacillus casei* dan *Saccharomyces cerevisiae*. Setiap 0,5mL EM4 dilarutkan ke dalam 5L air. Kemudian ditambahkan debris daluga dan diaduk hingga rata. Pemberian debris daluga disesuaikan dengan rasio yang telah ditentukan. Pemberian debris daluga dihitung berdasarkan rasio C:N seperti pada gambar 1 [12].



Gambar 1. Perhitungan debris daluga

Apabila jumlah pakan yang diberikan sebanyak 7,1g dengan kandungan protein 30% dan kandungan karbon daluga adalah 37,86. Sehingga pemberian tepung daluga sebagai sumber karbon pada rasio C:N=15, C:N=20, dan C:N=25 secara berturut-turut adalah 4,49g, 5,94g, dan 7,42g. Pakan diberikan setiap hari sedangkan debris daluga diberikan seminggu

sekali hingga akhir penelitian.

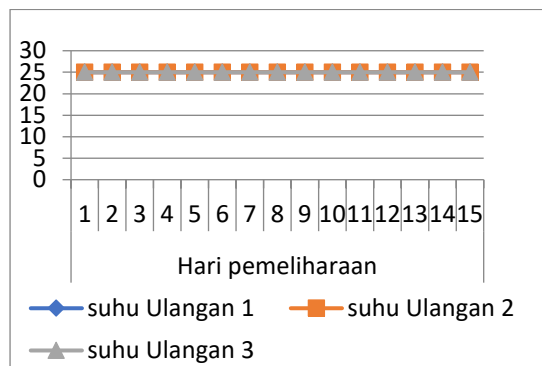
Parameter penelitian ikan mujair meliputi kualitas air dan survival rate. Kualitas air yang diamati meliputi suhu, pH, konduktivitas, dan redoks. Data kualitas air didapati dengan menggunakan thermometer, pH meter, ORP meter, dan conductivity meter. Survival rate ikan dihitung dengan rumus [persamaan 1](#). Data kualitas air yang diperoleh dianalisis secara deskriptif dan data hasil survival rate akan dianalisis menggunakan analisis ragam (ANOVA) dengan perangkat SPSS dengan taraf kepercayaan 95%.

$$SR = \frac{N_t}{N_0} \times 100\% \quad (1)$$

Hasil dan Pembahasan

Hasil pengukuran parameter kualitas air ikan mujair berupa suhu, pH, conductivity, dan redoks disajikan dalam bentuk grafik setiap parameter pada tiap perlakuan serta persentase ketahanan hidup ikan mujair selama 15 hari pengamatan disajikan dalam [tabel 1](#).

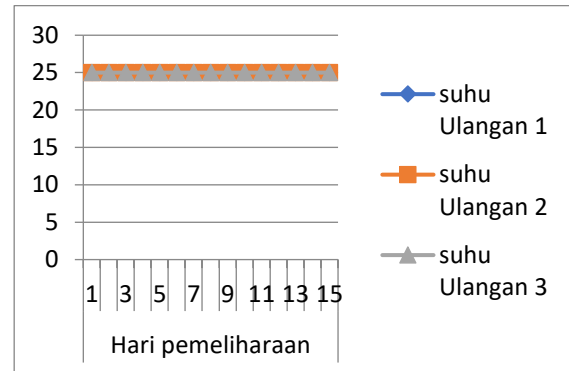
Suhu



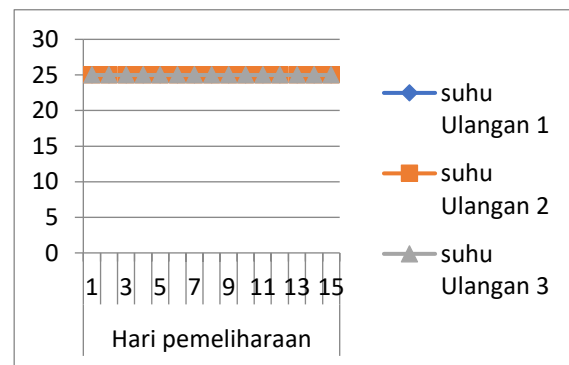
Gambar 2. Grafik Hasil Pengukuran Suhu Tanpa Bioflok

Pengukuran suhu air pemeliharaan ikan mujair menggunakan conductivity meter. Hasil penelitian menunjukkan suhu selama pemeliharaan ikan mujair adalah 25°C pada semua perlakuan dan ulangan. Hal ini terjadi karena lokasi penelitian berada ditempat yang sama sehingga suhu yang didapatkan sama, yaitu 25°C. Ikan mujair dapat bertahan hidup pada kisaran suhu 14-38°C dengan suhu optimal untuk pertumbuhan dan perkembangannya adalah 25-30°C sehingga, suhu yang air selama masa pemeliharaan ikan

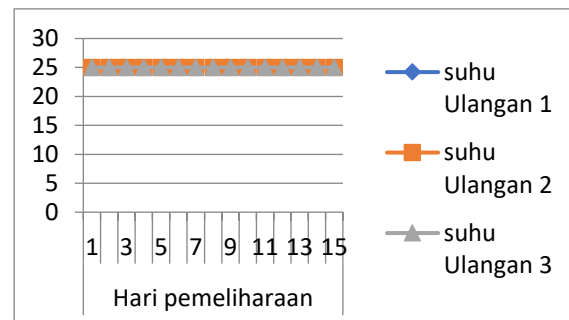
mujair ini masih ada pada kondisi yang baik bagi ikan mujair seperti pada [gambar 2](#), [gambar 3](#), [gambar 4](#), dan [gambar 5](#) [13].



Gambar 3. Grafik hasil pengukuran suhu pada perlakuan C:N=15



Gambar 4. Grafik hasil pengukuran suhu pada perlakuan C:N=20

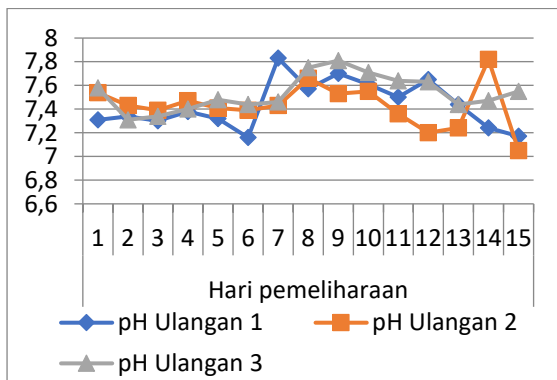


Gambar 5. Grafik hasil pengukuran suhu pada perlakuan C:N=25

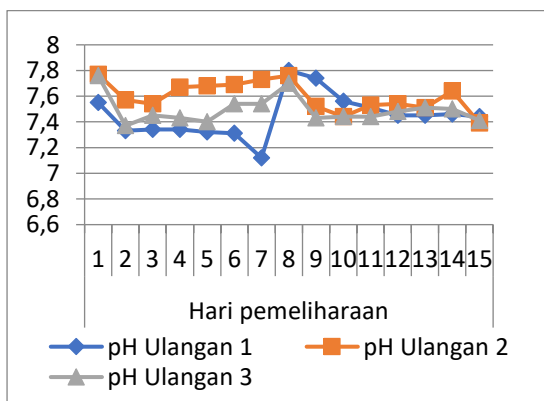
Derajat Kasaman (pH)

Pengukuran pH dilakukan setiap hari selama penelitian berlangsung. Dari data hasil penelitian, didapatkan bahwa pH air pemeliharaan ikan mujair tidak berbeda jauh antar tiap perlakuan dan ada pada kisaran 7,05-7,99 yang cukup stabil dan bisa menunjang pertumbuhan ikan mujair. Hasil pH pada setiap perlakuan menunjukkan adanya penurunan pH

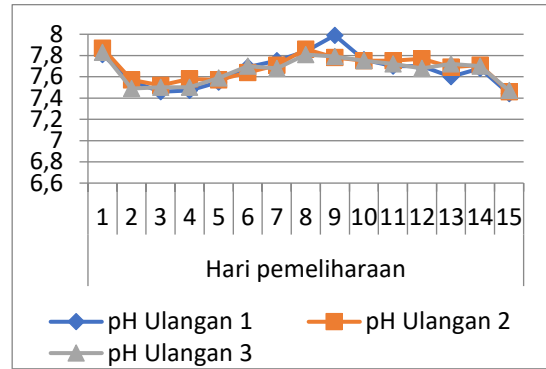
dibanding hari pertama. Hal ini diduga karena adanya proses nitrifikasi pada media pemeliharaan dimana, bakteri nitrifikasi akan mereduksi amonia dan merubahnya menjadi nitrit dan nitrat yang tidak begitu toksik bagi pertumbuhan ikan mujair [14]. Namun, walau mengalami penurunan pH masih berada dalam batas toleransi optimum untuk pertumbuhan ikan, yaitu 7 - 8,5 untuk pertumbuhan ikan mujair [9]. Pada hari ke-8, pH setiap perlakuan ada pada kisaran 7,6-7,8 karena adanya pergantian air. pH perairan dipengaruhi oleh oksigen terlarut dimana semakin kecil oksigen terlarut kecenderungan pH akan bersifat basa dan sebaliknya sehingga berdasarkan hasil penelitian menunjukkan bahwa, kondisi pH masih stabil pada angka 7 selama masa penelitian yang berarti konsentrasi oksigen terlarut juga relatif stabil seperti yang terlihat pada gambar 6, gambar 7, gambar 8, gambar 9 [15].



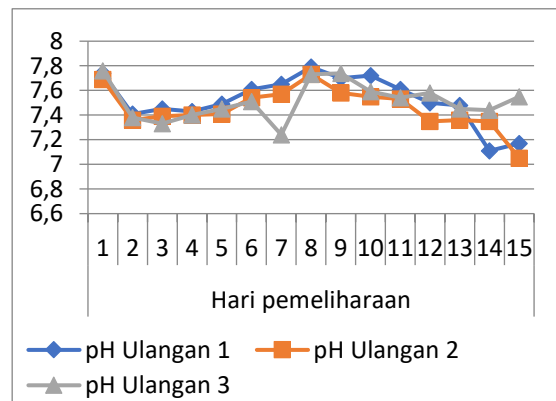
Gambar 6. Grafik hasil pengukuran pH pada perlakuan tanpa bioflok



Gambar 7. Grafik hasil pengukuran pH pada perlakuan C:N=15



Gambar 8. Grafik hasil pengukuran pH pada perlakuan C:N=20



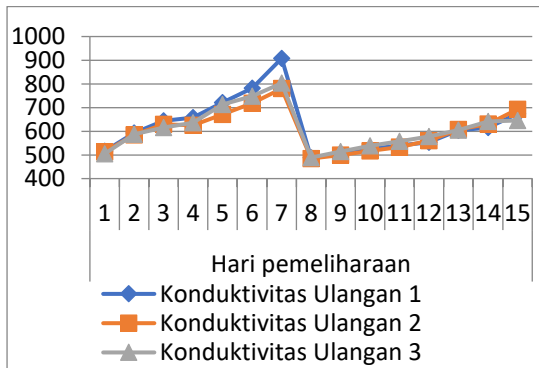
Gambar 9. Grafik hasil pengukuran pH pada perlakuan C:N=25

Konduktifitas Air

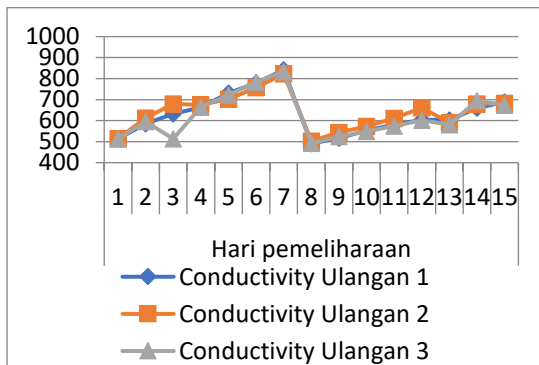
Konduktivitas air adalah kemampuan air untuk mengetahui daya hantar listrik (DHL). Daya hantar listrik ini diukur pada suhu standart yaitu pada 25° C. Konduktivitas air bergantung pada jumlah ion-ion terlarut per volumenya dan mobilitas ion-ion tersebut. Secara umum, faktor yang lebih dominan dalam perubahan konduktivitas air adalah temperatur. Nilai konduktivitas air tawar adalah <650 $\mu\text{S/cm}$ [16], kondisi air dalam kisaran perairan alami adalah 20 - 1500 $\mu\text{S/cm}$. Semakin tinggi nilai konduktivitas di perairan menunjukkan adanya bahan pencemar yang masuk.

Berdasarkan gambar 10, gambar 11, gambar 12, dan gambar 13 hasil pengukuran konduktivitas air selama penelitian tidak berbeda jauh antar tiap perlakuan dan masih berada pada kisaran normal yaitu, 485-908 $\mu\text{S/cm}$. Nilai tertinggi konduktivitas berada pada hari ke-7 disetiap ulangan yang mengindikasikan bahan pencemar didalam air

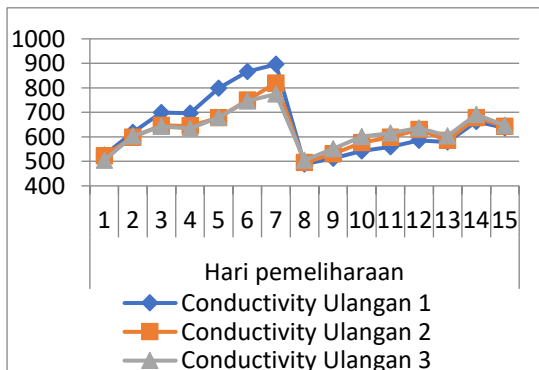
semakin meningkat dan dilakukan penggantian air pada hari ke-8 untuk mengurangi bahan pencemar di dalam air yang dapat berbahaya bagi ikan. Pada hari ke-15 di dapati bahwa rata-rata nilai konduktivitas pada perlakuan tanpa bioflok tetap naik sedangkan pada perlakuan dengan bioflok terjadi penurunan. Hal ini mengindikasikan semakin tingginya kandungan bahan pencemar pada perlakuan tanpa bioflok karena tidak ada bakteri yang dapat mengasimilasi sisa pakan dan feses ikan yang dapat mencemari air.



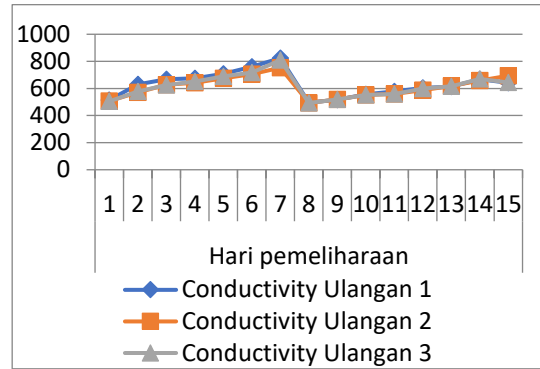
Gambar 10. Grafik hasil pengukuran konduktivitas pada perlakuan tanpa bioflok



Gambar 11. Grafik hasil pengukuran konduktivitas pada perlakuan C:N=15



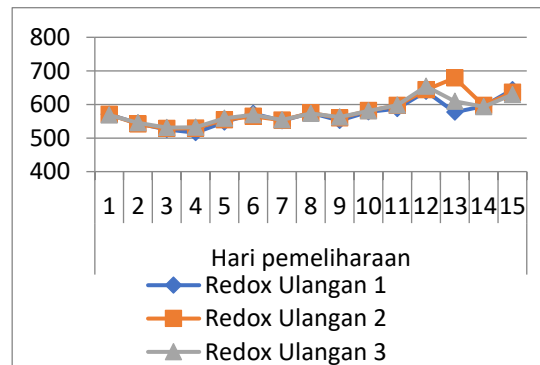
Gambar 12. Grafik hasil pengukuran konduktivitas pada perlakuan C:N=20



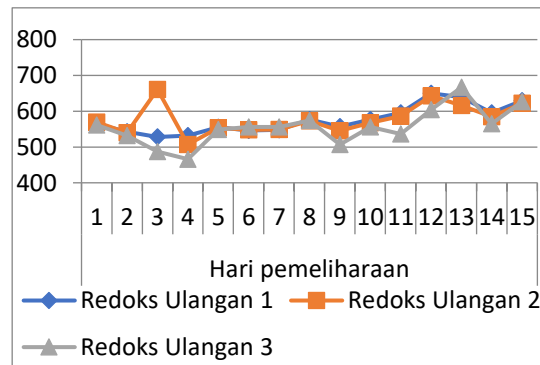
Gambar 13. Grafik hasil pengukuran konduktivitas pada perlakuan C:N=25

Redoks

Reaksi redoks terdiri dari dua reaksi, yaitu reaksi reduksi dan reaksi oksidasi. Reaksi reduksi adalah reaksi pelepasan oksigen, sedangkan oksidasi adalah reaksi pengikatan oksigen. Didalam air, kondisi redoks terjadi apabila jika oksigen menurun maka, terjadi proses denitrifikasi. Dalam penelitian nilai redoks air pemeliharaan ikan mujair, nilai redoks berkisar 479-717.

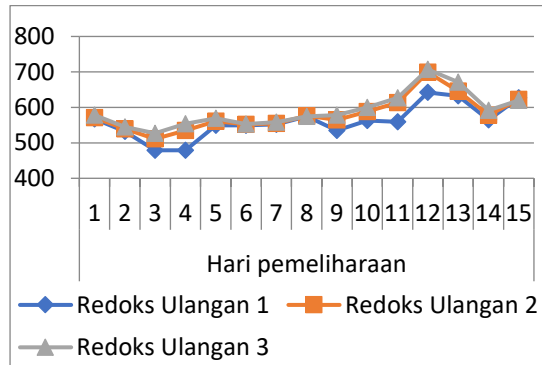


Gambar 14. Grafik hasil pengukuran redoks pada perlakuan tanpa bioflok

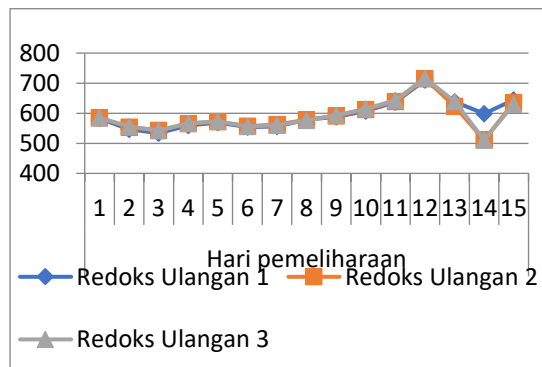


Gambar 15. Grafik hasil pengukuran redoks pada perlakuan C:N=15

Nilai yang lebih besar menunjukkan kondisi yang lebih teroksidasi [17]. Berdasarkan grafik pada gambar 14, gambar 15, gambar 16 dan gambar 17 tidak ada perbedaan yang nyata antar setiap perlakuan namun, nilai redoks masih ada pada kondisi yang normal untuk pemeliharaan ikan.



Gambar 16. Grafik hasil pengukuran redoks pada perlakuan C:N=20



Gambar 17. Grafik hasil pengukuran redoks pada perlakuan C:N=25

Konsentrasi oksigen terlarut adalah faktor yang penting dalam mempengaruhi proses dan kondisi air dan sedimen dalam budidaya ikan. Kebutuhan oksigen dalam budidaya ikan tergantung pada difusi oksigen pada bagian atas air. Pada kedalaman 0-4cm, ketika kandungan oksigen menurun, terjadi proses denitrifikasi [17].

Survival Rate (SR)

Data hasil uji ANOVA berdasarkan hasil SR ikan mujair dengan tambahan probiotik dan debris daluga disajikan dalam tabel 1. Hasil penelitian menunjukkan bahwa budidaya ikan mujair dengan kultur bioflok memiliki perbedaan nyata ($P < 0,05$) yaitu, nilai sig. ada

pada angka 0,001. Rata-rata persentase nilai SR dari perlakuan tanpa bioflok, C:N=15 ulangan 1,2, dan 3 berturut-turut adalah 1,9 mg, 1,8 mg, dan 2,2 mg. Untuk C:N=20 ulangan 1,2, dan 3 berturut-turut adalah 10,8 mg, 11,7 mg dan 9,9 mg, sedangkan untuk C:N=25 ulangan 1, 2, dan 3 secara berturut-turut adalah 11,4 mg, 11,7 mg, dan 12,3 mg.

Tabel 1. Data hasil uji ANOVA

ANOVA					
Survival Rate					
	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Between Groups	6825.000	3	2275.000	14.368	.001
Within Groups	1266.667	8	158.333		
Total	8091.667	11			

Penggunaan debris daluga yang paling baik ada pada perlakuan C:N=25 karena memiliki rata-rata nilai persentase paling tinggi dan perlakuan tanpa bioflok memiliki nilai paling rendah. Pemberian probiotik dan debris daluga dianggap cukup efisien karena memberikan hasil SR yang baik. Hal ini membuktikan bahwa pemeliharaan ikan menggunakan kultur bioflok memiliki tingkat ketahanan hidup ikan menjadi lebih tinggi dibandingkan dengan cara konvensional.

Tingginya angka kematian ikan pada perlakuan tanpa bioflok bisa diakibatkan oleh rendahnya kualitas air. Hal ini disebabkan karena tidak adanya mikroorganisme yang dapat mengurai pakan dan sisa metabolisme ikan sehingga, semua material tersebut terakumulasi dan mengendap dalam wadah dalam konsentrasi yang tinggi. Material tersebut terurai dan membentuk substrat yang bersifat racun [9]. Kondisi ini menyebabkan ikan menjadi stress dan berkurangnya nafsu makan sehingga menyebabkan kematian pada ikan sehingga kultur bioflok dapat mereduksi senyawa berbahaya di dalam air yang menyebabkan nafsu makan ikan lebih banyak. Hal ini dibuktikan dengan pakan yang selalu habis pada setiap pemberian.

Kualitas air menjadi faktor utama yang mempengaruhi sistem imun ikan dan

meminimalisir angka kematian ikan mujair. Dari data hasil penelitian yang didapatkan, ikan tanpa kultur bioflok memiliki nilai SR yang lebih rendah dibandingkan dengan ikan dengan kultur bioflok. Hal ini disebabkan oleh adanya bakteri heterotrof yang mampu mengasimilasikan ammonia menjadi protein [12]. Penerapan sistem bioflok dapat mereduksi senyawa-senyawa organik pakan dan sisa hasil metabolisme ikan yang dapat menurunkan kualitas air yang bersifat toksin bagi ikan [15]. Berdasarkan data kualitas air, diketahui tidak ada perbedaan yang nyata antar setiap perlakuan. Ini diduga karena jumlah ikan didalam wadah lebih sedikit yang menyebabkan sisa pakan dan sisa hasil metabolisme ikan juga sedikit sehingga, tidak ada perbedaan nyata antar setiap perlakuan.

Kematian pada perlakuan tanpa bioflok banyak terjadi, diduga karena hasil metabolisme yang dikeluarkan berupa karbondioksida dan amonia yang terakumulasi di dalam air. Amonia telah terkumpul didalam air akan sangat berbahaya dan dapat memicu timbulnya racun yang dapat menyebabkan kematian pada benih ikan. Sementara, nilai SR paling baik ada pada perlakuan C:N=25. Hal ini diduga karena semakin banyak konsentrasi debris daluga yang diberikan maka, pembentukan flok akan semakin baik [12].

Dari data hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi debris daluga yang diberikan, nilai SR semakin tinggi. Hal ini diduga karena adanya bakteri heterotrof yang dapat bekerja lebih optimal dengan pemberian debris daluga sebagai sumber karbon. Dengan adanya debris daluga, bakteri dapat mengubah karbon dan nitrogen anorganik menjadi sumber pakan alami bagi ikan sehingga, efisiensi pakan dapat lebih tinggi.

Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih kami pada pimpinan Balai Ikan di Tondano yang sudah mengijinkan penulis untuk melaksanakan penelitian.

Kesimpulan

Penggunaan kultur bioflok dapat memberikan pengaruh terhadap pemeliharaan ikan mujair. Kualitas air selama penelitian juga

ada pada keadaan yang optimal. Penggunaan rasio C:N dapat memberikan pengaruh yang nyata terhadap nilai SR ikan mujair. Rasio C:N yang paling baik adalah C:N=25 dengan rata-rata nilai SR tertinggi.

Daftar Pustaka

1. Trilaksani, W.; Riyanto, B.; Susanto, H. Pemanfaatan Protein Ikan Mujair (*Oreochromis Mossambicus* Peters.) Sebagai Bahan Baku Pembuatan Fish Cake Goreng. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia* **2004**, *7*.
2. Sumiati, T. Pengaruh Pengolahan Terhadap Mutu Cerna Protein Ikan Mujair (*Tilapia Mossambica*). *Program Studi Gizi Masyarakat dan Sumberdaya Keluarga, Fakultas Pertanian. Institut Pertanian Bogor, Bogor* **2008**.
3. Hartono, G.S. Utilization of Fish Protein Concentrate of *Tilapia* Fish (*Oreochromis Mossambicus*) on Baby Biscuit= Pemanfaatan Konsentrat Protein Ikan Mujair (*Oreochromis Mossambicus*) Dalam Pembuatan Biskuit Bayi. PhD Thesis, Universitas Pelita Harapan, 2011.
4. Ariyani, F.; Saleh, M.; Tazwir, T.; Hak, N. Optimasi Proses Produksi Htdroltsat Protein Ikan (Hpi) Dari Mujair (*Oreochromis Mossambicus*). *Jurnal penelitian perikanan Indonesia* **2017**, *9*, 11–21.
5. Muhammad, J.; Yusminah, H. Identifikasi Perifiton Sebagai Penentu Kualitas Air Pada Tambak Ikan Nila (*Oreochromis Niloticus*). *bionature* **2013**, *14*.
6. Imron, A.; Sudaryono, A.; Harwanto, D. Pengaruh Rasio C/N Berbeda Terhadap Rasio Konversi Pakan Dan Pertumbuhan Benih Lele (*Clarias* Sp.) Dalam Media Bioflok. *Journal Of Aquaculture Management And Technology* **2014**, *3*, 17–25.
7. Suharyatun, S.S.; Amin, M.; Waluyo, S. Pemberdayaan Masyarakat Kecamatan Pagelaran Pringsewu, Sebagai Kawasan Minapolitan. *Batoboh* **2018**, *3*, 67–82.
8. Adharani, N.; Soewardi, K.; Syakti, A.D.; Hariyadi, S. Manajemen Kualitas Air Dengan Teknologi Bioflok: Studi Kasus Pemeliharaan Ikan Lele (*Clarias* Sp.). *Jurnal Ilmu Pertanian Indonesia* **2016**, *21*, 35–40.
9. Ombong, F.; Salindeho, I.R. Aplikasi

- Teknologi Bioflok (BFT) Pada Kultur Ikan Nila, *Oreochromis Niloticus*. *e-Journal Budidaya Perairan* **2016**, 4.
10. Limbe, H.W.; Achmadi, S.S.; Faridah, D.N. Introducing Daluga (*Cyrtosperma Merkusii*) Starch from Corms Collected in Siau Island, North Sulawesi. In Proceedings of the IOP Conference Series: Earth and Environmental Science; IOP Publishing, 2019; Vol. 399, p. 012038.
 11. Pramono, T.B.; Sukardi, P.; Soedibya, P.H.T. Produksi Budidaya Ikan Nila (*Oreochromis Niloticus*) Sistem Bioflok Dengan Sumber Karbohidrat Berbeda. *Asian Journal of Innovation and Entrepreneurship* **2018**, 3, 198–203.
 12. Runa, N.M. Pemanfaatan Tepung Tapioka Dengan Dosis Berbeda Sebagai Sumber Karbon Pembentuk Bioflok Pada Media Pemeliharaan Benih Ikan Patin (*Pangasius Sp.*). *Journal of Aquaculture and Fish Health* **2019**, 8, 54–61.
 13. Karim, M.F.; Abidin, Z.; Ilmi, U. Prototipe monitoring kadar keasaman air, suhu air dan pemberian pakan otomatis pada tambak ikan mujair berbasis mikrokontroller. *SinarFe7* **2020**, 3, 41–46.
 14. Yuniasari, D. Pengaruh Pemberian Bakteri Nitrifikasi Dan Denitrifikasi Serta Molasedengan C/N Rasio Berbeda Terhadap Profil Kualitas Air, Kelangsungan Hidup, Dan Pertumbuhan Udang Vaname (*Litopenaeus Vannamei*). *Institut Pertanian Bogor. Bogor* **2009**.
 15. Azhari, D.; Tomaso, A.M. Kajian Kualitas Air Dan Pertumbuhan Ikan Nila (*Oreochromis Niloticus*) Yang Dibudidayakan Dengan Sistem Akuaponik. *Akuatika Indonesia* **2018**, 3, 84–90.
 16. Marasabessy, U.R.; La Goa, Y.; Pristianto, H. Pedoman Praktikum Pengelolaan Kualitas Air Prodi Teknik Sipil UM Sorong. **2018**.
 17. Gunarto, G. Apakah nilai reduksi dan oksidasi potensial sedimen tambak berpengaruh terhadap produksi udang windu di tambak. *Media Akuakultur* **2006**, 1, 91–96.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Studi Literatur Pengaruh Pirolisis, Jenis Adsorban serta Aktivator dalam Karakterisasi Asap Cair

Rony Pasonang Sihombing, Keryanti, Fitria Yulistiani, Ayu Ratna Permanasari*

Politeknik Negeri Bandung, Bandung, 40559, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 23 Januari 2021

Disetujui 30 April 2021

Keyword:

liquid smoke
pyrolysis
adsorbant
activator

Kata kunci:

asap cair
pirolisis
adsorban
aktivator

ABSTRACT

Liquid smoke is a preservative solution that can be used safely. This grade 1 product can also be used as a food preservative. This article aims to discuss and examine the previous experiment's results by literature review. The outcome of this article is expected to be regenerated by other research using the existing variable discussed in this article or using a new variable. Based on the result. Some variables affect the final quality of liquid smoke. Some of them are pyrolysis temperature, pyrolysis time, adsorbent type, and activator type. Pyrolysis temperature used was around 250 °C – 300 °C with resulted pH 1.41 to 2.25. While for pyrolysis, the temperature was around 4 – 5 hours with phenol content around 3.04% to 4.08%. The type of adsorbent used was zeolite and quartz sand, in which the acid total was having both increment and decrement phenomena. Activator types used were salt activators such as NaCl, NaHCO₃, CaCl₂, Na₂SO₄ and base activator (NaOH), producing the most percent acid total.

ABSTRAK

Asap cair merupakan solusi pengawet yang dapat digunakan dengan aman. Produk asap cair kualitas grade 1 dapat digunakan sebagai pengawet makanan. Penelitian ini bertujuan untuk membahas hasil dari penelitian-penelitian sebelumnya secara studi literatur. Hasil studi literatur ini diharapkan dapat disempurnakan dengan penelitian lanjut menggunakan variabel-variabel yang dibahas dalam artikel ini maupun dengan menggunakan variabel baru. Berdasarkan hasil studi literatur ada beberapa variabel yang cukup berpengaruh pada kualitas akhir dari sebuah asap cair. Diantaranya adalah suhu pirolisis, waktu pirolisis, jenis adsorban dan jenis aktivator. Suhu pirolisis yang digunakan sekitar 250 °C – 300 °C dengan hasil pH 1.41 hingga 2.25. Untuk lama waktu pirolisis berkisar 4 - 5 jam dengan hasil kandungan fenol 3.04% - 4.08%. Sedangkan untuk jenis adsorban yang digunakan adalah zeolit dan pasir kuarsa, yang menghasilkan fenomena peningkatan dan penurunan total asam. Jenis aktivator yang digunakan adalah jenis aktivator garam seperti NaCl, NaHCO₃, CaCl₂, Na₂SO₄ dan aktivator basa (NaOH) dimana aktivator basa menghasilkan persen total asam terbanyak.

*e-mail: ayu.ratna@polban.ac.id

Pendahuluan

Tersebar nya makanan dengan pengawet formalin meningkatkan kecemasan dari pihak masyarakat. Beberapa alasan mengapa formalin digunakan sebagai pengawet produk makanan antara lain adalah karena harganya yang relatif murah dan penggunaannya yang mudah. Permasalahan yang muncul saat ini adalah terkait alasan keamanan bagi tubuh.

Kondisi ini membutuhkan solusi lain dari penggunaan formalin sehingga asap cair diperkenalkan. Banyak hal yang berpengaruh pada sintesis asap cair adalah komposisi kayu (sebagai bahan baku) dan suhu pirolisis (sebagai metode sintesis) [1] dan lemak bahan [2].

Sintesis asap cair dapat dilakukan dengan memanfaatkan beberapa bahan baku.

Diantaranya adalah dari bahan kelapa [3–5]. Beberapa berbau jagung [5–7] dan beberapa menggunakan sawit [8]. Selanjutnya menggunakan bahan durian [9].

Asap cair merupakan bahan kimia yang merupakan hasil destilasi asap hasil pembakaran. Di dalam material ini, terkandung beberapa bahan kimia yang dapat digunakan sebagai zat antioksidan, pengawet, desinfektan, biopestisida [10]. Dalam proses pembuatannya, asap cair ini dapat dibagi menjadi beberapa grade. Grade pertama yang bisa dicapai adalah grade 3, dimana asap cair grade 3 dapat dimanfaatkan sebagai bahan anti bakteri dan anti oksidan. Biasanya jenis asap cair grade 3 ini digunakan dalam pengawetan kayu, anti jamur, anti rayap [6].

Kemudian ada asap cair grade 2 yang dapat dimanfaatkan sebagai pengawet makanan dan digunakan sebagai pengganti formalin dengan taste asap (lemah), sedikit rasa asam dan berwarna coklat transparan. Sedangkan asap cair grade 1 digunakan sebagai pengawet makanan. Material ini berwarna bening, sedikit asam, beraroma netral dan tidak mengandung senyawa-senyawa berbahaya. Asap cair ini dapat digunakan dikarenakan adanya senyawa asam, fenolat dan karbonil yang berperan dalam pengawetan bahan makanan.

Selain dari asal bahan baku, pembuatan asap cair ini dapat juga dilihat dari jenis bahan adsorbent nya. Secara umum, bahan aktif yang digunakan untuk pemurnian adalah zeolit dan arang. Namun pada beberapa jurnal lain, pasir kuarsa dapat digunakan untuk pemurnian [11].

Pengaruh jenis adsorban terhadap kandungan asam pada asap cair.

Pada aplikasinya, kandungan asam pada asap cair dapat dimanfaatkan sebagai anti mikroba dalam kurun waktu tertentu.

Pada penelitian sebelumnya, adsorban yang digunakan adalah jenis pasir kuarsa [11] untuk proses pemurnian. Sedangkan penelitian lain menggunakan zeolit [9,12]. Hasil perbandingan dapat dilihat pada Tabel 1.

Dari hasil dalam tabel 1, ada fenomena dimana ada total asam yang mengalami peningkatan, namun juga ada yang mengalami penurunan. Hal ini disebabkan karena struktur

dasar adsorban yang mana pasir kuarsa terdiri dari ikatan Si-Si dan zeolit terbentuk dari Si-Al. Pada zeolit, dengan adanya atom O yang digunakan bersama, akan menyebabkan perbedaan dalam penyerapan ikatan kationik yang salah satunya berasal dari asam. Sehingga setelah pemurnian, ada peningkatan nilai total asam.

Tabel 1. Efek Jenis Adsorban terhadap Kandungan Asam pada Asap Cair.

Referensi	Kondisi	Total asam
[9]	Sebelum pemurnian	7,59 ml/L
	Setelah pemurnian	9,11 ml/L
[11]	Sebelum pemurnian	7,69 %
	Setelah pemurnian	6,24 %
[12]	Sebelum pemurnian	44,7 %
	Setelah pemurnian	46,71%

Pengaruh jenis aktivator terhadap kandungan total asam.

Aktivator merupakan aditif yang cukup penting keberadaannya dalam sebuah pemurnian. Beberapa penelitian menggunakan jenis aktivator yang berbeda untuk aktivasi adsorban yang digunakan. Diantaranya adalah jenis aktivator garam [13] dan basa [11]. Pada aplikasinya, total asam Hasil perbandingan dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Efek Jenis Aktivator terhadap Total Asam

Jenis aktivator	% total asam
NaCl	1.22
NaHCO	1.69
CaCl ₂	1.15
Na ₂ SO ₄	0.97
NaOH	6.13

Dalam aplikasi asap cair, kandungan asam dinyatakan dalam asam asetat. Kandungan asam pada asap cair ini digunakan sebagai bahan anti mikroba menghambat pertumbuhan bakteri [14].

Pengaruh fenol terhadap kualitas asap cair.

Dalam aplikasi asap cair, kandungan fenol menentukan kualitasnya. Semakin tinggi kandungan fenol, semakin bagus kualitas asap cair yang dihasilkan. Penelitian yang sebelumnya melakukan proses pirolisis dengan suhu 250 °C selama 4 jam, kemudian dilakukan destilasi dan pemurnian [5]. Sedangkan penelitian lainnya, melakukan proses hidrolisis dengan waktu 5 jam [4]. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 3 sebagai berikut:

Tabel 3. Pengaruh Fenol terhadap Kualitas Asap Cair

Lama pirolisis (jam)	Kandungan Fenol (%)	Kandungan Benzopyrene
4	3.04	Tidak terdeteksi
5	4.08	Tidak terdeteksi

Perusakan dinding bakteri dapat dilakukan oleh fenol dengan pemutusan ikatan peptidoglikan [15]. Hal ini mengakibatkan pembentukan lapisan sel tidak terbentuk secara utuh. Senyawa kompleks protein dapat terbentuk dari senyawa fenol dan turunannya dengan adanya ikatan hidrogen [16]. Pada kadar rendah, terjadi denaturasi pada dinding sel bakteri karena terbentuknya kompleks protein-fenol dengan ikatan lemah. Hal ini mengakibatkan penguraian dalam dinding sel bakteri [17]. Pada kadar tinggi, senyawa fenol mengakibatkan sel bakteri mengalami lisis [18].

Benzopyrene merupakan salah satu senyawa PAH (Polisiklik Aromatik Hydrocarbon) yang berbahaya bagi kesehatan. Dengan tidak terdeteksinya senyawa tersebut, maka kualitas asap cair yang dihasilkan dapat digunakan untuk *food application*.

Pengaruh pH terhadap kualitas asap cair.

Menurut penelitian sebelumnya, suhu dan waktu pirolisis memberikan kontribusi terhadap hasil pH produk. Penelitian tersebut antara lain disajikan pada Tabel 4.

pH digunakan untuk standarisasi kualitas asap cair. Sebagai contoh, di negara Jepang menetapkan nilai pH untuk cuka kayu berkisar antara 1.5 – 3.7 [3]. Semakin rendah nilai pH,

semakin baik kualitas asap cair yang dihasilkan. Hal ini dikarenakan akan berpengaruh terhadap masa simpan produk asap cair tersebut.

Tabel 4. Pengaruh pH terhadap Kualitas Asap Cair.

referensi	Pirolisis (Suhu, waktu)	pH	hasil
[3]	300 °C, 5 jam	2.25	baik
[4]	250 °C, 5 jam	2.2	baik
[5]	250 °C, 4 jam	1.41	baik

Kesimpulan

Dari studi literatur diatas dapat disimpulkan bahwa jenis adsorban akan memberikan pengaruh pada total asam yang dihasilkan. Perubahan bervariasi mulai dari 4.5% hingga 23,23%. Penentuan jenis aktivator berpengaruh pada jumlah asam. Dimana aktivator garam menghasilkan jumlah asam lebih rendah daripada aktivator basa. Semakin panjang waktu pirolisis, semakin meningkat kandungan fenolnya. Sehingga kualitas dari asap cair dapat menjadi lebih baik. Suhu serta durasi pirolisis berpengaruh terhadap pH dari sebuah produk asap cair. Sehingga akan berdampak pada waktu simpan produk tersebut.

Daftar Pustaka

1. Tilgner, D.J. *The Phenomena of Quality in the Smoke Curing Process*; International Union of Pure and Applied Chemistry, 1978; Vol. 49.
2. Doremire, M.E.; Harmon, G.E.; Pratt, D.E. 3,4-Benzopyrene in Charcoal Grilled Meats. *Journal of Food Science* 1979, 44, 622–623.
3. Dewi, J.; Gani, A.; Nazar, M. Analisis Kualitas Asap Cair Tempurung Kelapa Dan Ampas Tebu Sebagai Bahan Pengawet Alami Pada Tahu. *Jurnal IPA & Pembelajaran IPA* 2019, 2, 106–112, doi:10.24815/jipi.v2i2.12743.
4. Horri, M.; Eriawan, R.; Anggraini, S.P.A.; Yuniningsih, S. Teknologi Pengawetan

- Bahan Pangan Dengan Penambahan Asap Cair Dari Tempurung Kelapa Dan Sabut Kelapa Melalui Proses Pirolisis Dan Redestilasi | Horri | EUREKA : Jurnal Penelitian Teknik Sipil Dan Teknik Kimia. *eUREKA : Jurnal Penelitian Mahasiswa Teknik Sipil dan Teknik Kimia* **2018**, 2, 9–18.
5. Tiya nurhazisa, Nicodemus susilo, S.S.N. Analisis Kandungan Benzo (A) Pyrene Terhadap Asap Cair Dari Tempurung Kelapa Dan Tongkol Jagung. **2018**, 2, 193–201.
6. Reta, K.B.; Anggraini, S.P.A. Pembuatan Asap Cair Dari Tempurung Kelapa, Tongkol Jagung, Dan Bambu Menggunakan Proses Slow Pyrolysis. *Jurnal Reka Buana* **2016**, 1, 57–64.
7. Sansaka, fajar H. Rancang Bangun Asap Cair Dari Tongkol Jagung Menggunakan Proses Pyrolysis. **2013**.
8. Fauziati, F.; Sampepana, E. Karakterisasi Komponen Aktif Asap Cair Cangkang Sawit Hasil Pemurnian. *Jurnal Riset Teknologi Industri* **2016**, 9, 64–72, doi:10.26578/jrti.v9i1.1705.
9. Rinaldi, A.; Alimuiddin; Panggabean, aman S. Pemurnian Asap Cair Dari Kulit Durian Dengan Menggunakan Arang Aktif. *Journal of the Japanese Society of Pediatric Surgeons* **2015**, 4, 112–120, doi:10.11164/jjsps.4.1_156_2.
10. Nurhayati, T. Sifat Destilat Hasil Destilasi Kering 4 Jenis Kayu Dan Kemungkinan Pemanfaatannya Sebagai Pestisida. *Buletin Penelitian Hasil Hutan* **2000**, 17, 160–168.
11. La ode indo, rahmanpiu, H. Pengaruh Penggunaan Adsorben Pasir Kuarsa Terhadap Sifat Fisiko Kimia Asap Cair Hasil Pirolisis Tempurung Kelapa **2019**.
12. Oktafany, E.; Idiawati, N.; Harlia Pengaruh Destilasi Berulang Dan Pemurnian Menggunakan Zeolit Teraktivasi H₂SO₄ Terhadap Komposisi Asap Cair Tandan Kosong Kelapa Sawit (TKKS). *Jurnal Kimia dan Kemasan (JKK)* **2016**, 5, 62–67.
13. Muflihati, I. Penurunan Smoky Flavor Dan Intensitas Warna Asap Cair Melalui Adsorpsi Bertingkat Menggunakan Arang Aktif Dari Sekam Padi. *Jurnal Ilmiah Teknosains* **2016**, 2, 50–55.
14. Septi andini, M. Parameter Utama Asap Cair Untuk Standar Nasional Indonesia **2015**.
15. Andriani, Y.; Mohamad, H.; Kassim, M.N.I.; Rosnan, N.D.; Syamsumir, D.F.; Saidin, J.; Muhammad, T.S.T.; Amir, H. Evaluation on Hydnophytum Formicarum Tuber from Setiu Wetland (Malaysia) and Muara Rupit (Indonesia) for Antibacterial and Antioxidant Activities, and Anti-Cancer Potency against MCF-7 and HeLa Cells. *Journal of Applied Pharmaceutical Science* **2017**, 7, 30–37, doi:10.7324/JAPS.2017.70904.
16. Dewi, M. kusuma; Ratnasari, E.; Trimulyono, G. Aktivitas Antibakteri Ekstrak Daun Majapahit (Crescentia Cujete) Terhadap Pertumbuhan Bakteri Ralstonia Solanacearum Penyebab Penyakit Layu. *Jurnal Lentera Bio* **2014**, 3, 51–57.
17. Zakki, M. Uji Aktivitas Antibakteri Ekstrak Cathechin Teh Putih Terhadap Streptococcus Sanguinis. *ODONTO : Dental Journal* **2017**, 4, 108, doi:10.30659/odj.4.2.108-113.
18. Andriani, Y.; Mohamad, H.; Bhubalan, K.; Abdullah, M.I.; Amir, H. Phytochemical Analyses, Anti-Bacterial and Anti-Biofilm Activities of Mangrove-Associated Hibiscus Tiliaceus Extracts and Fractions against Pseudomonas Aeruginosa. *Journal of Sustainability Science and Management* **2017**, 12, 45–51.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).

Review: Modification of Nanocellulose as Conjugate of infection-causing Antibacterial Hydrogel

Anisa, Metik Ambarwati, Anggi Ayunda Triani, Indra Lasmana Tarigan*

Program Studi Kimia, Faculty of Sciences and Technology, Universitas Jambi, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 06 Februari 2021
 Disetujui 30 April 2021

Key word:

Infeksi
 Antibakteri
 Nanoselulosa
 Hydrogel

Kata kunci:

Infection
 Antibacterial
 Nanocellulose
 Hydrogel

*e-mail:

indratarigan@unja.ac.id

ABSTRACT

Infection is the process of entering and reproducing microorganisms such as bacteria, viruses, fungi, and parasites that cause tissue injury. Some of the common types of bacteria that play a role in wound infection are *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermis* and *Pseudomonas aeruginosa*. The antibacterial able to inhibit bacterial growth by inhibiting cell wall biosynthesis, increasing the permeability of the bacterial cytoplasmic membrane, and interfering with the normal bacterial protein synthesis. Our specific aim of this review article is to conduct a study of nanocellulose as an antibacterial hydrogel conjugate. The method used is to summarize information from various recent journals related to nanocellulose, nanocellulose modification, nanocellulose-based hydrogels, and their application as antibacterial. Some journals from primary sources such as the PMC system (PubMed Central), National Library of Medicine (NIH), Science Direct, Elsevier, Nature, ACS Chemical Society, and several other sources. Nanocellulose consists of β -1, 4-glucose and there are three hydroxyls active at the C₂, C₃, and C₆ positions of the pyranose attachment. Nanocellulose can respond by the reaction of oxidation, esterification, or etherification, by adding a new functional group. Nanocellulose can become nanocellulose nanocrystals (CNC), cellulose nanofibers (NFC), and nanocellulose bacteria (BNC). Nanocellulose formulated in the form of hydrogels and combined with antibiotics will increase the effectiveness in reducing the risk of infection that is resistant to antibiotics.

Introduction

Infection is a process of entry and reproduction of microorganisms such as bacteria, fungi, viruses, and even parasites that cause tissue injury [1]. The mortality rate for children under five years in Indonesia caused by infectious diseases reaches 1-20% every year [2]. Bacterial infections can attack various organ and respiratory systems. Some of the bacteria that commonly caused human infections are *Streptococcus pneumoniae*, Group A *Streptococci*, and *Haemophilus influenzae* type B [3]. Skin infections (7-10%) are caused by *Staphylococcus aureus* [4], gastrointestinal infections (5%) are frequently caused by *Shigella*, *Escherichia coli*, *Campylobacter* [5]. Urinary tract infections (0.7–0.9%) are often caused by *Escherichia coli*, *Klebsiella pneumonia*, *Proteus mirabilis* [6].

When the body is injured, microorganisms will enter into the body, marked by damage to the tissue around the lesion and causing

abscesses in the form of pus, infection, necrosis of the wound tissue, then resulting in the clotting of fibrin around the lesion and lymph vessels, and forming a wall that limits the necrosis process. . Several types of bacteria that generally play a role in wound infection are *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermis*, and *Pseudomonas aeruginosa* [6–8].

Staphylococcus aureus is the bacteria that most often cause infections in humans, classified as gram-positive bacteria, often in the body of healthy people on the skin and mucosa, 20-75% are found in the upper respiratory tract, face, hands, hair, and genitals [9]. *Staphylococcus aureus* and *staphylococcus epidermis* generally cause various infections such as acne, ulcers, impetigo, and wound infections characterized by abscesses with pus [9,10]. Methicillin-Resistant *Staphylococcus aureus* (MRSA) is a type of pathogenic bacteria that often attacks

postoperative patients with a high risk of causing death [11]. MRSA is a type of pathogenic *Staphylococcus aureus* that causes infection and has developed resistance to various antibiotics [12].

Due to the high case number of infections caused by bacteria hence, antibacterial (antibiotics) are needed to treat the infection. The discovering of antibiotics has continued to develop since the discovery of penicillin in 1928 [8]. The efforts to developments to find antibacterial compounds continue to develop along with the evolution experienced by bacteria so that they are resistant to several antibiotic compounds [13]. Commonly the are used synthetic antibacterial compounds are salicylates (SAL), chlorhexidine (CHX), isothiazolinone (ITZ), Octenidine (OCT), Quaternary Ammonium (QA) and thiosemicarbazone (TSC) [14].

The research regarding efficient and safe antibacterial compounds and formulations is developing an alternative to the risk of antibiotic resistance and regulate the toxicity of antibacterial drugs [15]. There are growing challenges due to antibiotic resistance researchers have studied various innovative antibacterial ingredients, including using several metal ion complexes and natural compound extracts as antibacterial agents [16]. However, these compounds kill not only pathogenic microbes but also normal cells in the human body. Somehow, that the application of the use of these materials is limited [17].

The hydrogel is an antibacterial formulation that develops using materials from natural or synthetic polymers [17,18]. The hydrogel was developed as an antibacterial transport medium used in infectious wounds with the characteristics of being transparent, soft, flexible, and non-irritating [19]. The hydrogel can be developed from polymer chitosan, cellulose, and some plant extracts [19,20]. Based on the hydrogel matrix classification and antibacterial agents, hydrogels are divided into three types: (1) Hydrogels containing metal /inorganic nanoparticles (2) Hydrogels with an

antibacterial substances (3) Hydrogels with inherent antibacterial abilities. Based on the description above, in this review article, we will explain some of the latest references on how to synthesize hydrogels, the characteristics of hydrogel preparations, the hydrogel antibacterial mechanism, and cellulose modification based hydrogels as an innovative antibacterial compound.

Infection-Causing Bacteria

Infection-causing bacteria have a profound effect on public health [1–3]. The bacterial is easier infection than viruses because bacteria are fast-growing and resistant to an antimicrobial. Thus, it requires continuous development and searches to produce new antimicrobial products [4–7,9].

Bacteria have an outer layer in the form of a cell wall composed of peptidoglycan. Antibacterial can interfere with the formation of the cell wall by blocking the work of enzymes, the cell wall is not formed or damaged and causes bacterial cells to lysis and die, due to the cell wall functions as a regulator of the exchange of substances from outside and into cells, and gives cell shape [21]. *S. Aureus*, *p. aeruginosa*, and *E. paecalis* are common bacteria, complicating wounds, and from independent studies of clinical records relating to wounds, it was found that the survey wounds were colonized by pathogenic bacteria (Figure 1A). *S. aureus* is the most common bacteria found in wounds, slowing the wound healing process by -75%, making it very risky to infect wounds. Also, *P. aeruginosa* and *E. coli* with a percentage of -17% and -11% infected wounds (Table 1). *Staphylococcus aureus* usually carried by people on their skin or mucous membranes then causes skin and soft tissue infections, but also spreads easily throughout the body via the bloodstream and can cause infection of the lungs, stomach, heart valves, and almost anywhere else. The disease can be caused by damage to body cells by organisms or the body's immune response to infection [6].

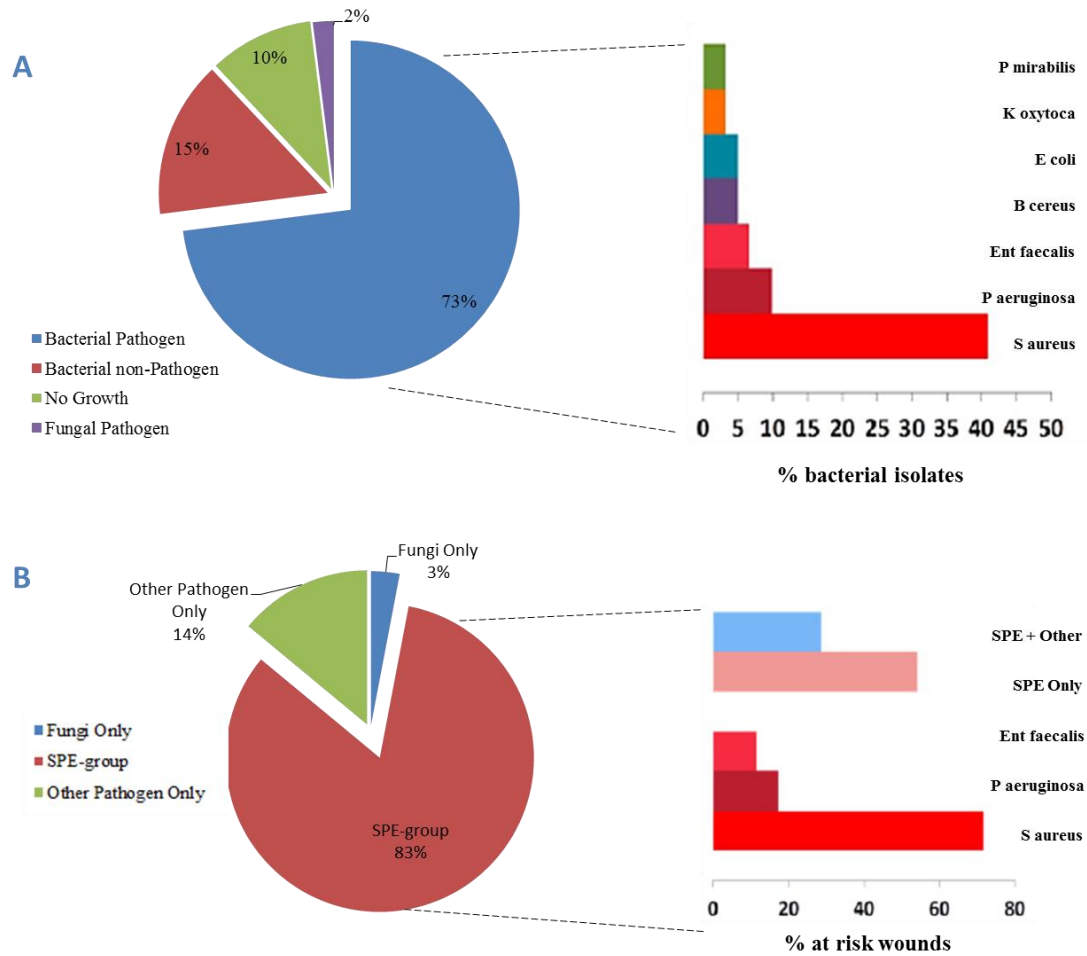


Figure 1. Data on the proportion of wounds colonized by pathogenic microbes and cases due to specific pathogens. (A) The proportion of burns colonized by pathogenic bacteria or fungi at risk of causing infection. (B) The proportion of wounds at risk of being colonized by the dominant SPE class pathogens, consisting of *S. aureus*, *P. aeruginosa*, and *E. faecalis* [4].

Table 1. List of bacteria studied in the development of wound biofilm models

Species	Microbial Strains	Virulence Activity	References
<i>E. coli</i>	DH5 α	Control	[12,22]
<i>S. aureus</i>	MSSA475, RN4282, USA300, Agr+, Agr	Pathogenic (except Agr-)	[12,23,24]
<i>P. aeruginosa</i>	PAO1	Pathogenic.	[12,22,24]
<i>E. faecalis</i>	E43, E57, E68	Pathogenic.	[5,6]
<i>N. meningitidis</i>	-	Infectious	[25,26]

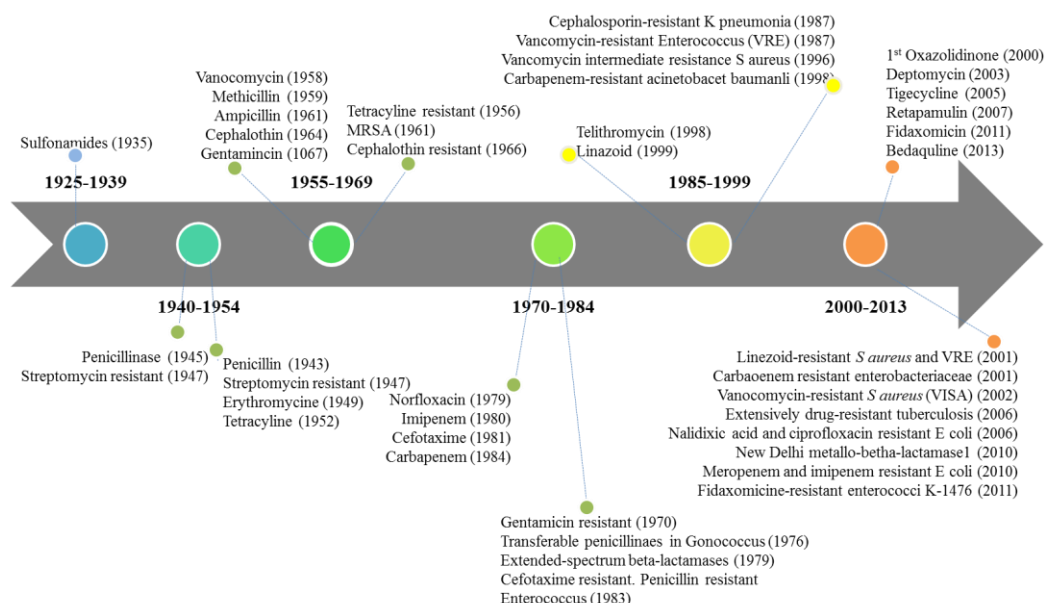


Figure 2. The history timeline of the antibacterial development and the microorganism acquisition of resistance [27]

Bacteria can infect humans through certain organs. *Neisseria meningitidis* commonly infect the meninges by covering of the central nervous system, causing meningitis, and can also infect the lungs, causing pneumonia. Moreover, bacterial infection causes systemic inflammatory response syndrome (SIRS), is an inflammatory response to infection, by the release of large amounts of cytokines, cytokine storms, and there are signs of infection and early signs of hemodynamic instability (Daron and Gorbach, 2008).

Antibacterial Compound

The evolution of bacteria leads to efforts to develop technology and knowledge to find antibacterial compounds that can work optimally [28]. Generally the antibacterial mechanism work by damaging cell walls, changing membrane permeability, interfering of protein and nucleic acid synthesis, and inhibiting enzyme action [25,26,28]. The discovery of antibiotics has continued to develop since 1928, the discovered penicillin and has been widely used as an antibacteria [8]. The efforts to discover an antibacterial compound continue to develop along with the bacteria, resistant to several antibiotic compounds [13]. In inhibition of bacterial cell protein synthesis, generally antibacterial, will cause misread the code in mRNA by tRNA

(translation and transcription barrier of genetic material) such as aminoglycosides, also inhibit following the same inhibition pathway. Generally, antibacterial compounds will bind to one of the components that play a role in the synthesis stage [29]. The clinical use of synthetic antibacterials has disadvantages such as high toxicity, high cost, and their use often leads to the emergence of resistance. *Staphylococcus epidermidis* bacteria have been resistant to penicillin and methicillin antibiotics [30]. Recently, efforts and development for alternative antibacterials, by utilizing natural ingredients (secondary metabolites) as traditional medicines (ethnobotany) instead of synthetic antibiotics [31].

The antibacterial mechanism is influenced by the content of secondary metabolite compounds as active compounds. Tannin compounds, as antibacterial can able to inhibit bacterial cell synthesis by topoisomerase inhibition [32]. Moreover, tannins has cell wall polypeptides target, and the formation of the cell walls does not complete, then causes bacterial cells to become lysed due to osmotic or physical pressure so that the bacterial cells will die [33]. The mechanism of antibacterial activity of flavonoids by inhibiting nucleic acid synthesis, cell membrane permeability function, and energy metabolism inhibition [34].

Flavonoids inhibit nucleic acid synthesis, which is A and B rings play an important role in the hydrogen bonding process by inhibiting the formation of DNA and RNA. Flavonoids also cause to damage the permeability of bacterial cell walls, microsomes, and liposomes [34]. Flavonoids can form a complex compound from extracellular and dissolved proteins counterparts, the cell membrane will be damaged, and intracellular compounds will come out [34,35]. Meanwhile, its can inhibiting energy metabolism, bacteria unable to use oxygen uptake, then preventing the energy formation in the cytoplasmic membrane, inhibiting the bacteria motility, which plays a role in antimicrobial activity and extracellular proteins [36]. Alkaloid compounds have an inhibitory mechanism by damaging the peptidoglycan constituent components in bacterial cells that the cell wall layer is not fully formed and causes cell death [34,37].

Saponin antibacterial activity can reduce the cell walls' surface tension and increase surface permeability, cell leakage, and intracellular compounds being released [35]. The terpenoid mechanism is through the process of breaking down the membrane by lipophilic components so that it damages the bacterial cell membrane [21,38]. The antibacterial mechanism of phenol compounds in killing microorganisms is by denaturing cell proteins, the hydrogen bonds formed between phenols and proteins causing the protein structure to be damaged and affecting the permeability of the cell wall and cytoplasmic membrane, which is disturbed which can cause unbalanced macromolecules and cell ions, and finally the cells become lysis.

A semicrystalline polysaccharide of nanocellulose-based antibacterial cellulose exists in nature in the fibers form, ranging from

0.5 to 0.8 mm [39]. Cellulose composes β -D-glucopyranose, which is connected by 1-4- β -glycosidic bonds. The compound chains come together and form basic fibrils consisting of crystalline and amorphous domains. The structure of cellulose allows it to break down into nanocellulose, which are produced using mechanical-based methods, by bacteria into crystal nanocellulose (CNC), bacterial nanocellulose (BNC), and cellulose nanofibers (CNF) [40]. Previous studies have found that nanocellulose utilizing has several advantages for cellular culture, medicinal excipients, drug candidate administration; cellulose immobilization, and either enzymes and proteins recognition. Moreover, it also the macroscopic biomaterial level (Blood vessels, soft tissue substitutes, skin, bone tissue repair agents, and antimicrobial agents).

The functional modification of nanocellulose has high potential biomedical applications of nanocellulose modified [13,41]. Furthermore, nanocellulose is used as drug delivery by adding to the content of antibiotic compounds. These antibiotic compounds are used to strengthen the antimicrobial activity of cellulosic materials such as polymyxin B, ampicillin, tetracycline-HCl, gentamycin, ceftriaxone, and chloromycetin. Nanocellulose formulated in the form of a hydrogel and combined with antibiotics will increase the effectiveness in reducing the risk of infection that is resistant to antibiotics. In addition to nanocellulose, several polymer compounds that are widely used are chitosan, an antimicrobial polymer that shows good antibacterial activity in either *Bacillus cereus* and *Salmonella typhimurium*. The presence of chitosan biofilm of the nano-fiber chitosan (NFC) showed an antibacterial activity against *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*.

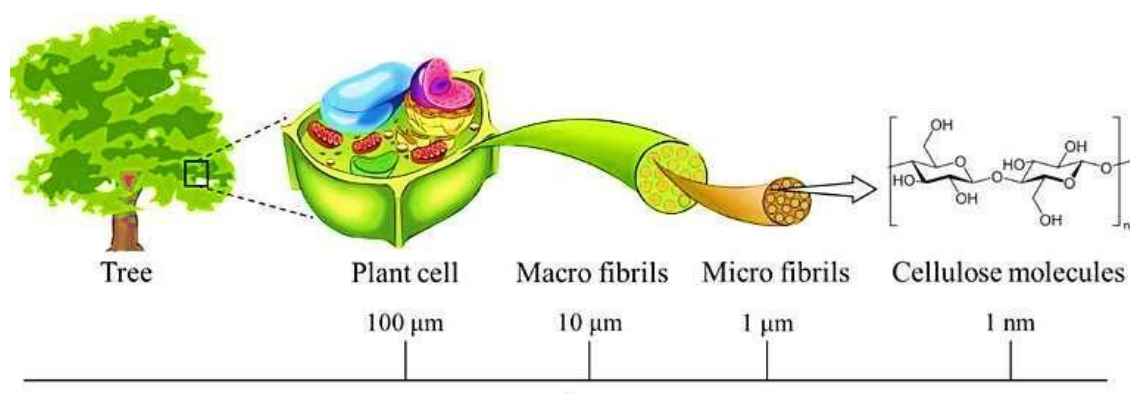


Figure 3. Cellulose found in plants or trees has a hierarchical structure from the meter to the nanometer scale [26].

The development of nanocellulose-based antimicrobials has attracted a lot of attention because of their unique characteristics and potential for widespread use. The nanocellulose was used for wound healing, drug delivery, and other advanced materials. Nanocellulose-based antimicrobial agents are an abundantly source, biodegradable, and much more easily be prepared. The method in modifying nanocellulose as an antibacterial material is carried out [1,6,9] by modifying the surface of the nanocellulose. Nanocellulose consists of β -1,4-glucose with three hydroxyl active group at the C_2 , C_3 , and C_6 positions of the co-pyranose glu-ring. Nanocellulose can modify through oxidation, esterification, or etherification reaction, which will introduce new functional groups. Functional groups contain antimicrobial properties include the quaternary aldehyde and ammonium groups, that shows good antibacterial activity and biocompatibility. Besides, in combination with nanomaterials, inorganic nanoparticles are also widely used based on nanocellulose as an antimicrobial material, such as precious metal nanoparticles and metal oxide nanoparticles. The minimal inhibitory concentration (MIC) of

nanocellulose-based materials containing inorganic nanoparticles is much lower than that of single metal or metal oxide nanoparticles, which are beneficial to humans, environment, and health [24–26].

Modification of Nanocellulose

There are various bio-nano composites, which are produced based on CNC as nanofillers and natural polymer matrices, protein, gluten, chitosan, gelatin, cyclodextrins, maltodextrins, starch, alginate, natural rubber, xanthine, and cellulose derivatives CMC (carboxymethyl cellulose), hydroxypropyl cellulose, regenerated cellulose, and cellulose diacetate). Modifications have been to optimize nanocellulose, such as surface modification. The modifications of nanocellulose can be carried out by oxidation of hydroxyl using TEMPO-oxidation or ammonium persulfate [41]. Modification of nanocellulose to 2,3-dialdehyde NFC (DANFC) using periodate sodium and DANFC has antibacterial activity against both of multidrug-resistant (MDR) of *S. aureus* and *S. aureus* increases in proportion to the increase in aldehyde content [26].

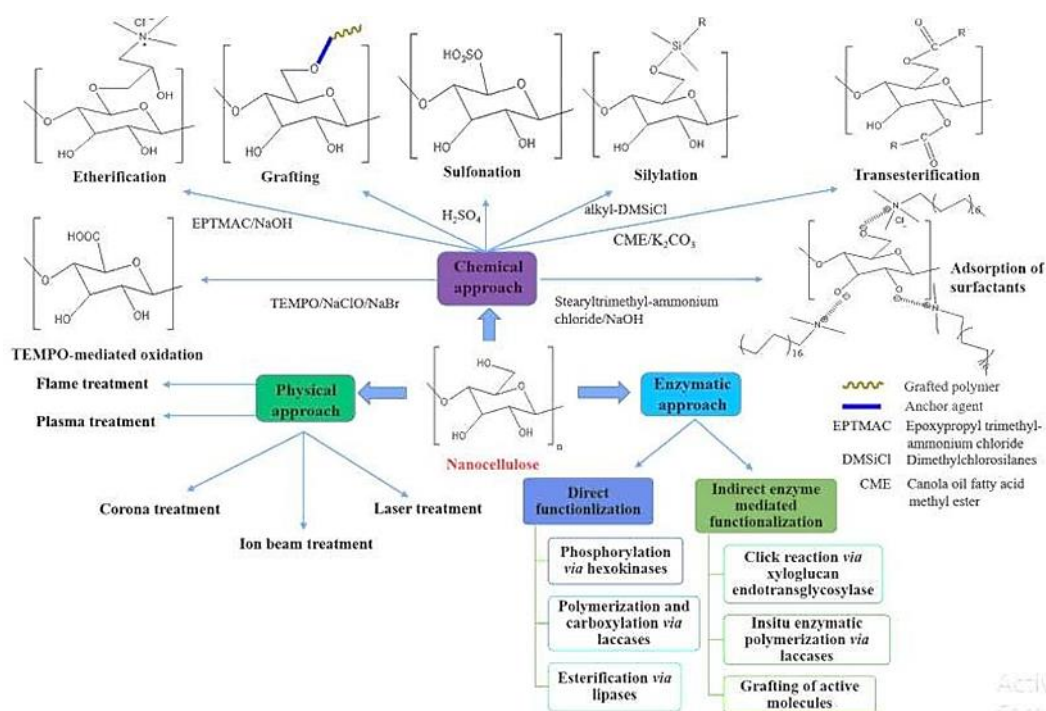


Figure 4. Schematic representation of the nanocellulose surface modification route [26].

Recently, nanocellulose-based antibacterial has been developed by grafting quaternary ammonium compounds. Which are the most widely used antimicrobial agents due to their antibacterial properties, such as low toxicity, and environmental compatibility. The cationic phosphorous on the NCC surface was modified via the Cu(I)-catalyzed Huisgen-Meldal-Sharpless reaction, capable to inactivated *S. aureus*, and *Mycobacterium smegmatis*, although with little activity against *E. coli*.

Hydrogel as an Antimicrobial Agent

The hydrogel is a polymer with 3-dimensional network can absorb and bind water molecules with very high ability in a relatively short time and can maintain a swelling state at a certain pressure [24,42], due to the hydrogel has hydrophilic groups, able to absorb fluids and retain a number of fluids, and release them under certain conditions. Moreover, the hydrogel absorb a large amounts of water molecules and has a good biocompatibility, so the hydrogel can be used as a wound covering, release system medicine, cosmetics, medicinal shell, and agriculture. Instead of natural hydrogels, it also can produced by synthetic polymers, polyvinyl pyrrolidone, from polyacrylic acid, as well as natural polymers such as chitosan, cellulose,

carrageenan, and alginate [19]. The hydrogel then applied as a drug delivery, the hydrogel network can control the release system for small molecule encapsulates so that it can be used as an antimicrobial agent, antibiotics, metal compounds, and other organic compounds [43]. The hydrogel that has been developed is a hydrogel with a polymer base, without the addition of drugs, the hydrogel is developed with the addition of banana sap to accelerate the wound healing process. The PEO-PEGDMA hydrogel film with the addition of banana sap was proven to be able to increase the acceleration of the speed of wound healing with the optimal percentage of wound healing occurring at a 15% concentration of PEO-PEGDMA-Banana Gum which can be inserted into the hydrogel tissue which acts as a matrix [20,44].

The hydrogel can be used as a wound cover made from PVA chitosan and starch, with the addition of smoke. Coconut shell liquid and vitamin K [19] which can heal irritated wounds in test animals can heal on day 10. Somehow, it also can incorporate Ag NPs into hydrogel matrix by semi-interpenetrating polymer fingers [16]. Ag-hydrogel nanocomposite has been used as wound healing, wound dressings, for biomedical applications, and water purification. Chitin-Chitosan have antibacterial

activity and metal-binding shifts. The hydrogels can be made by utilizing antibacterial compounds from natural ingredients as active compounds, such as banana sap, seaweed, and betel leaf. The content of banana sap which functions as an antibiotic, pain reliever, and can stimulate skin cell growth, is used as a basic ingredient in the manufacture of hydrogels as antibacterial agents. The application of hydrogel can inhibit wound infection so that it can be categorized as antibacterial [45]. The content of secondary metabolites of Tapak Kuda leaves such as flavonoids, steroids, alkaloids, saponins, terpenoids, tannins, and anthraquinones have been formulated antibacterial gel [46]. *Tagetes erecta* leaves contain flavonoid and phenolic as bioactive compounds, that have antibacterial activity [13,19,21,24–26,28–33,35–41,43–47]. In addition, it is also known that the Ceremai plant (*Phyllanthus acidus* (L.) is useful as an antibacterial which plays a role in preventing

infection [46]. Moreover, plant seeds contain phytochemical compounds, flavonoids as antibacterial, the ethyl acetate extract of Ceremai leaves has an effective antibacterial activity using a concentration of 8% [23].

Hydrogel production produced by the process of Freezing Thawing, and gamma-ray irradiation [13,25]. The hydrogel is formed by macromolecular cross-linking to produce specific 3-dimensional structures with precise chemical and mechanical properties. Previous studies reported that hydrogels obtain by cross-linking of Pegagan leaves extract with N,N-methylene bis-acrylamide [38]. In addition, hydrogels can also take advantage of rice straw which contains sufficient cellulose for the manufacture of hydrogels. Hydrogels are synthesized using tea plants, by utilizing cellulose content which is carried out using the cross-linking method with a mixture of aluminum sulfate [21,37,38].

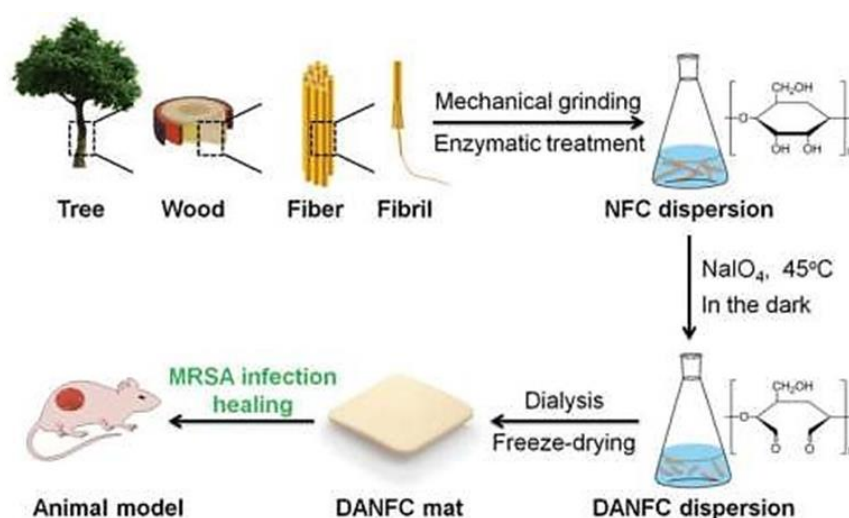


Figure 5. Schematic of the DANFC experimental process and the effect of wound cover on the Mouse Model [48]

The hydrogel synthesis method is the hydrothermal method, using Na-CMC Self-Cross-linking reaction on an unstable active hydroxyl group on NaCMC, the addition of chitosan can reduce the occurrence of Self-Crosslinking so that it can strengthen the hydrogel [49]. The manufacture of hydrogel based on natural polymers, pectin, and gelatin. These two materials, combined using the cross-linking by adding citric acid as a cross-linking agent and affects the hydrogel properties of the hydrogel material. The hydrogel made in the

form of a film will produce the highest thickness, Swelling Ratio, and degree of substitution at a concentration of 10% citric acid. While the highest gel fraction was produced by hydrogel with 20% of citric acid.

Hydrogel characterization

Characterization of the physical and chemical properties of the hydrogel was carried out to determine the raw material standards to suit the needs [25]. Viscosity characterization to determine the level of solution viscosity, gel strength, water content, ash content to

determine mineral content and determine the ash content that is insoluble in acid, measure the gel fraction, swelling ratio, water vapor transmission speed, and mechanical properties, determine the chemical structure and the morphology can use FTIR and SEM, to prove the acceleration of wound healing speed was analyzed using in vivo test [1,5,7]. SEM test to analyze the surface, shape, texture, and size of the membrane from the hydrogel as a cover for burns, the presence of a pore on the hydrogel shows that the membrane covering the hydrogel wound contains the active compound [19].

The swelling ratio is the main parameter of the hydrogel to determine hydrogel weight in the water-absorbing state [20]. Preparation of hydrogels with a combination of Galactomannan polymer from guar gum and PVA. PVA has a structure that can interact with hydrogen bonds, so that it can bind insoluble compounds and make them easily soluble and hydroscopic so that they can absorb water, form a good gel, and have high adhesion [50]. For example, the Hydrogel formula for Wound Dressings Using a Combination of Galactomannan and PVP Polymers [42].

The results of the physical characteristics of the preparations were the diameter, thickness, and folding power of the preparations. Based on table 4, the hydrogel thickness test shows that formula three is following the specifications, 0.4-0.7 mm, but formulas 1, 2, 4, and 5 have very low thickness [42].

Hydrogel contains Antibiotics

The hydrogel is able to selectively kill bacteria, so it can be used as an effective anti-infection in the right dose [44]. The addition of other compounds to the hydrogel matrix aims to build hydrogel composites that can act as antimicrobials, for example, the addition of trisodium phosphate, acidified sodium chloride which is incorporated into starch as an antimicrobial [51].



Figure 6. Hydrogel formula for galactomannan polymer wound dressings [42]

Furthermore, several modifications were made to increase the hydrogel antibacterial activity by adding antibiotic or metal compounds. AgNP-modified Nanocomposite of Hydrogel has good antibacterial activity against both gram positive and negative bacteria. The modification uses the biopolymer sodium alginate as the main component [52]. In addition to modifications using metal elements, several modifications have also been made to the surface of the nanocellulose. Cellulose nanocrystals (CNCs) of surface modified bears with various functional groups such as SO_4 , esters after sulfuric acid isolation, OH after enzymatic or hydrochloric acid treatment, and COOH after oxidative isolation in the presence of 2,2,6,6-tetramethyl- piperidiny-1 -oxyl (TEMPO) radicals [53].

Hydrogel as an antimicrobial can quickly prevent infection, make wounds heal faster [54], smooth, easy to use, able to keep skin moist, have an attractive appearance, do not irritate the skin, and last longer in wound tissue [55]. In addition, the hydrogel functions to keep the wound environment moist softens, and destroys the necrotic tissue without damaging healthy tissue, which is then absorbed into the gel structure and removed with the dressing (natural autolytic debridement) [56].

The use of hydrogel as an antibacterial material needs to be continuously developed so that the remaining matrix that remains after the drug is released can be removed [43]. Chitosan-based hydrogel with honey and gelatin has weaknesses in water absorption and modulus young so that it is not good for dressing wounds for a long time, high chitosan viscosity and poor honey dilution can cause losses in the compatibility of hydrogel components [57,58].

Acknowledgments

Thank you to the Director General of Belmawa, Kemendikbud DIKTI for the 2019 PKM research grant.

Conclusion

Our finding in this article review that infection can occur, one of which is caused by the presence of bacteria and viruses. The discovery and development of antibacterial compounds have been carried out with various innovations such as being developed in the form of a hydrogel. Nanocellulose is one of the ingredients that can be used as an antibacterial hydrogel either directly with nanocellulose or modified with other materials. Nanocellulose can be modified into nanocrystal nanocellulose (CNC), cellulose nanofibers (NFC), and bacterial nanocellulose (BNC). Nanocellulose is formulated in the form of a hydrogel and combined with antibiotics will increase its effectiveness in reducing the risk of infection that is resistant to antibiotics.

References

1. Kumakauw, V.V.; Simbala, H.E.I.; Mansauda, K.L.R.; Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Daun Sesewanua (*Clerodendron Squamatum* Vahl.) terhadap Bakteri *Staphylococcus aureus* *Escherichia coli* dan *Salmonella typhi*. *Jurnal MIPA*, **2020**, *9*(2), pp.86-90.
2. Ki, V.; Rotstein, C. Bacterial Skin and Soft Tissue Infections in Adults: A Review of Their Epidemiology, Pathogenesis, Diagnosis, Treatment and Site of Care. *Can J Infect Dis Med Microbiol* **2008**, *19*, 173–184.
3. Kronman, M.P.; Zhou, C.; Mangione-Smith, R. Bacterial Prevalence and Antimicrobial Prescribing Trends for Acute Respiratory Tract Infections. *Pediatrics* **2014**, *134*, e956-965, doi:10.1542/peds.2014-0605.
4. Marshall, S.E.; Hong, S.-H.; Thet, N.T.; Jenkins, A.T.A. Effect of Lipid and Fatty Acid Composition of Phospholipid Vesicles on Long-Term Stability and Their Response to *Staphylococcus Aureus* and *Pseudomonas Aeruginosa* Supernatants. *Langmuir* **2013**, *29*, 6989–6995, doi:10.1021/la401679u.
5. Flores-Mireles, A.L.; Walker, J.N.; Caparon, M.; Hultgren, S.J. Urinary Tract Infections: Epidemiology, Mechanisms of Infection and Treatment Options. *Nat Rev Microbiol* **2015**, *13*, 269–284, doi:10.1038/nrmicro3432.
6. Ningsih, A.P.; Agustien, A., Uji aktivitas antibakteri ekstrak kental tanaman pisang kepok kuning (*Musa paradisiaca* Linn.) terhadap *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. *Jurnal Biologi UNAND*, **2013**, *2*(3).
7. Razak, A.; Djamal, A.; Revilla, G. Uji Daya Hambat Air Perasan Buah Jeruk Nipis (*Citrus Aurantifolia* s.) Terhadap Pertumbuhan Bakteri *Staphylococcus Aureus* Secara In Vitro. *Jurnal Kesehatan Andalas* **2013**, *2*, 05–08.
8. Tan, S.; Tatsumura, Y. Alexander Fleming (1881–1955): Discoverer of Penicillin. *smedj* **2015**, *56*, 366–367, doi:10.11622/smedj.2015105.
9. Turnip, N.U.M.B.; Nurdianti; Dwicahya, C.A. Uji Efektivitas Antibakteri Sediaan Salep dari Ekstrak Daun Kersen (*Muntingia Calabura* L.) Terhadap bakteri *Staphylococcus Aureus*. *JURNAL FARMASIMED (JFM)* **2020**, *2*, 85–90, doi:10.35451/jfm.v2i2.373.
10. Dewi, I.P.; Orde, I.M.; Verawaty, V. EFEKTIVITAS GEL EKSTRAK ETANOL BAWANG PUTIH (*Allium Sativum* L.) TERHADAP BAKTERI *Staphylococcus Aureus*. *Jurnal Riset Kefarmasian Indonesia* **2020**, *2*, 105–112, doi:10.33759/jrki.v2i2.84.
11. Nursidika, P.; Saptarini, O.; Rafiqua, N. Aktivitas Antimikrob Fraksi Ekstrak Etanol Buah Pinang (*Areca Catechu* L) Pada Bakteri *Methicillin* Resistant *Staphylococcus Aureus*. *Majalah Kedokteran Bandung* **2014**, *46*, 94–99.
12. Erikawati, D.; Santosaningsih, D.; Santoso, S. Tingginya Prevalensi MRSA pada Isolat Klinik Periode 2010- 2014 di RSUD Dr. Saiful Anwar Malang, Indonesia. *Jurnal Kedokteran Brawijaya* **2016**, *29*, 149–156, doi:10.21776/ub.jkb.2016.029.02.9.
13. Yuliani, R.; Prasetyo, M.N.; Liberitera, S. Aktivitas Antibakteri Beberapa Ekstrak Tanaman Terhadap *Escherichia Coli* Resisten Antibiotik. *Proceeding of The URECOL* **2019**, 80–87.
14. *Handbook of Nanomaterials Properties*;

- Bhushan, B., Luo, D., Schrick, S.R., Sigmund, W., Zauscher, S., Eds.; Springer Berlin Heidelberg: Berlin, Heidelberg, 2014; ISBN 978-3-642-31106-2.
15. Sekarini, A.A.A.D.; Krissanti, I.; Syamsunarno, M.R.A.A. Efektivitas Antibakteri Senyawa Kurkumin Terhadap Foodborne Bacteria: Tinjauan Curcuma Longa Untuk Mengatasi Resistensi Antibiotik. *Jurnal Sains dan Kesehatan* **2020**, *2*, 538–547.
16. Liu, L.; Feng, X.; Pei, Y.; Wang, J.; Ding, J.; Chen, L. α -Cyclodextrin Concentration-Controlled Thermo-Sensitive Supramolecular Hydrogels. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl* **2018**, *82*, 25–28, doi:10.1016/j.msec.2017.08.045.
17. Wei, L.; Chen, J.; Zhao, S.; Ding, J.; Chen, X. Thermo-Sensitive Polypeptide Hydrogel for Locally Sequential Delivery of Two-Pronged Antitumor Drugs. *Acta Biomater* **2017**, *58*, 44–53, doi:10.1016/j.actbio.2017.05.053.
18. Kamoun, E.A.; Kenawy, E.-R.S.; Chen, X. A Review on Polymeric Hydrogel Membranes for Wound Dressing Applications: PVA-Based Hydrogel Dressings. *J Adv Res* **2017**, *8*, 217–233, doi:10.1016/j.jare.2017.01.005.
19. Saputra, A.A.S.; Dewi, T.; Ramadhani, E.K.; Ibrahim, N.; Wibisono, G. Penutup luka hydrogel berbasis polivinil alkohol (PVA), kitosan, pati dengan penambahan asap cair dan vitamin k. *Wound Dressing of Hydrogel Based on Polyvinyl-Alcohol (PVA)/Chitosan/Starch Combined Liquid Smoke and Vitamin K* **2020**.
20. Sunardi, S. Hidrogel berbasis selulosa purun tikus (*Eleocharis dulcis*) terangkak akrilamida dengan proses pretreatment menggunakan larutan urea/sodium hidroksida. *Prosiding Seminar Nasional Lingkungan Lahan Basah* **2018**, *3*.
21. Zengin, H.; Baysal, A.H. Antibacterial and Antioxidant Activity of Essential Oil Terpenes against Pathogenic and Spoilage-Forming Bacteria and Cell Structure-Activity Relationships Evaluated by SEM Microscopy. *Molecules* **2014**, *19*, 17773–17798, doi:10.3390/molecules191117773.
22. Fletcher, S.M.; McLaws, M.-L.; Ellis, J.T. Prevalence of Gastrointestinal Pathogens in Developed and Developing Countries: Systematic Review and Meta-Analysis. *J Public Health Res* **2013**, *2*, 42–53, doi:10.4081/jphr.2013.e9.
23. Dewi, L.A.P. Pembuatan Gel Ekstrak Daun Pepaya Dengan Variasi Penambahan Hydroxypropyl Methyl Cellulose. Politeknik Negeri Sriwijaya, 2016.
24. Edy, H.J. Formulasi dan Uji Sterilitas Hidrogel Herbal Ekstrak Etanol Daun Tagetes Erecta L. *PHARMACON* **2016**, *5*, doi:10.35799/pha.5.2016.12163.
25. Fransiska, D.; Reynaldi, A. Karakteristik Hidrogel Dari Iota Karaginan Dan PVA (Poly-Vinyl Alcohol) Dengan Metode Freezing-Thawing Cycle. *Jambura Fish Processing Journal* **2020**, *1*, 24–34, doi:10.37905/jfpj.v1i1.4503.
26. Trache, D.; Tarchoun, A.F.; Derradji, M.; Hamidon, T.S.; Masruchin, N.; Brosse, N.; Hussin, M.H. Nanocellulose: From Fundamentals to Advanced Applications. *Front. Chem.* **2020**, *8*, doi:10.3389/fchem.2020.00392.
27. Li, J.; Cha, R.; Mou, K.; Zhao, X.; Long, K.; Luo, H.; Zhou, F.; Jiang, X. Nanocellulose-Based Antibacterial Materials. *Adv Healthc Mater* **2018**, *7*, e1800334, doi:10.1002/adhm.201800334.
28. Paju, N.; Yamlean, P.V.; Kojong, N.; Uji efektivitas salep ekstrak daun binahong (*Anredera cordifolia* (Ten.) Steenis) pada kelinci (*Oryctolagus cuniculus*) yang terinfeksi bakteri *Staphylococcus aureus*. *Pharmac. 2013*, *1*;2(1).
29. Riski, D.G.; Maulana, R.G.R.; Permana, E.; Lestari, I.; Tarigan, I.L. Profile Analysis of Fatty Acids of Tengawang (*Shorea Sumatrana*) Oil Using GC-MS and Antibacterial Activity. *Indonesian Journal of Chemical Research* **2020**, *8*, 114–119, doi:10.30598/ijcr.2020.8-dgr.
30. Pradhan, J.; Das, S.; Das, B. Antibacterial Activity of Freshwater Microalgae: A Review. **2014**, *8*, 809–818, doi:10.5897/AJPP2013.0002.
31. Anggraeni, V.J.; Wahyu, T.S.; Kusriani, H.; Kurnia, D. Aktivitas Antibakteri Ekstrak Mikroalga *Thalassiosira* Sp Terhadap Bakteri *Staphylococcus Aureus*,

- Staphylococcus Epidermidis Dan Propionibacterium Acne. *Jurnal Kimia Riset* **2019**, 4, 62–73, doi:10.20473/jkr.v4i1.13314.
32. Ashok*, P.K.; Upadhyaya, K. Tannins Are Astringent. *J Pharmacogn Phytochem* **2012**, 1, 45–50.
 33. Fratiwi, Y. THE POTENTIAL OF GUAVA LEAF (Psidium Guajava L.) FOR DIARRHEA. *Jurnal Majority* **2015**, 4.
 34. Nuralifah, N.; Armadany, F.; Parawansah, P.; Pratiwi, A. Uji Aktivitas Antibakteri Sediaan Krim Anti Jerawat Ekstrak Etanol Terpurifikasi Daun Sirih (Piper Betle L.) Dengan Basis Vanishing Cream Terhadap Propionibacterium Acne. *Pharmauho: Jurnal Farmasi, Sains, dan Kesehatan* **2019**, 4, doi:10.33772/pharmauho.v4i2.6261.
 35. Puspita, W.; Awaliah, P.D. In Vitro Antibacterial Activity Of Lime Fruit Juice (Citrus Aurentifolia) On Staphylococcus Aereus Bacteria. **2020**, 8.
 36. Cushnie, T.; Lamb, A. Antimicrobial Activity of Flavonoids. *International journal of antimicrobial agents* **2005**, 26, 343–56, doi:10.1016/j.ijantimicag.2005.09.002.
 37. Chairani, A.; Harfiani, E. Efektivitas Getah Jarak Sebagai Antiseptik Terhadap Pertumbuhan Staphylococcus Aureus, Escherichia Colidan Candida Sp. Secara In Vitro. *Jurnal Kedokteran Universitas Lampung* **2018**, 2, 84–92, doi:10.23960/jk.
 38. Mahizan, N.A.; Yang, S.-K.; Moo, C.-L.; Song, A.A.-L.; Chong, C.-M.; Chong, C.-W.; Abushelaibi, A.; Lim, S.-H.E.; Lai, K.-S. Terpene Derivatives as a Potential Agent against Antimicrobial Resistance (AMR) Pathogens. *Molecules* **2019**, 24, doi:10.3390/molecules24142631.
 39. Klemm, D.; Kramer, F.; Moritz, S.; Lindström, T.; Ankerfors, M.; Gray, D.; Dorris, A. Nanocelluloses: A New Family of Nature-Based Materials. *Angewandte Chemie (International ed. in English)* **2011**, 50, 5438–66, doi:10.1002/anie.201001273.
 40. Lewandowska-Łańcucka, J.; Karewicz, A.; Wolski, K.; Zapotoczny, S. Surface Functionalization of Nanocellulose-Based Hydrogels. In *Cellulose-Based Superabsorbent Hydrogels*; Mondal, Md.I.H., Ed.; Polymers and Polymeric Composites: A Reference Series; Springer International Publishing: Cham, 2019; pp. 705–733 ISBN 978-3-319-77830-3.
 41. Boufi, S.; González, I.; Delgado-Aguilar, M.; Tarrès, Q.; Pèlach, M.À.; Mutjé, P. Nanofibrillated Cellulose as an Additive in Papermaking Process: A Review. *Carbohydrate Polymers* **2016**, 154, 151–166, doi:10.1016/j.carbpol.2016.07.117.
 42. Rahayuningdyah, D. W., Pengembangan Formula Hidrogel Balutan Luka Menggunakan Kombinasi Polimer Galaktomanan dan PVP. *Pharmaceutical Journal of Indonesia*, **2020** 5, 2, 117–122.
 43. Chauhan, M.; Patel, S.; Patel, S.K. A Concise Review on Sustained Drug Delivery System and Its Opportunities. *undefined* **2012**.
 44. Peng, N.; Zhang, X.; Xu, H.; Liu, Y. Polymeric Hydrogels with Antimicrobial Activity-A Review of Their Progress. *BJSTR* **2019**, 23, 17810–17823, doi:10.26717/BJSTR.2019.23.003973.
 45. Julianto, E.; Sudiarto Julianto E, Sudiarto S. Hidrogel Ekstrak Bonggol Pisang, Rumput Laut Dan Daun Sirih Untuk Luka Bakar. *MNJ (Mahakam Nursing Journal)*. **2018** Nov 17;2(4):151-8.
 46. Saraung, V. Pengaruh Variasi Babis Karbopol Dan HPMC Pada Formulasi Gel Ekstrak Etanol Daun Tapak Kuda (Ipomoea Pes-Caprae (L.) R. BR. dan Uji Aktivitas Antibakteri Terhadap Staphylococcus Aureus. *PHARMACON* **2018**, 7, doi:10.35799/pha.7.2018.20452.
 47. Edy, H.J.; Marchaban, M.; Wahyuono, S.; Nugroho, A.E. Pengujian Aktivitas Antibakteri Hidrogel Ekstrak Etanol Daun Tagetes Erecta L. *Jurnal MIPA* **2019**, 8, 96–98, doi:10.35799/jmuo.8.3.2019.25582.
 48. Mou, K.; Li, J.; Wang, Y.; Cha, R.; Jiang, X. 2,3-Dialdehyde Nanofibrillated Cellulose as a Potential Material for the Treatment of MRSA Infection. *J. Mater. Chem. B* **2017**, 5, 7876–7884, doi:10.1039/C7TB01857F.
 49. Adi, S.H.; Heryani, N. Sintesis dan optimasi hidrogel berbasis sodium carboxymethyl cellulose dan chitosan dengan metode hidrotermal. *j. widyariset* **2020**, 5, 1, doi:10.14203/widyariset.5.1.2019.1-10.
 50. Hamzah, N. Teknik Sintesis Povidon. *Jurnal farmasi UIN Alauddin Makassar* **2018**, 5, 205–224, doi:10.24252/jurfarm.v5i3.4358.

51. Mehyar, G.F.; Liu, Z.; Han, J.H. Dynamics of Antimicrobial Hydrogels in Physiological Saline. *Carbohydrate Polymers* **2008**, *74*, 92–98, doi:10.1016/j.carbpol.2008.01.023.
52. Alexandrescu, L.; Syverud, K.; Gatti, A.; Chinga Carrasco, G. Cytotoxicity Tests of Cellulose Nanofibril-Based Structures. *Cellulose* **2013**, *20*, doi:10.1007/s10570-013-9948-9.
53. Ashadi, R.W. SINTESIS Biodegradable Hydrogel Dari Amorpophallus Oncophyllus. *Jurnal Pertanian* **2017**, *1*, 9–16, doi:10.30997/jp.v1i1.549.
54. Siskaningrum, A. Efektifitas Hidrogel Binahong (Anredera Cordifolia (Ten.) Steenis) Terhadap Luas Luka Pada Tikus Hiperqlikemia (Rattus Norvegicus) Galur Wistar. *Jurnal Keperawatan* **2019**, *17*, doi:10.35874/jkp.v17i1.470.
55. Hasyim, N. K.; Pare, L.; Junaid, I.; Kurniati, A.; "Formulasi dan Uji efektivitas gel luka bakar ekstrak daun cocor bebek (*Kalanchoe pinnata* L.) pada kelinci (*Oryctolagus cuniculus*)." *Majalah Farmasi dan Farmakologi*. **2012** *16*, no. 2 : 89-94.
56. Mustamu, A. C.; Mustamu, H. L.; Hasim, N. H.; Peningkatan Pengetahuan & Skill Dalam Merawat Luka. *Jurnal Pengabdian Masyarakat Sasambo*, **2020**, *1*(2), 103-109.
57. Wang, K.; Nune, K.C.; Misra, R.D.K. The Functional Response of Alginate-Gelatin-Nanocrystalline Cellulose Injectable Hydrogels toward Delivery of Cells and Bioactive Molecules. *Acta Biomaterialia* **2016**, *36*, 143–151, doi:10.1016/j.actbio.2016.03.016.
58. Wang, S.; Sun, J.; Jia, Y.; Yang, L.; Wang, N.; Xianyu, Y.; Chen, W.; Li, X.; Cha, R.; Jiang, X. Nanocrystalline Cellulose-Assisted Generation of Silver Nanoparticles for Nonenzymatic Glucose Detection and Antibacterial Agent. *Biomacromolecules* **2016**, *17*, 2472–2478, doi:10.1021/acs.biomac.6b00642.



© 2021 by the authors. Licensee Fullerene Journal Of Chem. This article is an open access article distributed under the terms and conditions of the Creative Commons Attribution (CC BY) license (<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>).