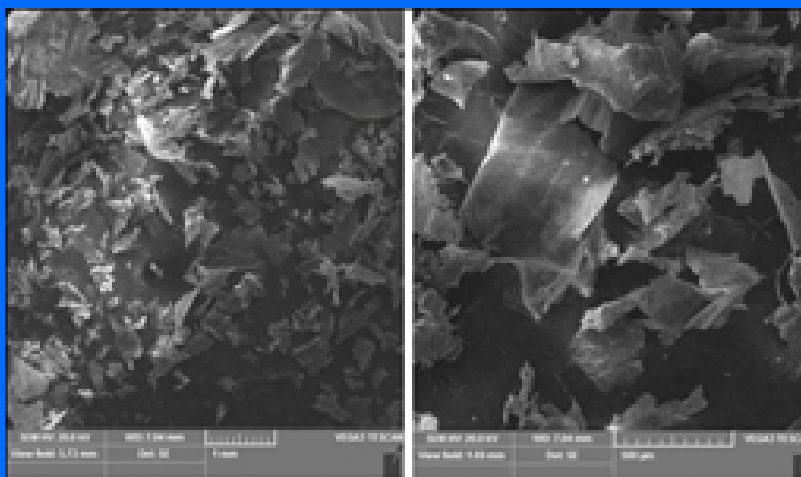


FULLERENE

Journal of Chemistry

Vol. 4, No. 2, Oktober 2019



Editorial Team

Fullerene Journal of Chemistry

Editor-in-chief

Djefry Tani

Editorial Board

Rymond J. Rumampuk, Natural Product Chemistry

Emma J. Pongoh, Natural Product Chemistry

Wilson A. R. Rombang, Natural Product Chemistry

Meytij J Rampe, Physical Chemistry

Sanusi Gugule, Organic Synthesis Chemistry

Advisory Editorial Board

I Made Dira Swantara, Universitas Udayana

Astin Lukum, Universitas Negeri Gorontalo

Muhammad Idham Darussalam Mardjan, Universitas Gadjah Mada

Editors

Dokri Gumolung

Anderson A. Aloanis

Soenandar M. T. Tengker

Publisher:

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Negeri Manado

Address: Kampus UNIMA, Tonsaru, Tondano 95619

e-mail: fullerenejournal@unima.ac.id

homepage: <https://indochembull.com/index.php/fullerene/index>



1. Isolasi dan Ekstraksi Kelompok Senyawa Flavonoid dari Ekstrak Daun Cocor Bebek (*Kalanchoe pinnata*)
Atikah Halimah Putri, Ria Siti Putriyana, Novia Silviani 28-33
2. Identifikasi gula spesifik pada aglutinin dari rumput laut
Jenny Kumajas, Soenandar Millian Tompunu Tengker 34-37
3. Nanocoating Polifenol Sebagai Bahan Pengawet Alami pada Buah-Buahan
Atikah Halimah Putri, Depi Rapika, Shifa Amadea Defiana 38-43
4. Pemisahan dan identifikasi komponen-komponen utama minyak atsiri dari daun cengkeh segar dan kering (*syzygium aromaticum*)
martha tuganyita, Sanusi Gugule, I Dewa Ketut Anom 44-47
5. Penggunaan kombinasi adsorben sebagai media filtrasi dalam menurunkan kadar fosfat dan amonia air limbah laundry
Septiany Christin Palilingan, Meity Pungus, Farly Tumimomor 48-53
6. Penurunan kadar BOD dan COD dalam limbah cair laundry menggunakan kombinasi adsorben alam sebagai media filtrasi
Meity Pungus, Septiany Christin Palilingan, Farly Tumimomor 54-60
7. Karakterisasi material mesopori Ni/MCM-41 dan pengaruh penambahan logam nikel terhadap tingkat keasaman material
Soenandar Milian Tompunu Tengker, Jenny Kumajas 61-65
8. Penghambatan Oksidasi Lipid Minyak Ikan Cakalang (*Katsuwonus pelamis*) Oleh Air Jahe (*Zingiber officinale* var. *rubrum*) Selama Penyimpanan Dingin
Ilevena Rolima Josef, Ardi Kapahang, Dokri Gumolung 66-71
9. Isolasi Senyawa Flavonoid dari Tumbuhan Cocor Bebek Sebagai Sediaan Inhibitor Korosi
Tri Reksa Saputra, Esti Purnamasari, Anderson Arnold Aloanis 72-75
10. Skrining Fitokimia dan Potensi Antilitiasis dari Ekstrak Etanol Daun Nusa Indah Putih (*Mussaenda pubescens*)
Emma Julin Pongoh, Rymond Jusuf Rumampuk, Dian Howan, Veyta Tamunu 76-81
11. Analisis Struktur Kristal Polyetilen Glicol (PEG-4000) Coated Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4)
Alfrie Musa Rampengan, Jeferson Polii 82-85
12. Sintesis dan karakterisasi kitosan dari limbah cangkang udang sebagai stabilizer terhadap Ag nanopartikel
Astuti Amin, Nur Khairi, Eko Allo 86-91
13. Effect Of Traditional Drying Process Againt Proximate Composition Of The Payangkah Fish Nike (*Ophieleotris aporos*) From The Tondano Lake
Sofia Satriani Krisen, Ardi Kapahang 92-95
14. Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Daun Pucuk Idat (*Cratoxlum glaucum*) dengan Metode Iradiasi Microwave
Verry Andre Fabiani, Desti Silvia, Dinda Liyana, Herul Akbar 96-101

Isolasi dan Ekstraksi Kelompok Senyawa Flavonoid dari Ekstrak Daun Cocor Bebek (*Kalanchoe pinnata*)

Atikah Halimah Putri*, Ria Siti Putriyana, Novia Silviani

Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Bandung 40012

INFO ARTIKEL

Diterima 17 Juli 2019
Disetujui 1 Agustus 2019

Key word:

Cocor Bebek (*Kalanchoe pinnata*),
Extraction,
Flavonoids,
Thin layer chromatography

Kata kunci:

Cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*),
Ekstraksi,
Flavonoid,
Kromatografi lapis tipis

ABSTRACT

Cocor bebek contains secondary metabolites which are useful in the field of pharmacology. This experiment aims to isolate flavonoid compounds which are secondary metabolites in cocor bebek. The extraction method uses maceration with methanol solvents, followed by partitions using ethyl acetate solvents. Identification of flavanoid group compounds was analyzed qualitative testing using FTIR and Thin Layer Chromatography (TLC) with the mobile phase of ethyl acetate : n-hexane with a ratio of 8:2, 7:3, 5:5, 3:7, and 2:8. The experimental results obtained from 600 grams of fresh cocor bebek leaves producing 3 gram of flavonoid extract. The qualitative test gave positive results for the TLC method the presence of flavonoids in the leaves of cocor bebek on spot yellow. While the levels of flavonoids in the extract of cocor bebek are obtained 4.20 ppm.

ABSTRAK

Daun Cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*) yang mengandung senyawa metabolit sekunder yang bermanfaat dalam bidang farmakologi. Percobaan ini bertujuan untuk mengisolasi senyawa golongan flavonoid pada tanaman cocor bebek. Metode ekstraksi menggunakan maserasi dengan pelarut metanol yang dilanjutkan dengan partisi menggunakan pelarut etil asetat. Identifikasi senyawa golongan flavanoid dianalisis secara kualitatif menggunakan FTIR dan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dengan fasa gerak etil asetat : n-heksan dengan perbandingan 8:2, 7:3, 5:5, 3:7, dan 2:8. Hasil percobaan diperoleh dalam 600 gram daun cocor bebek segar menghasilkan ekstrak flavonoid 3 gram. Uji kualitatif menggunakan metode KLT memberikan hasil positif adanya senyawa golongan flavonoid dalam daun cocor bebek yang ditandai bercak berwarna kuning kehijauan. Sementara kadar flavonoid di dalam ekstrak cocor bebek diperoleh 4,20 ppm.

*e-mail: atikahhp16@gmail.com

*Telp: 08179294177

Pendahuluan

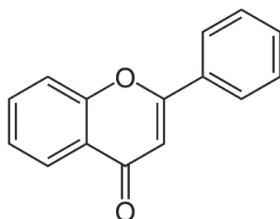
Indonesia merupakan salah satu negara yang terkenal akan keanekaragaman hayati, khususnya tanaman yang dapat digunakan sebagai obat sejak zaman nenek moyang kita. Dari sekitar 30.000 *species* tanaman yang ada di Indonesia, 7.000 *species* merupakan tanaman obat dan 4.500 *species* diantaranya berasal dari pulau Jawa [1]. Di dalam tanaman tersebut terdapat senyawa organik bahan alam sangat penting peranannya dalam bidang farmakologi. Studi bahan alam dalam bidang kimia dapat beraspek luas antara lain suatu penelitian

terhadap struktur dan biosintesis, isolasi dan identifikasi senyawa-senyawa berkhasiat atau berguna. Senyawa bahan alam yang telah banyak dimanfaatkan sebagai obat merupakan senyawa metabolit sekunder. Salah satu senyawa metabolit sekunder yang tersebar merata dalam dunia tumbuh-tumbuhan dan ditemukan pada hampir semua bagian tumbuhan termasuk daun, akar, kayu, kulit, tepung sari, nectar, bunga, buah dan biji adalah senyawa Flavonoid.

Tanaman cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*) merupakan tanaman yang mudah

untuk dibudidayakan di Indonesia. Tanaman cocor bebek tidak hanya digunakan sebagai tanaman hias, tetapi juga dapat digunakan sebagai tanaman obat. Kandungan kimia dalam daun cocor bebek antara lain senyawa steroid, alkaloid, flavonoid, saponin, dan tanin [2]. Dalam percobaan ini bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa bahan alam golongan flavonoid yang terdapat di dalam daun cocor bebek. Untuk mendapatkan senyawa metabolit sekunder flavonoid dari cocor bebek maka dilakukan proses isolasi sehingga dihasilkan senyawa tunggal (murni).

Flavanoid mempunyai kerangka dasar karbon yang terdiri dari 15 atom karbon, dimana dua cincin benzena (C₆) terikat pada suatu rantai propana (C₃) sehingga membentuk suatu susunan C₆-C₃-C₆. Senyawa flavanoid merupakan suatu kelompok senyawa fenol yang terbesar yang ditemukan di alam. Senyawa-senyawa ini merupakan zat warna merah, ungu, dan biru serta sebagai zat warna kuning yang ditemukan dalam tumbuh-tumbuhan. Menurut Koosha (2016) flavonoid terdiri dari subkelas utama yaitu flavonol, flavon, flavanon, flavan-3-ol, flavanol [3].



Gambar 1. Struktur Dasar Flavonoid

Isolasi flavonoid akan difokuskan pada ekstrak metanol. Proses ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi. Senyawa flavonoid pada umumnya mudah larut dalam air, terutama bentuk glikosidanya. Senyawa tersebut dapat diekstrak menggunakan pelarut air. Senyawa yang sedikit larut dalam air bersifat semi polar dapat diekstraksi dengan pelarut metanol, aseton, dan etanol ditinjau dari karakteristik kepolaran dari tanaman cocor bebek [2].

Uji kualitatif dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis dan spektrofotometer IR. Sedangkan untuk uji kuantitatif dapat dilakukan menggunakan spektrofotometer UV-Vis yaitu dengan mengukur nilai absorbansi

karena flavonoid mengandung sistem aromatis yang terkonjugasi dan dapat menunjukkan pita serapan kuat pada daerah UV-Vis [4]. Absorbansi sebagai analisa kuantitatif dilakukan berdasarkan Hukum Lambert-Beer. Menurut Dirjen POM (2014) range nilai absorbansi yang baik yaitu berkisar antara 0,2-0,8 di daerah ultraviolet atau cahaya tampak [5]. Berdasarkan Hukum Lambert-Beer, rumus yang digunakan untuk menghitung banyaknya cahaya yang hamburkan:

$$A = a \times b \times c \dots\dots\dots(i)$$

Dengan:

A = absorbansi (serapan)

a = Absorptifitas molar (M⁻¹cm⁻¹)

b = tebal kuvet (cm)

c = konsentrasi (M)

Bahan dan Metode

Tahap Preparasi

Timbang daun cocor bebek kemudian cuci hingga bersih. Daun cocor bebek dipotong kecil-kecil dan dihaluskan.

Tahap Ekstraksi Daun Cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*)

Sebanyak 600 gram daun cocor bebek halus diekstraksi menggunakan 1,5 L pelarut metanol. Ekstraksi dilakukan dengan cara maserasi dingin selama 3 x 24 jam.

Pemekatan atau Pengkisan

Proses ini dilakukan dengan pemanasan menggunakan *water bath*. Suhu pemanasan berkisar 70°C agar tidak merusak ekstrak yang dihasilkan. Proses pemekatan dilakukan hingga dipastikan pelarut metanol telah menguap sempurna.

Partisi

Metode yang digunakan adalah partisi cair. Jika suatu cairan ditambahkan ke dalam ekstrak yang telah dilarutkan dalam cairan lain yang tidak dapat bercampur dengan yang pertama, akan terbentuk dua lapisan. Satu komponen dari campuran akan memiliki kelarutan dalam kedua lapisan tersebut (biasanya disebut fasa) dan setelah beberapa waktu dicapai kesetimbangan konsentrasi

dalam kedua lapisan. Waktu yang diperlukan untuk tercapainya kesetimbangan biasanya dipersingkat oleh pencampuran keduanya dalam corong pisah [6].

Pengujian Hasil Ekstraksi Setelah Pemekatan Uji Kualitatif Kromatografi Lapis Tipis

Fase diam berupa pelat silika gel GF₂₅₄ dan fase gerak berupa kombinasi pelarut etil asetat : *n*-heksan (8:2), (7:3), (5:5), (3:7), dan (2:8). Pelat KLT dimasukkan ke dalam bejana kromatografi yang sebelumnya telah dijenuhkan dengan fase gerak. Pola kromatogram diamati setelah disemprot dengan reagen AlCl₃ dan amati warna penampak bercak (noda).

Uji Kualitatif Menggunakan Spektrofotometer Infra Red (FTIR)

Analisis gugus fungsi suatu sampel dilakukan dengan membandingkan pita absorpsi yang terbentuk pada spektrum infra merah menggunakan tabel korelasi dan menggunakan spektrum senyawa pembanding (yang sudah diketahui).

Uji Kuantitatif Menggunakan Spektrofotometer Visibel Metode AlCl₃

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum (λ Maks) Kuersetin dilakukan melalui *running* larutan kuersetin pada range panjang gelombang UV-Vis 400-450 nm. Standar kuersetin yang digunakan adalah 2; 4; 6; 8; 10; dan 12 ppm. Konsentrasi larutan standar kuersetin dan sampel dipipet 1 mL dan ditambahkan 1 mL AlCl₃ 2% dan 1 mL kalium asetat 120 mM. Sampel diinkubasi selama 30 menit pada suhu kamar dalam wadah tertutup [4].

Berdasarkan pengukuran absorbansi, konsentrasi flavonoid dibaca dalam (μ g/mL) garis kalibrasi, kemudian kandungan flavonoid dalam ekstrak dinyatakan dalam ekuivalen kuersetin (mgQE/g ekstrak).

Hasil dan Pembahasan

Preparasi Sampel

Pada preparasi sampel dimulai dengan penghalusan, penghalusan daun cocor bebek bertujuan untuk memaksimalkan pembebasan senyawa aktif yang terkandung didalamnya karena dinding sel cocor bebek akan rusak

sehingga zat aktif terekstraksi dalam pelarut yang digunakan. Pelarut yang digunakan adalah metanol karena mempunyai sifat *like dissolve like* yaitu suatu zat akan terlarut dengan baik pada pelarut yang memiliki polaritas yang sama. Dalam metanol terdapat gugus hidroksil pada strukturnya yang membuat metanol mampu menarik semua komponen polar, sedangkan adanya gugus metil membuat metanol mampu menarik semua komponen non-polar yang terkandung dalam daun *K. Pinnata* [7].

Metode Ekstraksi

Maserasi adalah proses pengestrakan simplisia dengan menggunakan pelarut dengan beberapa kali pengadukan pada temperatur ruangan. Maserasi dilakukan menggunakan pelarut metanol selama 3x24 jam. Diperoleh hasil ekstraksi daun cocor bebek sebagai berikut:

Tabel 1. Hasil Ekstraksi Daun Cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*)

Hari Ke	Jumlah Penambahan Metanol (mL)	Ekstrak cocor bebek (<i>Kalanchoe pinnata</i>)
1	600	Warna larutan hijau pekat dan tidak terdapat kekeruhan
2	600	Warna larutan hijau
3	490	Warna larutan hijau
4	600	Warna larutan hijau muda
5	500	Warna larutan hijau muda

Maserasi 24 jam pertama menghasilkan ekstrak berwarna hijau pekat yang menandakan bahwa ekstrak cocor bebek masih banyak mengandung air sehingga kemungkinan air ikut terekstraksi bersama zat aktif lainnya. Dilakukan maserasi berikutnya pada rafinat cocor bebek. Ekstrak cocor bebek dalam metanol yang sudah terkumpul pada hari pertama mengalami perubahan warna menjadi kuning kehijauan dan terdapat gumpalan bertekstur seperti karamel berwarna cokelat. Zat ini kemungkinan adalah getah daun yang terakumulasi pada ekstrak setelah didiamkan selama berjam-jam yang kemudian dapat dihilangkan dengan cara disaring. Maserasi dilakukan sampai diperkirakan zat aktif dalam daun cocor bebek sudah terekstraksi semua

yang ditandai dengan warna larutan hijau muda.

Pemekatan Menggunakan Metode Penguapan

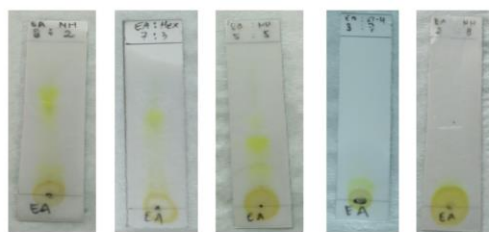
Hasil ekstrak metanol yang diperoleh diuapkan pada suhu penguapan $\pm 70^\circ\text{C}$ sehingga suhu tersebut cukup baik untuk penguapan cocor bebek. Suhu yang terlalu tinggi akan menyebabkan senyawa yang terkandung mengalami dekomposisi, sehingga hal tersebut dihindari pada proses ini. Proses pemekatan menghasilkan ekstrak cocor bebek yang lebih kental dan warnanya semakin pekat (hijau kehitaman).

Partisi

Metode partisi yang digunakan adalah ekstraksi cair-cair berdasarkan perbedaan kepolaran larutan. Pelarut yang digunakan adalah etil asetat. Partisi dilakukan sebanyak tiga kali hingga diperoleh ekstrak yang mempunyai warna yang lebih pudar dari warna sebelumnya. Proses ekstraksi ini menghasilkan dua fasa, dimana lapisan atas adalah fraksi etil asetat dan lapisan bawah adalah fraksi air. Fraksi etil asetat inilah yang mengandung senyawa flavonoid yang bersifat polar. Kemudian fraksi etil asetat dilakukan pemekatan hingga menghasilkan ekstrak etil asetat sebanyak 3 gram. Pada proses pemekatan fraksi etil asetat ini, ekstrak berbentuk pasta dengan warna menjadi lebih pekat dari sebelumnya (hijau kehitaman).

Uji Kualitatif Flavonoid Menggunakan Metode Kromatografi Lapis Tipis

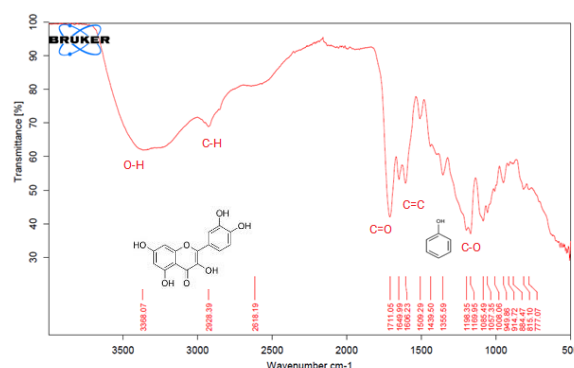
Analisis dengan menggunakan KLT merupakan pemisahan komponen kimia berdasarkan prinsip adsorpsi dan partisi yang ditentukan oleh fase diam (adsorben) dan fase gerak (pelarut).



Gambar 2. Hasil Uji Flavonoid Menggunakan KLT

Hasil percobaan diperoleh bentuk bercak yang dari eluen dengan berbagai perbandingan memberikan hasil uji positif terkandung flavonoid dalam ekstrak cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*) yang ditandai dengan warna hijau yang semakin terlihat ketika disemprotkan reagen AlCl_3 . Perbandingan eluen yang digunakan etil asetat:*n*-heksan (8:2), (7:3), (5:5), (3:7), dan (2:8) memberikan hasil pemisahan yang berbeda-beda. Hasil terbaik diperoleh dengan perbandingan eluen etil asetat:*n*-heksan (8:2). Penggunaan reagen AlCl_3 karena struktur kimia AlCl_3 dapat berikatan dengan senyawa flavonoid sehingga terjadi pendaran yang akan memunculkan warna yang khas dari flavonoid yaitu warna hijau terang.

Uji Kualitatif Flavonoid Menggunakan Spektrofotometri Inframerah



Gambar 3. Spektrum Inframerah dari senyawa Isolat

Isolat diuji menggunakan spektrofotometer inframerah untuk mengetahui gugus senyawa golongan kelompok flavonoid. Spektrum yang didapat ditampilkan pada gambar. X dan karakteristik dari posisi puncak dijelaskan pada tabel. X. Karakteristik spektrum IR dari isolat dibandingkan dengan spektrum senyawa Quercetin dari literatur [8].

Berdasarkan analisis spektrum inframerah pada gambar 3, menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi. Hasil analisis isolat ini yaitu adanya serapan melebar dengan intensitas lemah pada daerah bilangan gelombang 3368.07 cm^{-1} yang diduga adalah serapan uluran dari gugus O-H pada fenol. Serapan uluran C-H alifatik yang tajam dan lemah muncul pada daerah bilangan gelombang 2928.39 cm^{-1} .

Adanya gugus karbonil ($\text{C}=\text{O}$) sebagai ciri umum senyawa golongan flavonoid diindikasikan oleh adanya serapan pada daerah bilangan gelombang 1711.05 cm^{-1} [9]. Serapan uluran $\text{C}-\text{C}$, $\text{C}=\text{O}$, dan $\text{C}=\text{C}$ aromatik muncul pada daerah bilangan gelombang 1649.99 cm^{-1} , 1509.29 cm^{-1} , 1439.50 cm^{-1} .

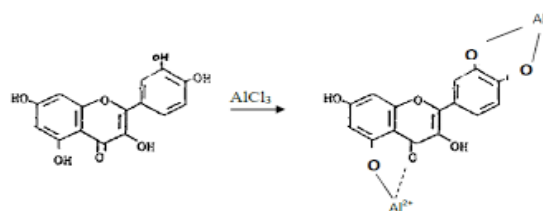
Tabel 2. Interpretasi Spektrum Inframerah dari Isolat

Posisi Puncak	Kemungkinan Gugus Fungsi
3368.07	Uluran O-H pada fenol
2928.39	Uluran C-H
1711.05	Uluran $\text{C}=\text{O}$
1649.99	Uluran $\text{C}-\text{C}$ dari cincin aromatik
	Uluran $\text{C}=\text{O}$ aromatic
1509.29	Uluran $\text{C}=\text{C}$ aromatik
1439.50	Pembengkokan O-H pada fenol
1355.59	Uluran C-O pada fenol
1008.06, 1057.35, 1085.49, 1169.95, 1198.35	Pembengkokan C-H pada hidrokarbon aromatic
949.86, 815.10, 777.07	

Vibrasi pembengkokan O-H dari fenol diamati pada 1355.59 cm^{-1} . Kemudian vibrasi ulur C-O dalam senyawa fenol menghasilkan pita kuat di daerah $1260\text{--}1000\text{ cm}^{-1}$ dan pada isolat ini serapan C-O muncul pada daerah bilangan gelombang 1008.06 cm^{-1} , 1057.35 cm^{-1} , 1085.49 cm^{-1} , 1169.95 cm^{-1} , 1198.35 cm^{-1} [10]. Sementara itu serapan pada bilangan gelombang adanya gugus C-H aromatik menghasilkan pita di daerah $1000\text{--}650\text{ cm}^{-1}$ dan pada isolat ini serapan C-H aromatik muncul pada daerah bilangan gelombang 949.86 cm^{-1} , 815.10 cm^{-1} , 777.07 cm^{-1} [10]. Adanya gugus fungsi OH, CH alifatik, $\text{C}=\text{O}$, $\text{C}=\text{C}$ aromatik dan C-O mengindikasikan isolat ini suatu senyawa flavonoid [11].

Uji Kuantitatif Kadar Flavonoid

Prinsip penetapan kadar flavonoid metode AlCl_3 adalah terjadinya pembentukan kompleks antara AlCl_3 dengan gugus keto pada atom C-4 dan gugus hidroksi pada atom C-3 atau C-5 yang bertetangga dari golongan flavon dan flavonol. Senyawa yang digunakan sebagai standar pada penetapan kadar flavonoid ini adalah quersetin, karena quersetin merupakan flavonoid golongan flavonol yang memiliki gugus karbonil pada atom C-4 dan juga gugus hidroksil pada atom C-3 dan C-5 yang bertetangga.



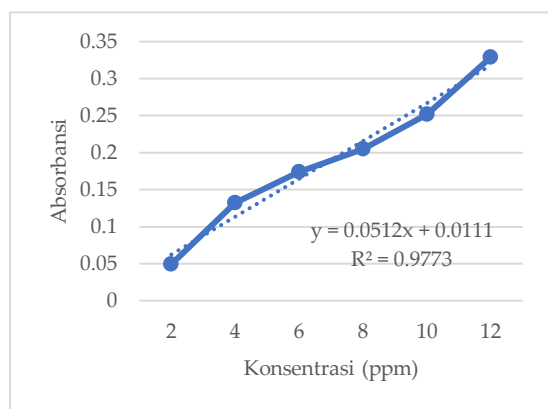
Gambar 4. Pembentukan senyawa kompleks quersetin-alumunium klorida

Berikut tabel hasil Absorbansi dari deret larutan standar Kuarsetin dan Kurva kalibrasi dari deret larutan standar:

Tabel 3. Hasil absorbansi dari deret larutan standar kuarsetin

Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
2	0,049
4	0,1321
6	0,1737
8	0,205
10	0,252
12	0,3289

Dalam percobaan dilakukan pada panjang gelombang maksimum $437,55\text{ nm}$, dan diperoleh persamaan garis $y = 0,0512x + 0,0111$ dengan $R^2 = 0,9773$. Dari kurva tersebut, dilihat bahwa absorbansi berbanding lurus dengan konsentrasi. Hal ini sesuai dengan Hukum Lambert-Beer $A = a \times b \times C$. Absorbansi sampel menunjukkan 0,2257, sehingga kadar flavonoid berdasarkan pengukuran spektrofotometer *visibel* dalam sampel 4,20 ppm.



Gambar 5. Kurva Kalibrasi Larutan Standar Quercetin

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang kami dilakukan, daun cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*) segar sebanyak 600 gram menghasilkan ekstrak etil asetat sebanyak 3 gram. Hasil uji positif pada identifikasi flavonoid dalam ekstrak cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*) yang dilakukan secara kualitatif dengan FTIR dan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) menggunakan eluen etil asetat: *n*-heksan. Kadar Flavonoid dalam daun cocor bebek 4,20 ppm.

Daftar Pustaka

1. Direktorat Pengawasan Obat Tradisional, Parameter standar umum ekstrak tumbuhan obat. Departemen Kesehatan, Jakarta: 2000.
2. Saputra, T. R.; Ngatin, A.; Sarungu, Y. T., Penggunaan metode ekstraksi maserasi dan partisi pada tumbuhan cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*) dengan kepolaran berbeda. *Fullerene Journal of Chemistry* **2018**, 3, (1), 5-8.
3. Koosha, S.; Alshawsh, M. A.; Looi, C. Y.; Seyedan, A.; Mohamed, Z., An association map on the effect of flavonoids on the signaling pathways in colorectal cancer. *International journal of medical sciences* **2016**, 13, (5), 374.
4. Salmia, S. Analisis Kadar Flavonoid Total Ekstrak Kulit Batang Kedondong Bangkok (*Spondias dulcis*) dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar, 2016.
5. Ditjen POM, *Farmakope Indonesia*. Departemen Kesehatan RI: Jakarta, 1987.
6. Tobo, F., Buku Pegangan Laboratorium Fitokimia I. Universitas Hasanuddin, Makassar **2001**.
7. Saputra, T. R.; Ngatin, A., Ekstraksi Daun Cocor Bebek Menggunakan Berbagai Pelarut Organik Sebagai Inhibitor Korosi Pada Lingkungan Asam Klorida. *Fullerene Journal of Chemistry* **2019**, 4, (1), 21-27.
8. Sambandam, B.; Thiagarajan, D.; Ayyaswamy, A.; Raman, P.; Kulasekaran, J.; Venkatasamy, H., Extraction and isolation of flavonoid quercetin from the leaves of *Trigonella foenum-graecum* and their anti-oxidant activity. *Int J Pharm Pharm Sci* **2016**, 8, (6), 120-4.
9. Sukadana, I. M., Aktivitas antibakteri senyawa flavonoid Dari kulit akar awar-awar (*Ficus septica* Burm F). *Jurnal Kimia (Journal of Chemistry)* **2010**.
10. Silverstein, R. M.; Webster, F. X.; Kiemle, D. J.; Bryce, D. L., *Spectrometric identification of organic compounds*. John Wiley & sons: 2014.
11. Markham, K. R., *Cara mengidentifikasi Flavonoid*. ITB: Bandung, Indonesia, 1988.

Identifikasi Gula Spesifik pada Agglutinin dari Rumput Laut

Jenny Kumajas*, Soenandar Millian Tompunu Tengker

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

INFO ARTIKEL

Diterima: 10 Juni 2019
Disetujui: 17 Agustus 2019

Key word:
Agglutinin
Marine seaweed
Specific sugar

Kata kunci:
Agglutinin
Rumput laut
Gula spesifik

ABSTRACT

Agglutinin or lectin is a protein or glycoprotein that binds saccharide specifically. The substance can agglutinate cells, because of the cell's surfaces consist of saccharides. Previous research has found 3 species of marine seaweed, *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* and *Ulva fasciata*, contain of agglutinin. Cells agglutination by agglutinin can be inhibited by specific saccharide which is its specific sugar. This research aims to determine the specific sugar of agglutinin from *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* and *Ulva fasciata* seaweeds. The researched shows that specific sugar on agglutinin of *Laurencia obtusa* is D-Glucosamine, and *Ulva fasciata* is D(+)-Glucose.

ABSTRAK

Agglutinin atau lektin adalah protein atau glikoprotein yang mengikat gula secara spesifik. Substans tersebut dapat mengaglutinasi sel karena permukaan sel terdiri atas gula atau sakarida. Pada penelitian sebelumnya ditemukan 3 jenis rumput laut, *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* dan *Ulva fasciata* yang mengandung agglutinin. Aglutinasi sel oleh agglutinin dapat dihambat oleh gula tertentu yang merupakan gula spesifiknya. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan jenis gula spesifik pada agglutinin dari rumput laut *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* dan *Ulva fasciata*. Penelitian ini menunjukkan bahwa gula spesifik pada agglutinin dari ekstrak *Laurencia obtusa* adalah D-glukosamin, dan *Ulva fasciata* adalah D(+)-Glukosa.

e-mail:
kumajasj@yahoo.com
telp: 081244501244

Pendahuluan

Agglutinin atau lektin adalah protein atau glikoprotein yang mengikat gula secara spesifik. Karena struktur permukaan sel terdiri atas gula atau sakarida, maka agglutinin dapat menyebabkan aglutinasi sel. Aglutinasi sel oleh agglutinin dapat dihambat oleh gula atau sakarida tertentu yang merupakan gula spesifiknya. Hal ini menunjukkan bahwa sakarida tersebut terdapat pada permukaan sel dan merupakan penentu terjadinya aglutinasi. Substans ini dapat digunakan untuk menentukan struktur gula pada permukaan sel dan mendeteksi perubahan permukaan sel [1, 2]. Selain itu, menjadi novel dalam pengobatan tumor dan kanker, anti-inflamasi, antibiotik dan alat kontrasepsi [2-6].

Rumput laut merupakan salah satu sumber agglutinin yang potensial [1, 2, 4-18]. Kumajas menemukan 3 jenis rumput laut di

Teluk Manado yang mengandung agglutinin [7]. Ketiga jenis rumput laut tersebut adalah *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* dan *Ulva fasciata*.

Agglutinasi sel oleh agglutinin dapat dihambat oleh jenis gula atau sakarida tertentu yang merupakan gula spesifiknya. Hal ini menunjukkan bahwa gula tersebut terdapat pada permukaan sel dan merupakan penentu terjadinya aglutinasi. Penelitian ini bertujuan untuk menentukan jenis gula spesifik pada agglutinin dari rumput laut *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* dan *Ulva fasciata*.

Bahan dan Metode

Penelitian ini dimulai dengan pengambilan sampel rumput laut *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* dan *Ulva fasciata* di sekitar Teluk Manado. Sampel dibersihkan kemudian diekstraksi sesuai prosedur

ekstraksi protein Bollag dan Edelstein di Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Manado di Tondano [19].

Rumput laut ditambahkan fosfat buffer dan dihaluskan dengan blender pada temperatur rendah. Setelah disaring, filtratnya disentrifus dan hasilnya ditambahkan garam ammonium sulfat secara bertahap. Suspensi protein diendapkan pada sentrifus dan didialisis untuk mengeluarkan garam dan substansi dengan berat molekul rendah. Fraksinasi ekstrak agglutinin dilakukan pada kolom Sephadex G-100 (2,5x29 cm) dengan eluen fosfat buffer (M/15, pH 7,0). Hasilnya dianalisa pada spektrofotometer (280 nm). Tiap puncak dikumpulkan dan ditambahkan garam ammonium sulfat, suspensinya disentrifus. Hasilnya didialisis dengan fosfat buffer dan digunakan dalam penentuan gula spesifik.

Uji hambat gula menggunakan sel darah merah (eritrosit) manusia golongan O yang diambil dari PMI. Sebelum digunakan, sel darah merah dipisahkan dari sel darah putih (leukosit), plasma darah dan cairan antikoagulan.

Suatu seri pengenceran 2x dari 50 µL larutan gula (0,15 M) dibuat pada mikrotiter plate (cekungan 1-5). Cekungan ke-6 tidak ditambahkan gula sehingga berlaku sebagai kontrol. Sebanyak 50 µL ekstrak rumput laut ditambahkan pada tiap cekungan, diaduk perlahan kemudian diinkubasi pada temperatur ruang. Setelah 1 jam, 100 µL suspensi sel darah merah manusia golongan O ditambahkan pada tiap cekungan, ditutup dan diinkubasi selama 2 jam pada temperatur ruang. Konsentrasi penghambatan ditentukan pada konsentrasi gula terendah yang tidak menyebabkan aglutinasi.

Hasil dan Pembahasan

Hasil uji hambat aglutinasi oleh 15 jenis gula dan 2 polisakarida terhadap agglutinin dari *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* dan *Ulva fasciata* ditunjukkan oleh Tabel 1.

Tabel 1 memperlihatkan bahwa aktivitas agglutinin dari ekstrak rumput laut jenis *Laurencia obtusa* dapat dihambat oleh D-

glukosamin pada konsentrasi 37,5 mM, dan *Ulva fasciata* oleh D(+)-Glukosa pada konsentrasi 150 mM. Hal ini menunjukkan bahwa sisi pengikat gula pada agglutinin ekstrak *Laurencia obtusa* spesifik terhadap gula D-glukosamin, sedangkan *Ulva fasciata* spesifik terhadap D-Glukosa. Kedua jenis gula tersebut merupakan monosakarida. Hori *et al* menemukan aktivitas agglutinin 4 jenis alga laut yang mampu dihambat oleh monosakarida [17]. Karena itu mereka berpendapat bahwa umumnya aktivitas agglutinin alga laut dapat dihambat oleh monosakarida. Ini berarti sisi pengikat gula agglutinin dari ekstrak alga laut lebih spesifik terhadap monosakarida.

Tabel 1. Aktivitas penghambatan agglutinin dari *Halymenia durvillaei*, *Laurencia obtusa* dan *Ulva fasciata*

No	Jenis Sakarida	Aktivitas Penghambatan		
		A	B	C
1	D(-)-Arabinosa	-	-	-
2	D(+)-Xilosa	-	-	-
3	D(+)-Glukosa	-	-	+
4	D(+)-Galaktosa	-	-	-
5	Manitol	-	-	-
6	L-Ramnosa	-	-	-
7	Inositol	-	-	-
8	D(+)-Manosa	-	-	-
9	D(+)-Glukosamin	-	++	-
10	Maltosa	-	-	-
11	Laktosa	-	-	-
12	Sakarosa	-	-	-
13	Rafinosa			
14	Sodium Glukuronat			
15	N-Asetil-Glukosamin			
16	Gum Arabic			
17	Potato starch			

Keterangan:

A: *Halymenia durvillaei*

B: *Laurencia obtusa*

C: *Ulva fasciata*

-: Tidak ada aktivitas penghambatan

+: ada aktivitas penghambatan (konsentrasi gula 150 mM)

++: ada aktivitas penghambatan (konsentrasi gula 37,5 mM)

Konsentrasi glukosa yang dibutuhkan untuk menghambat aktivitas agglutinin *Ulva fasciata* lebih besar dari glukosamin untuk *Laurencia obtusa*. Hal ini dapat disebabkan oleh sisi pengikat gula pada agglutinin dari *Ulva fasciata* lebih banyak, sehingga jumlah gula bebas yang dibutuhkan untuk menghambat aglutinasi sel juga lebih besar.

Aktivitas agglutinin dari *Halymenia durvillaei* tidak dapat dihambat oleh 15 sakarida dan 2 polisakarida yang diuji. Hal ini dapat disebabkan karena ekstrak agglutinin dari *Halymenia durvillaei* mengandung beberapa jenis agglutinin dengan sisi pengikat gula spesifik yang berbeda. Penyebab lainnya adalah mungkin sisi pengikat gulanya yang sangat besar. Jika demikian, maka ekstrak agglutinin *Halymenia durvillaei* perlu dimurnikan lagi atau konsentrasi gula uji harus dinaikkan.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa gula spesifik dari agglutinin rumput laut jenis *Laurencia obtusa* adalah D-Glukosamin, sedangkan *Ulva fasciata* adalah D(+)-Glukosa.

Daftar Pustaka

1. Ambrosio, A. L.; Sanz, L.; Sánchez, E. I.; Wolfenstein-Todel, C.; Calvete, J. J., Isolation of two novel mannan-and L-fucose-binding lectins from the green alga *Enteromorpha prolifera*: biochemical characterization of EPL-2. *Archives of biochemistry and biophysics* **2003**, 415, (2), 245-250.
2. Pinto, V.; Debray, H.; Dus, D.; Teixeira, E. H.; De Oliveira, T. M.; Carneiro, V. A.; Teixeira, A. H.; Gerardo Filho, C.; Nagano, C. S.; Nascimento, K. S., Lectins from the red marine algal species *Bryothamnion seaforthii* and *Bryothamnion triquetrum* as tools to differentiate human colon carcinoma cells. *Advances in pharmacological sciences* **2009**, 2009.
3. Blonski, K.; Milde-Langosch, K.; Bamberger, A.-M.; Osterholz, T.; Utler, C.; Berger, J.; Loening, T.; Schumacher, U., Ulex europeus agglutinin-I binding as a potential prognostic marker in ovarian cancer. *Anticancer research* **2007**, 27, (4C), 2785-2790.
4. Silva, L. M. C. M.; Lima, V.; Holanda, M. L.; Pinheiro, P. G.; Rodrigues, J. A. G.; Lima, M. E. P.; Benevides, N. M. B., Antinociceptive and anti-inflammatory activities of lectin from marine red alga *Pterocladia capillacea*. *Biological and Pharmaceutical Bulletin* **2010**, 33, (5), 830-835.
5. Teixeira, E.; Napimoga, M.; Carneiro, V.; De Oliveira, T.; Nascimento, K.; Nagano, C.; Souza, J.; Havt, A.; Pinto, V.; Gonçalves, R., In vitro inhibition of oral streptococci binding to the acquired pellicle by algal lectins. *Journal of Applied Microbiology* **2007**, 103, (4), 1001-1006.
6. Snyder, M. G.; Zaneveld, L. J., Treatment of cervical mucus with lectins: effect on sperm migration. *Fertility and sterility* **1985**, 44, (5), 633-637.
7. Kumajas, J., Aktivitas agglutinin dari beberapa jenis rumput laut di Teluk Manado. *Fullerene Journal of Chemistry* **2017**, 2, (2), 72-76.
8. Suttisrisung, S.; Senapin, S.; Withyachumnarnkul, B.; Wongprasert, K., Identification and characterization of a novel legume-like lectin cDNA sequence from the red marine algae *Gracilaria fisheri*. *Journal of biosciences* **2011**, 36, (5), 833-843.
9. Medina-Ramirez, G.; Gibbs, R. V.; Calvete, J. J.; Carpenter, B. G., Micro-heterogeneity and molecular assembly of the haemagglutinins from the red algae *Bryothamnion seaforthii* and *B. triquetrum* from the Caribbean Sea. *European Journal of Phycology* **2007**, 42, (1), 105-112.
10. Nascimento, K.; Nagano, C.; Nunes, E.; Rodrigues, R.; Goersch, G.; Cavada, B.; Calvete, J.; Saker-Sampaio, S.; Farias, W. R.; Sampaio, A., Isolation and characterization of a new agglutinin from the red marine alga *Hypnea cervicornis* J. Agardh. *Biochemistry and cell biology* **2006**, 84, (1), 49-54.

11. Nagano, C. S.; Debray, H.; Nascimento, K. S.; Pinto, V. P.; Cavada, B. S.; Saker-Sampaio, S.; Farias, W. R.; Sampaio, A. H.; Calvete, J. J., HCA and HML isolated from the red marine algae *Hypnea cervicornis* and *Hypnea musciformis* define a novel lectin family. *Protein Science* **2005**, 14, (8), 2167-2176.
12. Nagano, C. S.; Gallego del Sol, F.; Cavada, B. S.; Nascimento, K.; Nunes, E. V.; Sampaio, A. H.; Calvete, J. J., Crystallization and preliminary X-ray diffraction analysis of HML, a lectin from the red marine alga *Hypnea musciformis*. *Acta Crystallographica Section F: Structural Biology and Crystallization Communications* **2005**, 61, (11), 997-999.
13. Molchanova, V.; Chernikov, O.; Chikalovets, I.; Lukyanov, P., Purification and partial characterization of the lectin from the marine red alga *Tichocarpus crinitus* (Gmelin) Rupr. (Rhodophyta). *Botanica marina* **2010**, 53, (1), 69-78.
14. Ichihara, K.; Arai, S.; Shimada, S., cDNA cloning of a lectin-like gene preferentially expressed in freshwater from the macroalga *Ulva limnetica* (Ulvales, Chlorophyta). *Phycological research* **2009**, 57, (2), 104-110.
15. Ly, B. M.; Trang, V. T. D.; Ngoc, N. T. D.; Trinh, P. T. H., A new screening for hemagglutinins from Vietnamese marine macroalgae. *Journal of applied phycology* **2012**, 24, (2), 227-235.
16. Hori, K.; Nang, H. Q.; Kha, T., Seasonal changes in growth rate, carrageenan yield and lectin content in the red alga *Kappaphycus alvarezii* cultivated in Camranh Bay, Vietnam. *Journal of Applied Phycology* **2009**, 21, (3), 265-272.
17. Hori, K.; Miyazawa, K.; Ito, K., Preliminary characterization of agglutinins from seven marine algal species. *Bulletin of the Japanese Society of Scientific Fisheries (Japan)* **1986**.
18. Calvete, J.; Costa, F.; Saker-Sampaio, S.; Murciano, M.; Nagano, C.; Cavada, B.; Grangeiro, T.; Ramos, M.; Bloch Jr, C.; Silveira, S., The amino acid sequence of the agglutinin isolated from the red marine alga *Bryothamnion triquetrum* defines a novel lectin structure. *Cellular and Molecular Life Sciences CMLS* **2000**, 57, (2), 343-350.
19. Bollag, D. M.; Edelstein, S., Protein methods. Wildy-Liss. Inc., New York, NY **1991**.

Nanocoating Polifenol Sebagai Bahan Pengawet Alami pada Buah-Buahan

Atikah Halimah Putri*, Depi Rapika, Shifa Amadea Deviana

Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Bandung 40012

INFO ARTIKEL

Diterima : 1 Agustus 2019
Disetujui : 8 Agustus 2019

Key word:
green tea,
polyphenols,
edible coating

Kata kunci:
teh hijau,
polifenol,
edible coating

ABSTRACT

Utilization of natural ingredients as a means of supporting health has actually been applied by humans for a long time, especially green tea plants (*Camellia sinensis*). The high polyphenol content in green tea is used to kill harmful bacteria and also bacteria that cause disease in the oral cavity. This study aims to determine how to optimize the extraction of polyphenols from green tea to produce a large polyphenol extract so that it can be used as an ingredient for edible coating formulations with carrageenan and chitosan as well as to determine the preservation ability of the polyphenol edible coating formulations with carrageenan and chitosan to be used for preservation fruits. The stages of this research include: extraction, characterization, polyphenol content analysis, microbial inhibition test and edible coating formulation. The results of the analysis of the total polyphenol content obtained an average of two tests of 22.05% and in the microbial inhibition test, the optimum concentration of polyphenol extract as an antimicrobial was 0.5%. The most effective edible coating formulations with carrageenan and chitosan for tomatoes are polyphenols 0.1%; 0.25%; 0.5%, chitosan-polyphenols 0.5%, and carrageenan-polyphenols 0.25% and carrageenan-polyphenols 0.5%. While the most effective coating formulation for grapes is 0.5% polyphenols.

ABSTRAK

Pemanfaatan bahan-bahan alami sebagai sarana penunjang kesehatan sebenarnya telah diterapkan oleh manusia sejak lama, terutama tanaman teh hijau (*Camellia sinensis*). Kandungan polifenol yang tinggi dalam teh hijau dimanfaatkan untuk membunuh bakteri-bakteri perusak dan juga bakteri yang menyebabkan penyakit di rongga mulut. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui cara optimasi ekstraksi polifenol dari teh hijau agar dihasilkan ekstrak polifenol yang besar sehingga dapat dimanfaatkan sebagai bahan untuk formulasi edible coating dengan karagenan dan kitosan serta untuk mengetahui kemampuan pengawetan dari formulasi *edible coating* polifenol dengan karagenan dan kitosan agar dapat dimanfaatkan untuk pengawetan buah-buahan. Tahapan penelitian ini meliputi: ekstraksi, karakterisasi, analisis kandungan polifenol, uji daya hambat mikroba dan formulasi edible coating. Hasil analisis kandungan total polifenolnya didapatkan hasil rata-rata dua pengujian sebesar 22,05% dan pada uji daya hambat mikroba, konsentrasi ekstrak polifenol yang optimum sebagai antimikroba adalah 0,5%. Hasil formulasi *edible coating* dengan karagenan dan kitosan yang paling efektif untuk tomat adalah polifenol 0,1%; 0,25%; 0,5%, kitosan-polifenol 0,5%, serta karagenan-polifenol 0,25% dan karagenan-polifenol 0,5%. Sedangkan formulasi *coating* yang paling efektif untuk buah anggur adalah polifenol 0,5%.

*e-mail: atikahhp16@gmail.com
*Telp: 08179294177

Pendahuluan

Polifenol memiliki aktivitas antioksidan yang tinggi atau merupakan senyawa kimia yang dapat menyumbangkan satu atau lebih

elektron kepada radikal bebas, sehingga radikal bebas tersebut dapat diredam [1]. Senyawa ini dapat diekstrak dari bahan alam seperti teh hijau, gambir, zaitun, anggur, buah-buahan,

sayuran, beras, rempah-rempah, dan alga.

Karakteristik lain yang penting dari senyawa polifenol yaitu aktivitas antimikroba, sehingga senyawa ini memiliki kemampuan untuk memperlambat aktivitas mikroba dalam beberapa produk dan menghindari terjadinya pembusukan, misalnya pada buah-buahan [2].

Selama ini, pada industri makanan, polifenol digunakan sebagai pengawet karena dinilai dapat meningkatkan ketahanan produk yang mudah rusak. Salah satu caranya dengan aktivitas antioksidan dan antimikroba tersebut dapat meningkatkan mutu produk industri pertanian dan pangan di dunia. Ada banyak metode aplikasi, tetapi yang utama adalah penambahan langsung senyawa polifenol ke dalam produk. Meskipun demikian, telah dilakukan untuk mencari solusi alternatif untuk tujuan menghindari inaktivasi yang tidak diinginkan. Oleh karena itu, penyemprotan dan *coating* yang saat ini diterapkan untuk pengawetan produk adalah pilihan yang tepat [3].

Inovasi yang ditawarkan yaitu membuat formulasi *edible coating* polifenol dengan karagenan dan kitosan sebagai bahan preservatif alami dari teh hijau (*Camellia sinensis*) karena teh hijau mengandung komponen utama katechin dan tanin, yang termasuk senyawa kompleks dari golongan polifenol. Maka dari itu, penelitian ini diharapkan dapat menjadi solusi untuk meningkatkan mutu dan memperpanjang masa penyimpanan produk komersial di Indonesia.

Bahan dan Metode

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan untuk penelitian ini adalah alat-lat gelas laboratorium, Saringan kain, neraca analitik, *water bath*, spektrofotometer UV-Vis, FTIR, kompor gas, panci. Bahan yang digunakan untuk penelitian ini adalah teh hijau, aquades, Reagen Folin-Ciocalteu 10%, karagenan, kitosan, Na_2CO_3 7,5%, gliserol, asam asetat 1%, tomat, dan anggur.

Preparasi daun teh hijau

Daun teh hijau ditimbang dalam sembilan gelas kimia 250 mL masing-masing sebanyak 10 gram. Kemudian tambahkan aquades dengan perbandingan teh terhadap volume pelarut

yaitu 1:10 (b/v), 1:15 (b/v), dan 1:20 (b/v). Campuran dengan rasio tersebut dibuat masing-masing dalam tiga gelas kimia, lalu ditutup dengan plastik film atau aluminium foil.

Ekstraksi Teh Hijau

Ekstraksi teh hijau dilakukan dengan cara maserasi. Untuk proses maserasi, campuran teh hijau dengan pelarut aquades didiamkan selama 48 jam. Setelah itu, campuran disaring untuk diambil filtratnya. Filtrat teh hijau dipindahkan ke cawan penguapan lalu dipekatkan di atas *water bath* dengan suhu 80-90°C, sehingga diperoleh ekstrak kering teh hijau.

Karakterisasi Ekstrak Teh Hijau

a. Analisis Gugus Fungsi

Gugus fungsi yang terdapat pada senyawa polifenol diidentifikasi dengan metoda FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*).

b. Analisis Total Polifenol

i. Penentuan kurva standar asam galat

Sebanyak 0,1 g asam galat diencerkan dengan aquadest dalam labu takar 100 mL untuk membuat larutan induk asam galat dengan konsentrasi 1000 ppm. Setelah itu, dibuat deret larutan standar asam galat, dipipet 1, 2, 3, 4, 5 mL dan diencerkan dengan aquadest dalam labu takar 100 mL sehingga dihasilkan konsentrasi asam galat 10, 20, 30, 40, 50 ppm dan 1 tabung reaksi tidak berisi larutan standar asam galat biasanya disebut larutan blanko. Dari masing-masing konsentrasi dipipet 1 mL ditambah 5 mL reagen folin-ciocalteu kocok hingga homogen dalam tabung reaksi dengan total sebanyak 6 tabung reaksi dan diamkan selama 5 menit. Kemudian, pipet 4 mL larutan Na_2CO_3 7,5% dan simpan pada suhu ruang selama 60 menit dan lakukan pengukuran dengan menggunakan Spektrofotometer UV-VIS.

ii. Pengukuran absorbansi ekstrak

Ekstrak padat teh hijau sebanyak 0,5 g ekstrak padat teh hijau diencerkan dengan aquadest dalam labu takar 100 mL. Setelah itu pipet larutan sebanyak 1 mL dan ditambah 5 mL reagen folin-ciocalteu kocok hingga homogen dalam tabung reaksi dan diamkan selama 5

menit. Kemudian, pipet 4 mL larutan Na_2CO_3 7,5% dan simpan pada suhu ruang selama 60 menit, lalu lakukan pengukuran dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS. Ekstrak cair teh hijau sebanyak 1 mL dipipet dan diencerkan dengan aquadest dalam labu takar 100 mL. Setelah itu pipet larutan sebanyak 1 mL dan ditambah 5 mL reagen folin-ciocalteu kocok hingga homogen dalam tabung reaksi dan diamkan selama 5 menit. Kemudian, pipet 4 mL larutan Na_2CO_3 7,5% dan simpan pada suhu ruang selama 60 menit, lalu lakukan pengukuran dengan menggunakan spektrofotometer UV-VIS.

c. Uji Daya Hambat Mikroba

Larutkan ekstrak teh hijau 2,5 mg/mL dengan aquades di dalam tabung reaksi. Buat suspensi mikroba menggunakan larutan NaCl 0,9% steril. Campurkan 1 mL suspensi biakan mikroba kedalam 9 mL media NA yang telah dicairkan dan didinginkan sampai suhu 45-50°C. Tuangkan campuran kedalam cawan petri secara aseptis. Celupkan kertas cakram kedalam tabung reaksi yang berisi larutan ekstrak teh hijau. Letakkan dua kertas cakram pada permukaan media NA menggunakan pinset serta menekannya agar kertas cakram menempel pada permukaan NA. Bungkus cawan petri dan simpan dalam inkubator pada suhu 30°C. Amati pertumbuhan mikroba setelah 24 jam. Ukur daerah hambatan (*clean zone*) menggunakan penggaris.

Formulasi Edible Coating

Edible coating diformulasi antara ekstrak polifenol teh hijau dengan polimer yang sifatnya *edible* atau dapat dikonsumsi seperti karagenan dan kitosan. Pertama, untuk formulasi polifenol-karagenan dibuat dengan cara melarutkan 3 gram karagenan dengan 100 mL air dan dipanaskan pada suhu 90 °C. Setelah homogen, campurkan larutan tersebut dengan polifenol. Kedua, untuk formulasi polifenol-kitosan dibuat dengan cara mencampurkan kitosan yang sudah dilarutkan dengan asam asetat 1% dengan polifenol. Formulasi yang dibuat yaitu polifenol 0,1; 0,25; 0,5 %. Selain itu kitosan 3%, campuran kitosan 3% dengan masing-masing polifenol 0,1; 0,25; 0,5 %. Dan formulasi karagenan 1%, campuran karagenan

1% dengan masing-masing polifenol 0,1; 0,25; 0,5 %.

Aplikasi dan Pengujian pada Tanaman Buah

Formula *edible coating* dicelupkan ke buah segar. Buah yang digunakan dalam pengujian adalah buah tomat dan anggur.

Hasil dan Pembahasan

Optimasi Ekstrak Teh Hijau

Ekstraksi teh hijau dilakukan dengan metoda maserasi. Perbandingan antara teh hijau dengan pelarut aquades yaitu 1:10 ; 1:15 ; dan 1:20 (b/v). Dari hasil percobaan diperoleh rendemen ekstrak teh hijau seperti yang terdapat dalam tabel 1.

Dari data pada tabel 1, maka rendemen rata-rata ekstrak teh hijau yaitu pada 1:10 (b/v) sebesar 21.55%, 1:15 (b/v) dihasilkan sebesar 27.09% dan pada perbandingan 1:20 (b/v) dihasilkan sebesar 29.39% dapat disimpulkan bahwa rendemen ekstrak teh hijau tertinggi yaitu pada perbandingan 1:20 (b/v) sebesar 29.39%. Semakin banyak volume pelarut yang digunakan, maka akan semakin banyak pula ekstraknya. Menurut Jayanudin (2014) menambahkan bahwa banyaknya pelarut mempengaruhi luas kontak padatan dengan pelarut, semakin banyak pelarut maka luas kontak akan semakin besar. Meratanya distribusi pelarut pada daun teh hijau akan memperbesar rendemen ekstrak teh hijau, sehingga teh hijau akan terekstrak sempurna. Hasil perbandingan rendemen ekstrak terbesar digunakan untuk ekstraksi kembali dalam formulasi *edible coating* dengan karagenan dan kitosan.

Tabel 1. Rendemen Ekstrak Teh Hijau

No.	Teh Hijau : Air	Rendemen
1	1:10	22.02%
2	1:10	21.40%
3	1:10	21.25%
4	1:15	28.03%
5	1:15	27.21%
6	1:15	26.02%
7	1:20	27.98%
8	1:20	29.16%
9	1:20	31.03%

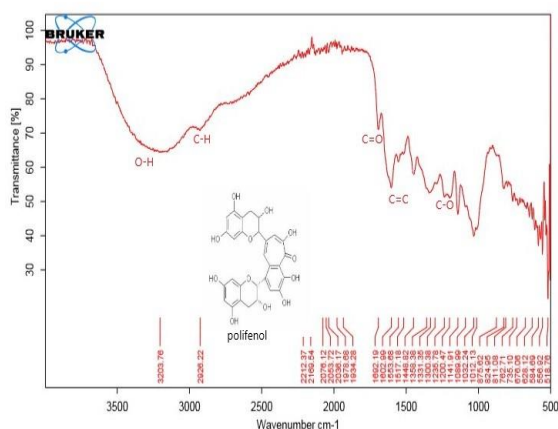
Karakterisasi Ekstrak Teh Hijau

Setelah dilakukan ekstraksi kembali, dilanjutkan karakterisasi terhadap ekstrak teh hijau dengan beberapa penelitian diantaranya yaitu:

a. Analisis Gugus Fungsi

Pada analisis gugus fungsi, dilakukan dengan menggunakan alat FTIR (*Fourier Transform Infrared Spectroscopy*).

Berdasarkan analisis spektrum inframerah pada gambar 1, menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi. Dari hasil spektrum ekstrak teh hijau terdapat beberapa hasil gugus fungsi yaitu O-H pada bilangan gelombang 3500-3200 cm^{-1} ; C-H pada bilangan gelombang 2850-2960 cm^{-1} ; C=O pada bilangan gelombang 1690-1760 cm^{-1} ; C=C pada bilangan gelombang 1500-1600 cm^{-1} ; dan C-O pada bilangan gelombang 1080-1300 cm^{-1} [4]. Hal tersebut membuktikan bahwa ekstrak teh hijau positif mengandung senyawa polifenol dengan bukti pada struktur polifenol yang ada pada gambar tersebut menunjukkan terindikasi adanya gugus O-H; C-H; C=O; C=C; dan C-O.

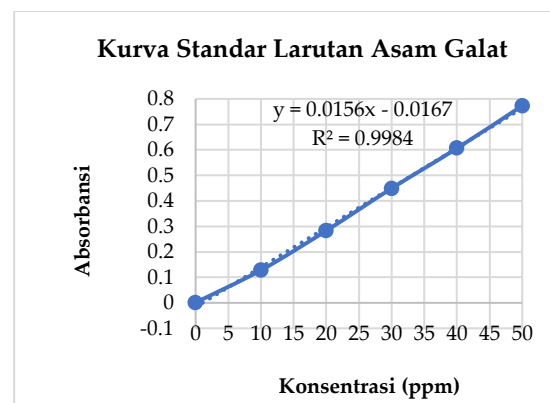


Gambar 1. Spektrum Inframerah dari Ekstrak Teh Hijau

b. Analisis Total Polifenol

Tabel 2. Hasil Pengukuran Absorbansi Larutan Asam Galat

No.	Konsentrasi (ppm)	Absorbansi
1	0	0,001
2	10	0,128
3	20	0,283
4	30	0,449
5	40	0,606
6	50	0,773



Gambar 2. Kurva Standar Larutan Asam Galat

Selain analisis gugus fungsi, penelitian ini juga melakukan analisis total polifenol yang terdapat pada teh hijau dengan menggunakan metode folin-ciocalteu dengan penentuan kurva standar asam galat menggunakan metode blainski (2013) dengan modifikasi [5]. Pengukuran untuk analisis total polifenol dengan menggunakan alat Spektrofotometer UV-VIS. Dari pengukuran larutan standar asam galat, didapatkan hasil pengukuran dan kurva kalibrasi asam galat.

Dari kurva standar larutan asam galat, dapat ditentukan total polifenol dengan perhitungan menggunakan persamaan $y = 0,0156x - 0,0167$ dilampirkan berikut:

Tabel 3. Perhitungan Total Polifenol

Pengukuran	Absorbansi	Konsentrasi polifenol (%)	Total Polifenol (%)	Rata-rata Total Polifenol (%)
1	0,0421	76	22,34	22,05
2	0,0417	74	21,75	

Dari tabel diatas, maka dapat dilihat total polifenol yang terdapat pada teh hijau sebesar 22,05% berdasarkan SNI 7707:2011 Teh hijau instan butir kadar minimal total polifenol dalam teh hijau sebesar 15% itu artinya dapat dibuktikan bahwa dalam teh hijau yang kami gunakan melebihi batas yang ditetapkan [6].

c. Uji Daya Hambat Mikroba

Pada pengujian aktivitas antibakteri ekstrak polifenol terhadap bakteri *E. coli*, kami menggunakan metode difusi agar (sumuran) [7]. Hasil positif jika terbentuk zona hambat (clean zone) disekitaran sumuran setelah diinkubasi

selama 24 jam pada suhu 37°C. Pengujian juga dilakukan dengan memvariasikan konsentrasi ekstrak polifenol sehingga dapat diketahui konsentrasi optimum ekstrak sebagai antibakteri. Konsentrasi yang kami gunakan adalah 0,1%, 0,25%, 0,5%. Hasil percobaan memperlihatkan hasil yang positif bahwa ekstrak polifenol dapat menghambat pertumbuhan bakteri *E. coli* yang ditunjukkan dengan terbentuknya zona hambat disekitaran sumuran. Ukuran zona hambat tersebut pun dipengaruhi oleh konsentrasi ekstrak, konsentrasi ekstrak yang sangat sedikit menyebabkan tidak terbentuknya zona hambat, hal ini karena kandungan dalam ekstrak tersebut sangat sedikit sehingga tidak mampu untuk berkerja dengan maksimal sebagai antibakteri. Namun pada konsentrasi yang lebih tinggi, ekstrak tersebut dapat bekerja dengan maksimal sebagai antibakteri. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa semakin besar konsentrasi ekstrak yang digunakan, semakin besar zona hambat yang terbentuk. Sehingga konsentrasi ekstrak polifenol yang optimum sebagai antimikroba adalah 0,5%. Diameter zona hambat setiap konsentrasi ekstrak dapat dilihat berikut:

Tabel 4. Hasil Pengukuran Diameter Zona Hambat (*Clean Zone*)

No	Konsentrasi %	Diameter sumuran (cm)	Keterangan
1	0,1	0,1	Terkontaminasi jamur
2	0,25	0,1	Terkontaminasi jamur
3	0,5	0,3	Tidak terkontaminasi jamur

Formulasi Edible Coating dan Aplikasi Pengujian pada Buah-buahan

Pada penelitian ini, formulasi *edible coating* polifenol dari teh hijau dengan karagenan dan kitosan. Terdapat sebelas formulasi *coating* yang diaplikasikan pada buah anggur dan tomat. Setelah dicuci dan dikeringkan, buah dicelupkan ke dalam campuran *coating* tertentu lalu disimpan di dalam wadah plastik yang diberi lubang serta disimpan dalam suhu kamar selama proses pengamatan. Selain itu, dibuat juga blanko atau buah-buahan yang tidak dilapisi *coating* sebagai

pembanding.

Buah tomat yang dipanen setelah timbul warna merah 10%-20% hanya tahan disimpan pada suhu kamar maksimal maksimal selama tujuh hari [8]. Sedangkan buah anggur memiliki masa simpan yang singkat, yaitu dalam 3-6 hari buah akan mengalami penyusutan [9]. Pengamatan dilakukan setiap hari secara visual selama 15 hari. Perubahan pada buah teramati saat buah mulai mengkerut lalu berjamur atau busuk. Dari hasil pengamatan, blanko buah tomat mulai mengalami penyusutan pada hari ke-7. Sementara itu, formulasi *coating* yang paling efektif untuk buah tomat adalah polifenol 0,1%; 0,25%; 0,5%, kitosan-polifenol 0,5%, serta karagenan-polifenol 0,25% dan karagenan-polifenol 0,5%. Sedangkan pada buah anggur, blanko mulai mengalami penyusutan pada hari ke-6. Sementara itu, formulasi *coating* yang paling efektif untuk buah anggur adalah polifenol 0,5% yaitu larutan dari ekstrak teh hijau yang dikeringkan.

Kesimpulan

Ekstraksi teh hijau dilakukan dengan metode maserasi menggunakan pelarut air dengan perbandingan 1:20 (b/v). Maserat disaring dan dididihkan untuk memperoleh ekstrak cair atau diuapkan di atas *water bath* untuk memperoleh ekstrak padat.

Formulasi *coating* paling efektif untuk tomat adalah polifenol 0,1%; 0,25%; 0,5%, kitosan-polifenol 0,5%, serta karagenan-polifenol 0,25% dan karagenan-polifenol 0,5%. Sedangkan formulasi *coating* yang paling efektif untuk buah anggur adalah polifenol 0,5%.

Daftar Pustaka

1. Aloanis, A. A.; Karundeng, M., Total kandungan antioksidan ekstrak etanol buah beringin (*Ficus benjamina* Linn.). *Fullerene Journal of Chemistry* **2019**, 4, (1), 1-4.
2. Turkmen, N.; Velioglu, Y.; Sari, F.; Polat, G., Effect of extraction conditions on measured total polyphenol contents and antioxidant and antibacterial activities of black tea. *Molecules* **2007**, 12, (3), 484-496.
3. Setiani, W.; Sudiarti, T.; Rahmidar, L., Preparasi dan karakterisasi edible film dari poliblend pati sukun-kitosan. *Jurnal Kimia*

- Valensi* **2013**, 3, (2).
4. Silverstein, R. M.; Webster, F. X.; Kiemle, D. J.; Bryce, D. L., *Spectrometric identification of organic compounds*. John wiley & sons: 2014.
 5. Blainski, A.; Lopes, G.; de Mello, J., Application and analysis of the folin ciocalteu method for the determination of the total phenolic content from *Limonium brasiliense* L. *Molecules* **2013**, 18, (6), 6852-6865.
 6. Nasional, B. S., Pengujian kadar total polifenol. *SNI 7707: 2011 Teh instan* **2011**.
 7. Senthilkumar, S.; Sivakumar, T., Green tea (*Camellia sinensis*) mediated synthesis of zinc oxide (ZnO) nanoparticles and studies on their antimicrobial activities. *Int J Pharm Pharm Sci* **2014**, 6, (6), 461-465.
 8. Andriani, E. S.; Nurwantoro, N.; Hintono, A., Perubahan Fisik Tomat Selama Penyimpanan Pada Suhu Ruang Akibat Pelapisan dengan Agar-Agar. *Jurnal Teknologi Pangan* **2018**, 2, (2), 176-183.
 9. Hilma, H.; Fatoni, A.; Sari, D. P., Potensi Kitosan sebagai Edible Coating pada Buah Anggur Hijau (*Vitis vinifera* Linn). *Jurnal Penelitian Sains* **2018**, 20, (1).

Pemisahan dan identifikasi komponen-komponen utama minyak atsiri dari daun cengkeh segar dan kering (*Syzygium aromaticum*)

Martha Tuganitya*, Sanusi Gugule, I Dewa Ketut Anom

Kimia, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95618

INFO ARTIKEL

Diterima 15 Agustus 2019
Disetujui : 30 Agustus 2019

Key word:
Clove leaves,
volatile oil,
eugenol,
caryophyllene.

Kata kunci:
Daun cengkeh,
minyak atsiri,
eugenol,
kariofilen.

ABSTRACT

This study aims to separate and identify the main components of essential oils from fresh clove and dried clove leaves through a steam distillation process. The resulting are dried with Na_2SO_4 and obtained 0.6203 mL of fresh clove oil and 2.2014 mL of dried clove oil. Clove oil was identified using IR and GC-MS. IR analysis shows that fresh oil has a wavelength of $3510.45\text{--}3448.72\text{ cm}^{-1}$ and the presence of an OH group, $2924.09\text{--}2846.93\text{ cm}^{-1}$, there is an aliphatic C-H group, 3070.68 cm^{-1} the presence of a benzene C-H group and 1604.77 cm^{-1} indicate the presence of benzene groups. Dry clove oil has a wavelength of $3518.16\text{--}3456.44\text{ cm}^{-1}$, the presence of OH groups, $2931.8\text{--}2846.3\text{ cm}^{-1}$, the presence of aliphatic C-H groups, 3070.68 cm^{-1} presence of C-H benzene groups and 1604.77 cm^{-1} indicate the presence of benzene groups. The results of the GC-MS chromatogram analysis of fresh clove oil and dried clove oil showed 7 peaks which showed 7 compounds. Of the 7 peaks produced, the highest peak has similarities with the chromatogram of eugenol and caryophyllene.

ABSTRAK

Penelitian ini dilakukan dengan tujuan pemisahan dan identifikasi komponen-komponen utama minyak atsiri dari daun cengkeh segar dan kering melalui proses destilasi uap. Hasil destilasi uap dikeringkan dengan Na_2SO_4 dan diperoleh minyak cengkeh segar dan kering sebanyak 0,6203 mL dan 2,2014 mL. Minyak cengkeh diidentifikasi menggunakan alat IR dan GC-MS. Hasil analisis IR menunjukkan bahwa minyak cengkeh segar memiliki panjang gelombang $3510,45\text{--}3448,72\text{ cm}^{-1}$ adanya gugus OH, $2924,09\text{--}2846,93\text{ cm}^{-1}$ adanya gugus C-H alifatik, $3070,68\text{ cm}^{-1}$ adanya gugus C-H benzena, $1604,77$ adanya gugus benzena. Sedangkan minyak cengkeh kering memiliki panjang gelombang $3518,16\text{--}3456,44\text{ cm}^{-1}$ adanya gugus OH, $2931,8\text{--}2846,3\text{ cm}^{-1}$ adanya gugus C-H alifatik, $3070,68\text{ cm}^{-1}$ adanya gugus C-H benzena dan $1604,77\text{ cm}^{-1}$ adanya gugus benzen. Hasil analisis kromatogram GC-MS dari minyak cengkeh segar dan kering masing-masing menunjukkan adanya 7 puncak yang artinya ada 7 senyawa. Dari 7 puncak yang dihasilkan puncak yang paling tinggi memiliki kesamaan dengan kromatogram eugenol dan kariofilen.

*e-mail:

marthatuganyita@gmail.com

*Telp: 085241449707

Pendahuluan

Untuk memisahkan komponen-komponen utama minyak daun cengkeh segar. Untuk mengidentifikasi komponen-komponen utama minyak daun cengkeh kering dengan menggunakan alat Inframerah (IR) dan Gas Chromatography Mass Spectrometry (GC-MS).

Salah satu produk unggulan Indonesia yang menghasilkan komoditas besar adalah tanaman cengkeh (*Syzygium aromaticum*). Perkebunan cengkeh diusahakan oleh rakyat

lebih kurang 95% dalam bentuk perkebunan rakyat yang tersebar di seluruh provinsi di Indonesia dan sisanya sebesar 5% diusahakan oleh perkebunan swasta dan perkebunan negara [1]. Tanaman cengkeh berpotensi sebagai penghasil minyak atsiri. Minyak atsiri cengkeh sangat diperlukan dalam berbagai industri seperti bahan baku dalam perisa maupun pewangi makanan (*flavour and fragrance ingredients*), industri kosmetik, industri farmasi, industri bahan pengawet dan bahan insektisida.

Tanaman cengkeh yang berumur lebih dari 20 tahun, setiap minggunya dapat terkumpul daun kering sebanyak rata-rata 0,96s kg/pohon, sedangkan tanaman yang berumur kurang dari 20 tahun dapat terkumpul sebanyak 0,46 kg/pohon [2].

Daun cengkeh merupakan hasil dari pohon cengkeh yang belum banyak dimanfaatkan oleh petani dibandingkan dengan bunga atau tangkai cengkeh yang banyak digunakan untuk industri rokok dan makanan [3]. Minyak daun cengkeh mengandung komponen utama yaitu eugenol (80%- 90%) dan kariofilena [4]. Saat ini usaha pemanfaatan eugenol mulai banyak dilakukan. Dua senyawa turunan eugenol yang banyak dimanfaatkan adalah metileugenol dan metilisoeugenol. Metileugenol dapat dibuat dari reaksi metilasi senyawa eugenol dan dapat digunakan sebagai *sex attractant* dalam jumlah sedikit. Metileugenol memiliki gugus allil yang dapat diubah menjadi gugus alkohol yang selanjutnya dapat dioksidasi menjadi senyawa aldehid (3-(3,4-dimetoksifenil)-propanal) yang merupakan senyawa antara dalam sintesis turunan antibiotik C-9154.

Pohon cengkeh memiliki bau yang khas yang berasal dari minyak atsiri yang terdapat bunga (10-20%), gagang (5-10%) dan daun (1-4%) [1]. Daun cengkeh mengandung minyak 1-4% baik daun kering maupun daun segar, sehingga dapat ekstraksi menjadi minyak atsiri yang bernilai ekonomis tinggi. Komponen terbesar yang terdapat dalam minyak atsiri cengkeh adalah eugenol sebesar 70-80%. Pada umumnya daun cengkeh cenderung dibuang karena dianggap sebagai sampah padahal dapat menghasilkan minyak serta memiliki nilai lebih ekonomis.

Bahan dan Metode

Peralatan yang digunakan adalah rangkaian alat destilasi uap, corong pisah, corong biasa, gelas ukur, gelas kimia, tabung reaksi, stopwatch, timbangan digital, alumunium foil, colokan, labu ukur; pipet; seperangkat alat IR dan GC-MS. Bahan yang digunakan adalah daun cengkeh (*Syzygium aromaticum*) yaitu daun kering dan daun segar, Na₂SO₄, aquades, es batu.

Tahap Preparasi Sampel

Perlakuan untuk daun cengkeh kering dipetik dari pohon, kemudian dikumpulkan, dikeringkan dibawah sinar matahari secara langsung selama beberapa hari sampai kering. Setelah itu dihaluskan, ditimbang, dimasukan kedalam labu, ditambahkan aquades. Kemudian proses destilasi uap dimulai. Untuk daun cengkeh segar, dipetik dari pohon, kemudian dikumpulkan, diiris. Setelah itu dihaluskan, ditimbang, dimasukan kedalam labu kejal, diisi aquades, dilakukan destilasi uap.

Daun cengkeh kering, sebanyak 30 gram, aquades 800 ml dimasukan kedalam labu desilasi, digabungkan pada alat destilasi uap hingga sampel mendidih, hitung waktu sampai menghasilkan minyak. Proses yang sama menggunakan daun cengkeh segar hingga menghasilkan minyak.

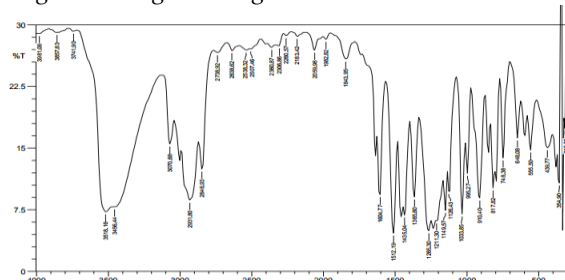
Hasil dan Pembahasan

Destilasi Uap

Sebanyak 30 gram, daun cengkeh kering dan segar digunakan untuk proses ekstraksi. Proses ekstraksi menggunakan metode destilasi uap. Destilasi uap merupakan pemisahan yang menggunakan penambahan uap pada bahan yang akan didestilasi. Metode destilasi uap pada daun cengkeh kering dan segar masing-masing dilakukan 5 kali proses pengulangan.

Sampel digerus kemudian ditimbang sebanyak 300 gram dan dimasukkan kedalam labu destilasi, selanjutnya ditambahkan aquades sebanyak 800 mL. Dipanaskan pada rangkaian alat destilasi uap selama 3 jam, uap yang dihasilkan dikondensasi dan distilat yang berupa campuran minyak dan air dipisahkan dengan menggunakan corong pemisah. Perolehan minyak dikeringkan dengan sodium sulfat anhidrat (Na₂SO₄) untuk memisahkan minyak dari sisa air yang masih tertinggal dan menghasilkan minyak daun cengkeh segar dan kering.

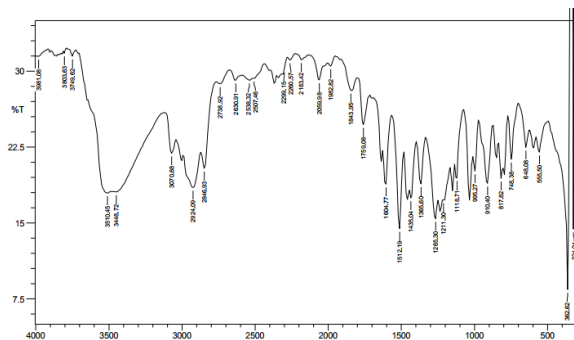
Identifikasi Inframerah Minyak Atsiri (MA) Daun Cengkeh Kering Dan Segar



Gambar 1. Identifikasi gugus fungsi minyak atsiri (MA) daun cengkeh kering menggunakan IR.

Tabel 1. Data inframerah minyak atsiri daun cengkeh kering

λ (cm ⁻¹)	Intensitas	Bentuk pita	Dugaan gugus
3518,16-3456,44	Kuat	Lebar	OH
2931,8-2846,3	Kuat	Tajam	C-H alifatik
3070,68	Lemah	Tajam	C-H benzena
1604,77	Kuat	Tajam	Benzena

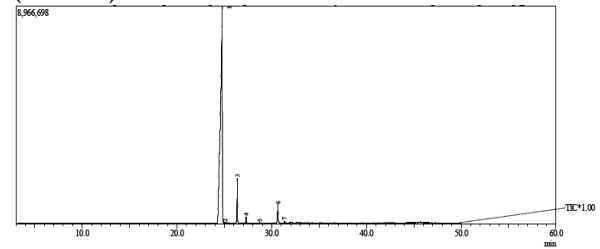


Gambar 2. Identifikasi gugus fungsi minyak atsiri (MA) daun cengkeh segar menggunakan IR.

Tabel 2. Data inframerah minyak atsiri daun cengkeh segar.

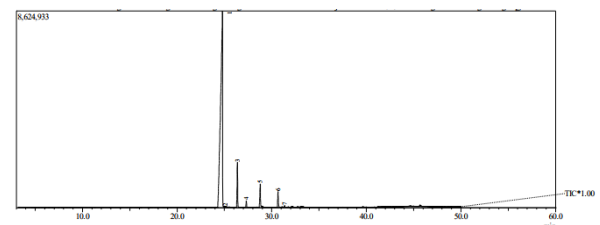
λ (cm ⁻¹)	Intensitas	Bentuk pita	Dugaan gugus
3510,45-3448,72	Sedang	Lebar	OH
2924,09-2846,93	Sedang	Tajam	C-H alifatik
3070,68	Sedang	Tajam	C-H benzene
1604,77	Sedang	Tajam	Benzena

Analisis Gas Chromatography-Mass Spektrometry (GC-MS)



Gambar 3. Hasil GC-MS minyak atsiri daun cengkeh kering.

Hasil analisis kromatogram GC dipaparkan pada Gambar 3 menunjukkan adanya 7 puncak yang artinya ada 7 senyawa. Senyawa yang paling dominan teridentifikasi adalah senyawa dengan nomor puncak 1, 3, 5, dan 6. Analisis dengan spektra massa menunjukkan bahwa spektra massa puncak 1 adalah senyawa eugenol dan spektra massa puncak 3 yaitu kariofilen.



Gambar 4. Identifikasi GC-MS minyak atsiri (MA) daun cengkeh segar.

Hasil analisis kromatogram GC dipaparkan pada Gambar 4 menunjukkan adanya 7 puncak yang artinya ada 7 senyawa. Senyawa yang paling dominan teridentifikasi adalah senyawa dengan nomor puncak 1, 3, 5, dan 6. Analisis dengan spektra massa menunjukkan bahwa spektra massa puncak 1 dan 5 adalah senyawa eugenol dan spektra massa puncak 3 dan 6 adalah senyawa kariofilen. Senyawa-senyawa ini memiliki aktivitas antelmintik, antijamur, antibakteri, dan antioksidan [5-7]. Eugenol juga merupakan bahan dasar sintesis 2-hidroksi-3-metoksi-5-propil asetofenon [8].

Kesimpulan

Komponen-komponen utama minyak daun cengkeh segar dan kering yaitu eugenol dan kariofilen.

Daftar Pustaka

1. Nurdjannah, N., Diversifikasi penggunaan cengkeh. *Perspektif* **2016**, 3, (2), 61-70.
2. Listyoarti, F. A.; Nilatari, L. L.; Prihatini, P.; Mahfud, M., Perbandingan Antara Metode Hydro-Distillation dan Steam-Hydro Distillation dengan pemanfaatan Microwave Terhadap Jumlah Rendemenserta Mutu Minyak Daun Cengkeh. *Jurnal Teknik ITS* **2014**, 3, (1), F39-F43.
3. Supriatna, A.; Rambitan, U. N.; Sumangat, D.; Nurdjannah, N., Analisis sitem perencanaan model pengembangan agroindustri minyak daun cengkeh: studi kasus di Sulawesi Utara. *Buletin Penelitian Tanaman Rempah dan Obat* **2015**, 15, (1), 1-18.
4. Ngadiwiyana, N.; Ismiyarto, I.; Jumina, J.; Anwar, C., Sintesis 3-(3, 4-Dimetoksifenil)-Propanal sebagai Senyawa Antara dalam Pembuatan Turunan Antibiotik C-9154 dari Minyak Daun Cengkeh. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi* **2008**, 11, (2), 38-42.
5. Pessoa, L.; Morais, S.; Bevilaqua, C.; Luciano, J., Anthelmintic activity of essential oil of *Ocimum gratissimum* Linn. and eugenol against *Haemonchus contortus*. *Veterinary parasitology* **2002**, 109, (1-2), 59-63.
6. Deans, S.; Noble, R.; Hiltunen, R.; Wuryani, W.; Penzes, L., Antimicrobial and antioxidant properties of *Syzygium aromaticum* (L.) Merr. & Perry: impact upon bacteria, fungi and fatty acid levels in ageing mice. *Flavour and Fragrance Journal* **1995**, 10, (5), 323-328.
7. Pinto, E.; Vale-Silva, L.; Cavaleiro, C.; Salgueiro, L., Antifungal activity of the clove essential oil from *Syzygium aromaticum* on *Candida*, *Aspergillus* and dermatophyte species. *Journal of medical microbiology* **2009**, 58, (11), 1454-1462.
8. Wulansari, F. D.; Matsjeh, S., Sintesis 2-hidroksi-3-metoksi-5-propil asetofenon dari Eugenol. **2010**.

Penggunaan kombinasi adsorben sebagai media filtrasi dalam menurunkan kadar fosfat dan amonia air limbah laundry

Septiany Palilingan^{*a}, Meity Pungus^b, Farly Tumimomor^c

^a Program Studi Kimia FMIPA UNIMA di Tondano, 95619, Indonesia

^b Program Studi IKM FIK UNIMA di Tondano, 95619, Indonesia

^c Program Studi Fisika FMIPA UNIMA di Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 12 Agustus 2019

Disetujui 9 September 2019

Key words:

Laundry wastewater,
adsorbent,
phosphate, and
ammonia

Kata kunci:

Air limbah laundry,
adsorben,
fosfat, dan
amonia

ABSTRACT

Wastewater of detergent residual that comes from the washing process (laundry) has the potential to pollute environmental sustainability such as rivers and soil if it is thrown away in large volumes without any prior processing. Easy and inexpensive methods for processing laundry wastewater for household-scale have been carried out and proven to reduce levels of pollutants contained in laundry wastewater such as phosphate and ammonia. This study aims to determine the effect of the use of filtration media using a combination of activated charcoal adsorbent, zeolite, silica sand, anthracite and ferolite in reducing phosphate and ammonia levels in laundry wastewater. Based on the results of laboratory tests on the parameters of phosphate and ammonia test, it was found that after the filtration process, there was a decrease in phosphate and ammonia levels in the samples of laundry wastewater by 83.3% and 63.6% respectively. Thus, from the research data, it can be concluded that the filtration media in the form of a combination of adsorbents used in this study proved to be able to reduce phosphate and ammonia levels in samples of laundry wastewater.

ABSTRAK

Air limbah sisa deterjen yang berasal dari pencucian pakaian (laundry) berpotensi mencemari kelestarian lingkungan seperti sungai dan tanah jika dibuang dalam volume yang besar tanpa ada pengolahan terlebih dahulu. Metode pengolahan air limbah laundry yang mudah dan murah untuk skala rumah tangga telah dilakukan dan terbukti dapat menurunkan kadar polutan-polutan yang terkandung dalam air limbah laundry seperti fosfat dan amonia. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penggunaan media filtrasi menggunakan kombinasi adsorben arang aktif, zeolit, pasir silika, antrasit dan ferolit dalam menurunkan kadar fosfat dan amonia dalam air limbah laundry. Berdasarkan hasil uji laboratorium terhadap parameter uji fosfat dan amonia didapatkan hasil bahwa setelah proses filtrasi, terjadi penurunan kadar fosfat dan amonia dalam sampel air limbah laundry masing-masing sebesar 83,3% dan 63,6%. Dengan demikian, dari data hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa media filtrasi berupa kombinasi adsorben yang digunakan dalam penelitian ini terbukti dapat menurunkan kadar fosfat dan amonia pada sampel air limbah laundry.

*e-mail: spalilingan@gmail.com

*Telp/Hp: 085256407756

Pendahuluan

Semua makhluk hidup memerlukan air, karena air merupakan sumber kehidupan. Tanpa air makhluk hidup tidak dapat menjaga kelangsungan hidupnya termasuk manusia. Kebutuhan akan air yang semakin bertambah menyebabkan semakin bertambah pula penggunaan dan pemakaian air untuk

memenuhi kebutuhan hidup manusia. Adanya peningkatan penggunaan dan pemakaian air, dipastikan akan menghasilkan air sisa buangan berupa limbah, dimana sekitar 85% air limbah tersebut masuk ke badan perairan dan berakibat pada proses *selfpurification* yang tidak seimbang. Air limbah yang dibuang ke badan perairan dalam volume yang besar dan waktu

yang lama dapat menyebabkan pencemaran terhadap lingkungan [1].

Pencemaran air limbah dapat bersumber dari limbah industri, limbah rumah tangga, ataupun limbah yang berasal dari proses pencucian pakaian (*laundry*) atau disebut juga air limbah domestik [1]. Menurut Kepmen LH Nomor 112 Tahun 2003, pasal 1 ayat 1 menyatakan bahwa air limbah domestik merupakan air limbah yang berasal dari usaha dan atau kegiatan permukiman, apartemen, asrama, rumah makan, perkantoran dan perniagaan.

Komposisi air limbah atau limbah cair terdiri atas 99,9% air dan sisanya bahan padat [2]. Air limbah atau limbah cair mengandung padatan terlarut maupun padatan tersuspensi yang dapat mengalami perubahan fisik, kimia maupun hayati yang akan menghasilkan zat beracun (toksik) yang berbahaya bagi kehidupan. Limbah yang mengandung detergen, sabun dan mikroorganisme biasanya berasal dari air bekas cucian, air bekas kamar mandi, dan air bekas cuci perabot [3]. Detergen atau sabun merupakan bahan yang paling banyak dipakai dalam mencuci pakaian sehari-hari. Tidak tersedianya waktu akibat kesibukan bekerja membuat banyak orang menggunakan jasa *laundry* untuk mencuci dan menyetrিকা pakaian. Semakin banyaknya orang yang menggunakan jasa *laundry*, akan berdampak pada semakin banyaknya penggunaan deterjen. Keberadaan detergen pada badan perairan dalam kadar yang tinggi dan melebihi baku mutu yang telah ditetapkan, dapat menyebabkan pencemaran lingkungan.

Air limbah atau limbah cair *laundry* berupa air sisa deterjen mengandung beberapa bahan kimia seperti fosfat (70-80%), surfaktan (20-30%), amonia dan nitrogen serta kadar padatan terlarut, kekeruhan, BOD (*Biological Oxygen Demands*), dan COD (*Chemical Oxygen Demands*) [4]. Komposisi bahan kimia terbesar yang terkandung dalam air limbah atau limbah cair *laundry* adalah fosfat, di mana fosfat sendiri merupakan salah satu bahan baku pembentuk detergen yang diidentifikasi dapat memberikan pengaruh secara langsung maupun tidak langsung terhadap manusia dan kelestarian lingkungannya termasuk lingkungan perairan. Begitu pula dengan

amonia, di mana adanya kadar amonia yang tinggi dalam badan air mengindikasikan adanya pencemaran yang salah satunya disebabkan oleh buangan air limbah *laundry* [5]. Jika air limbah *laundry* ini dibuang begitu saja ke saluran air secara terus-menerus tanpa adanya pengolahan terlebih dahulu, maka tentu saja akan berdampak negatif terhadap kelestarian lingkungan.

Oleh karena itu, untuk mengatasi masalah ini diperlukan suatu upaya penanggulangan melalui metode pengolahan air limbah *laundry* yang mudah dan murah untuk skala rumah tangga dan dapat menurunkan kadar polutan-polutan pencemar lingkungan. Metode yang digunakan dalam proses pengolahan air limbah ini adalah melalui proses filtrasi. Proses filtrasi akan melibatkan proses adsorpsi polutan menggunakan kombinasi adsorben arang aktif, zeolit, pasir silika, antrasit dan ferolit yang memiliki luas permukaan yang besar sehingga dapat menyerap polutan-polutan yang ada dalam air limbah *laundry* khususnya fosfat dan amonia. Metode filtrasi ini dapat mengurangi kadar polutan dalam air limbah *laundry* tanpa menggunakan bahan kimia dalam pengoperasiannya. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penggunaan media filtrasi menggunakan kombinasi adsorben arang aktif, zeolit, pasir silika, antrasit dan ferolit dalam menurunkan kadar fosfat dan amonia dalam air limbah *laundry*.

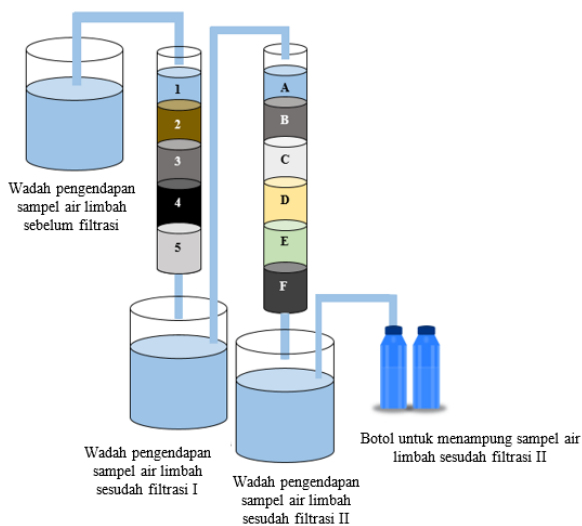
Bahan dan Metode

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Terpadu FMIPA Universitas Negeri Manado untuk proses filtrasi dan pengambilan sampel, sedangkan untuk analisis sampel air limbah *laundry* untuk parameter uji kadar fosfat dan amonia dilaksanakan di Laboratorium Balai Teknologi Kesehatan Lingkungan dan Pemberantasan Penyakit (BTKLPP) Kelas I Manado dan Laboratorium Balai Riset dan Standarisasi (Baristand) Industri Manado.

Bahan-bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah adsorben-adsorben alam yaitu arang aktif dari tempurung kelapa, butiran zeolit, pasir silika, antrasit, ferolit (pasir aktif), batu kerikil kecil diameter 0,5 – 1 cm,

ijuk, pasir biasa, arang biasa serta air limbah dari sisa buangan pencucian *laundry*. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah untuk proses filtrasi dibutuhkan botol plastik bekas air mineral berkapasitas 1,5 L sebagai botol filtrasi (sebagai wadah adsorben), busa filter, dan botol penampung sampel dan alat-alat pendukung yang lain. Bahan dan alat untuk analisis sampel hasil filtrasi dianalisis di Laboratoium Balai Riset dan Standarisasi (Baristand) Industri Manado.

Pembuatan Rangkaian Media Filtrasi



Gambar 1.Rangkaian Proses Filtrasi Sederhana Limbah Cair *Laundry*

Keterangan Gambar :

1. Air limbah sebelum filtrasi
2. Adsorben Pasir halus
3. Adsorben Arang
4. Adsorben Ijuk
5. Adsorben Kerikil kecil
- A. Air limbah setelah filtrasi I
- B. Adsorben Antrasit
- C. Adsorben Pasir Silika
- D. Adsorben Pasir Aktif (Ferolit)
- E. Adsorben Zeolit
- F. Adsorben Arang Aktif

Untuk pembuatan rangkaian media filtrasi, disiapkan 9 buah botol plastik bekas air mineral dengan kapasitas 1,5 L yang sudah dicuci bersih dan dikeringkan. Tiap botol plastik dipotong bagian bawahnya hingga tingginya mencapai ± 30 cm. Kemudian pada bagian atas botol (mulut botol), tutup botolnya

dikeluarkan dan dibiarkan terbuka. Tiap botol dimasukkan busa filter dengan diameter yang sama dengan diameter botol, yaitu 8 cm, pada posisi di atas mulut botol jika botol diposisikan terbalik. Kemudian, dimasukkan pada tiap botol, adsorben-adsorben yang diperlukan dalam proses filtrasi, dengan ketinggian yang sama yaitu ± 18 cm, mulai dari batas busa filter hingga ke bagian atas botol. Proses filtrasi dilakukan dalam dua tahap, pada tahap pertama, tiap botol yang sudah berisi adsorben yang sudah dalam posisi terbalik disusun/dirangkai menjadi empat susun, dengan urutan seperti yang diilustrasikan pada Gambar 1. Pada tahap filtrasi kedua tiap botol yang sudah berisi adsorben yang sudah dalam posisi terbalik juga disusun/dirangkai menjadi lima susun, dengan urutan seperti yang diilustrasikan pada Gambar 1. Kemudian disediakan wadah yang lain sebagai wadah pengendapan air limbah sebelum filtrasi, wadah pengendapan air limbah setelah filtrasi pertama dan filtrasi kedua (Gambar 1). Setelah rangkaian media proses filtrasi disiapkan, maka proses filtrasi dilakukan sesuai urutan proses yang digambarkan pada Gambar 1.

Pengambilan Sampel Air Limbah Hasil Filtrasi

Setelah rangkaian media filtrasi disiapkan, selanjutnya air limbah dalam wadah pengendapan yang akan difiltrasi dituangkan ke dalam rangkaian botol filtrasi pertama, dan ditampung dalam wadah pengendapan filtrasi pertama, dan air limbah dalam wadah pengendapan filtrasi pertama dituangkan ke dalam rangkaian botol filtrasi kedua dan ditampung dalam wadah pengendapan filtrasi kedua. Air limbah yang telah difiltrasi dua tahap tersebut kemudian diambil dan ditampung dalam botol penampungan sampel (1,5 L) untuk dianalisis. Pengambilan sampel dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

Analisis Sampel Air limbah Hasil Filtrasi

Sampel air limbah yang sudah difiltrasi dan ditampung dalam botol penampungan sampel, selanjutnya dianalisis berdasarkan parameter uji kadar fosfat dan amonia di Laboratoium Balai Riset dan Standarisasi (Baristand) Industri Manado.

Hasil dan Pembahasan

Setelah dilakukan analisis dan pengujian parameter kadar fosfat dan amonia terhadap sampel air limbah *laundry* sebelum dan

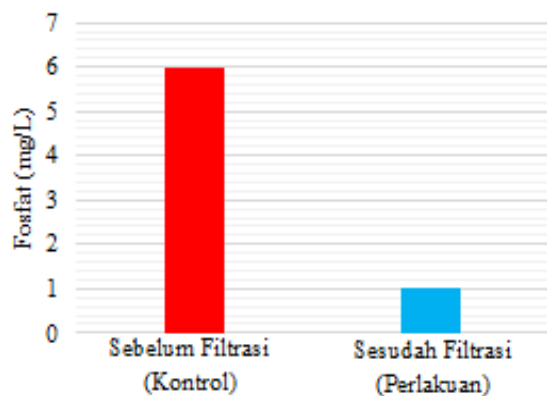
sesudah dilakukan proses filtrasi, didapatkan hasil tiap parameter pada Tabel 1 sebagai berikut :

Tabel 1. Hasil Uji Laboratorium Sampel Air limbah *Laundry*

No.	Parameter Uji	Satuan	Rerata Sebelum Filtrasi (Kontrol)	Rerata Sesudah Filtrasi (Perlakuan)	Penurunan Kadar Parameter Uji (%)
1.	Fosfat	mg/L	6	1	83,3
2.	Amonia	mg/L	11	4	63,6

Parameter Uji : Kadar Fosfat

Data parameter uji kadar fosfat digambarkan dalam bentuk diagram (Gambar 2) di bawah ini :



Gambar 2. Data Rerata Kadar Fosfat

Berdasarkan data yang ditampilkan pada Gambar 2, terdapat perbedaan kadar fosfat yang signifikan antara sampel kontrol dengan sampel perlakuan atau sampel hasil filtrasi, dimana persentase penurunan kadar fosfat sebelum dan sesudah perlakuan filtrasi sebesar 83% yaitu dari 6 mg/L menjadi 1 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa adanya proses filtrasi dapat menurunkan kadar fosfat pada sampel air limbah *laundry* secara signifikan. Hasil ini diperkuat dengan hasil analisis statistika melalui uji beda rerata (uji t) yang menunjukkan bahwa terdapat signifikansi perbedaan rerata kadar fosfat pada sampel kontrol dan sampel perlakuan yang dilihat dari nilai peluang $p(0,009) < 0,05$. Nilai ini menunjukkan bahwa adanya perlakuan filtrasi menggunakan media filtrasi berupa kombinasi adsorben memberikan pengaruh yang signifikan terhadap penurunan kadar fosfat pada sampel air limbah *laundry*.

Penurunan kadar fosfat hingga 83,3%

dalam penelitian ini dilaporkan lebih tinggi daripada penelitian pengolahan air limbah *laundry* dengan menggunakan metode *biosand filter*, di mana dapat menurunkan kadar fosfat sebesar 74,32%. Akan tetapi, dalam penelitian tersebut proses biofiltrasi yang dilakukan melalui metode *biosand filter* membutuhkan waktu yang lebih lama hingga mencapai 30 hari [6]. Dalam penelitian ini penurunan kadar fosfat sebesar 83,3% diperoleh melalui proses filtrasi yang berlangsung dengan waktu kontak yang lebih cepat yaitu dalam hitungan menit saja, sehingga diduga persentase penurunan kadar fosfat akan lebih tinggi lagi jika waktu kontak sampel air limbah dengan adsorben saat proses filtrasi lebih lama. Hasil yang berbeda diperoleh dari penelitian filtrasi melalui adsorpsi kadar fosfat pada sampel air limbah *laundry* menggunakan kombinasi adsorben karbon aktif, pasir, karbon aktif dan pasir silika yang mampu menurunkan kadar fosfat hingga 98,78%, yang artinya penelitian ini hampir menghilangkan semua kadar fosfat yang terkandung dalam sampel limbah *laundry* [7]. Akan tetapi, dalam penelitian tersebut digunakan adsorben dengan volume yang dua kali lebih besar dari volume adsorben yang digunakan dalam penelitian ini, sehingga jika volume adsorben yang digunakan lebih diperbesar maka diduga akan memperbesar pula persentase penurunan kadar fosfat dalam sampel limbah *laundry*.

Dalam air limbah *laundry* yang merupakan air sisa cucian detergen, fosfat sendiri merupakan bahan kimia polutan dengan komposisi paling besar yang menyusun detergen yaitu sebesar 70-80% [4]. Kandungan fosfat dalam detergen yang cukup besar ini membuat air limbah dari proses pencucian juga

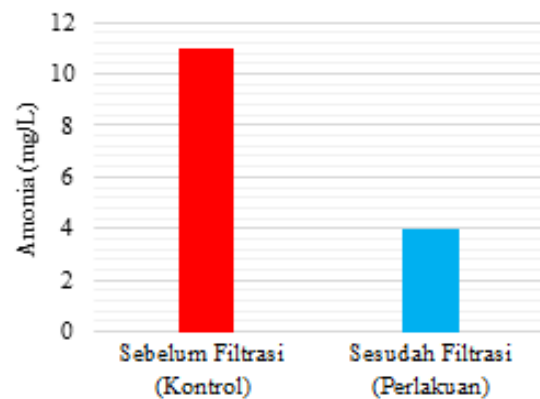
akan mempunyai kandungan fosfat yang cukup tinggi. Fosfat dalam detergen merupakan makronutrien bagi tanaman; kelebihan fosfat pada badan air dapat merangsang pertumbuhan tanaman air dan biasa disebut eutrofikasi [8]. Air dikatakan eutrofik jika kadar fosfat dalam air 35-100 µg/L. Kondisi eutrofik, sangat memungkinkan alga dan tumbuhan air mikroskopis dapat tumbuh berkembang biak dengan cepat. Keadaan ini menyebabkan kualitas air menjadi menurun, karena rendahnya kadar oksigen terlarut bahkan sampai batas nol, sehingga menyebabkan kematian makhluk hidup seperti ikan dan spesies lain yang hidup di air [1]. Untuk itu upaya untuk menurunkan kadar fosfat dalam air limbah *laundry* menjadi sangat penting, mengingat kandungan fosfat dalam air limbah *laundry* termasuk yang paling tinggi dibandingkan kandungan polutan lain dan berpotensi mencemari lingkungan terutama lingkungan perairan. Dengan adanya proses filtrasi air limbah *laundry* dalam penelitian ini, telah berkontribusi dalam memberikan alternatif solusi pengolahan limbah *laundry* sebelum dibuang ke lingkungan, karena ternyata hasil penelitian ini membuktikan bahwa proses filtrasi dengan menggunakan media filtrasi berupa kombinasi adsorben-adsorben alam dapat dengan signifikan menurunkan kadar fosfat hingga 83,3%.

Penurunan kadar fosfat hasil filtrasi pada sampel air limbah *laundry* pada penelitian ini ternyata juga mampu diturunkan hingga di bawah batas maksimum baku mutu air limbah industri detergen yang ditetapkan Kementerian Lingkungan Hidup menurut Permen LH No. 5 Tahun 2014 yaitu batas maksimum fosfat yang ditetapkan yaitu 2 mg/L, sedangkan kadar fosfat hasil filtrasi dapat diturunkan hingga 1 mg/L, yang artinya adanya perlakuan filtrasi pada sampel air limbah *laundry* telah menurunkan kadar fosfat hingga memenuhi baku mutu yang ditetapkan.

Parameter Uji : Kadar Amonia

Data parameter uji kadar amonia digambarkan dalam bentuk diagram. Berdasarkan data yang ditampilkan pada Gambar 3, terdapat perbedaan kadar amonia yang signifikan antara sampel kontrol dengan

sampel perlakuan atau sampel hasil filtrasi, dimana persentase penurunan kadar amonia sebelum dan sesudah perlakuan filtrasi sebesar 63,6% dari 11 mg/L menjadi 4 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa adanya proses filtrasi dapat menurunkan kadar amonia pada sampel air limbah *laundry*. Seperti pada kadar fosfat, hasil ini diperkuat dengan hasil analisis statistika melalui uji beda rerata (uji t) yang menunjukkan bahwa terdapat signifikansi perbedaan rerata kadar amonia pada sampel kontrol dan sampel perlakuan yang dilihat dari nilai peluang $p(0,0025) < 0,05$. Nilai ini menunjukkan bahwa adanya perlakuan filtrasi menggunakan media filtrasi berupa kombinasi adsorben memberikan pengaruh yang signifikan terhadap penurunan kadar amonia pada sampel air limbah *laundry*.



Gambar 3. Data Rerata Kadar Amonia

Penurunan kadar amonia sebesar 63,6% dalam penelitian ini dilaporkan lebih tinggi dari penelitian yang telah dilakukan tentang adsorpsi amonia menggunakan adsorben karbon aktif dengan lama kontak selama 7 menit yang mampu menurunkan kadar amonia dalam sampel limbah cair industri tahu sebesar 35% [9]. Akan tetapi, sebaliknya penurunan kadar amonia dalam penelitian ini dilaporkan masih lebih rendah dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan tentang biofiltrasi limbah cair rumah sakit menggunakan biofilter eceng gondok selama 6 hari kontak dan mampu menurunkan kadar amonia hingga 98% [10]. Meski demikian, perbedaan proses filtrasi dalam penelitian ini dibandingkan kedua penelitian di atas adalah telah menggunakan multi adsorben alam sebagai media filtrasi serta waktu filtrasi berlangsung dengan lebih cepat.

Dalam perairan, kadar amonia yang terukur berupa amonia total (NH_3 dan NH_4^+). Amonia bebas (NH_3) tidak dapat terionisasi, sedangkan amonium (NH_4^+) dapat terionisasi. Amonia bebas (NH_3) yang tidak terionisasi ini dapat bersifat toksik terhadap organisme akuatik. Toksisitas amonia terhadap organisme akuatik akan meningkat jika terjadi penurunan kadar oksigen terlarut, pH dan suhu. Amonia jarang ditemukan pada perairan yang cukup suplai oksigennya, sebaliknya pada daerah anaerobik yang biasanya berada di dasar perairan, kadar amonia sangatlah tinggi [5]. Dengan adanya proses filtrasi pada sampel air limbah *laundry*, maka tentu saja kadar amonia bebas yang terdapat dalam sampel air limbah *laundry* dapat diturunkan hingga 63,6%, itu tandanya adanya perlakuan filtrasi dapat menurunkan kadar amonia secara signifikan. Kombinasi adsorben yang digunakan dalam penelitian ini terbukti efektif dalam menurunkan kadar amonia, di mana amonia terjepit dalam pori-pori adsorben.

Dalam penelitian ini, penurunan kadar amonia hasil filtrasi pada sampel air limbah *laundry*, ternyata juga mampu diturunkan hingga jauh di bawah batas maksimum baku mutu air limbah domestik yang ditetapkan Kementerian Lingkungan Hidup menurut Permen LH No. 68 Tahun 2016 yaitu batas maksimum amonia yang ditetapkan yaitu 10 mg/L, sedangkan kadar amonia hasil filtrasi dalam penelitian ini dapat diturunkan hingga 4 mg/L, yang artinya adanya perlakuan filtrasi pada sampel air limbah *laundry* telah menurunkan kadar amonia hingga memenuhi baku mutu yang ditetapkan.

Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan diatas, dapat disimpulkan bahwa penggunaan kombinasi adsorben alam seperti arang aktif, zeolit, pasir silika, ferolit dan antrasit sebagai media filtrasi terbukti dapat menurunkan secara signifikan kadar fosfat dan amonia yang terkandung dalam sampel air limbah *laundry* yaitu sebesar 83,3% dan 63,6%.

Daftar Pustaka

1. Yunarsi, N. M.; Manurung, M.; Putra, K. G. D., Efektifitas Membran Khitosan Dari Kulit Udang Galah (*Macrobrachium Rosenbergii*) Untuk Menurunkan Fosfat Dalam Air Limbah *Laundry*. *Cakra Kimia* **2013**. 1 (2): 25–32.
2. Mahida. Pencemaran Air Dan Pemanfaatan Limbah Industri. Jakarta: CV Rajawali. **1995**.
3. Soemirat, T. Kesehatan Lingkungan. Yogyakarta: Gajamada University Press. **1996**.
4. Jamil, A.; El-Dessouky, H., Design of a Modified Low Cost Treatment System for the Recycling and Reuse of Laundry Waste Water. *Resources, Conservation and Recycling*. **2008**. 52 (7): 973–78.
5. Effendi, H., Telaah Kualitas Air Bagi Pengelolaan Sumber Daya Dan Lingkungan Perairan. Yogyakarta: Kanisius. **2003**.
6. Astuti, S.W.; Sinaga, M. S., Pengolahan Limbah *Laundry* Menggunakan Metode *Biosand Filter* Untuk Mendegradasi Fosfat. *Teknik Kimia USU* **2015** 4 (2): 53–58.
7. Aliaman. Pengaruh Absorpsi Karbon Aktif & Pasir Silika Terhadap Penurunan Kadar Besi (Fe), Fosfat (PO_4^{2-}), dan Deterjen Dalam Limbah *Laundry*. Universitas Negeri Yogyakarta. **2017**.
8. Sasongko, L. A., Pencemaran Air Sungai Tuk Akibat Air Limbah Domestik (Studi Kasus Kelurahan Bendan Ngisor Dan Kelurahan Sampangan Kecamatan Gajah Mungkur Kota Semarang. *Momentum* **2008** 4 (1): 48–55.
9. Roesiani, L., Keefektifan Lama Kontak Karbon Aktif Terhadap Penurunan Kadar Amonia Limbah Cair Industri Tahu Di Desa Teguhan Sragen Wetan Sragen. Universitas Muhammadiyah Surakarta. **2015**.
10. Zaman, B.; Endro S., Kemampuan Penyerapan Eceng Gondok Terhadap Amoniak Dalam Limbah Rumah Sakit Berdasarkan Umur dan Lama Kontak (Studi Kasus : RS Panti Wilasa, Semarang). *PRESIPITASI* **2006** 1 (1): 49–54.

Penurunan kadar BOD dan COD dalam limbah cair *laundry* menggunakan kombinasi adsorben alam sebagai media filtrasi

Meity Pungus^{*a}, Septiany Palilingan^b, Farly Tumimomor^c

^a Program Studi Ilmu Kesehatan Masyarakat FIK UNIMA, Tondano, 95619, Indonesia

^b Program Studi Kimia FMIPA UNIMA, Tondano, 95619, Indonesia

^c Program Studi Fisika FMIPA UNIMA, Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 12 Agustus 2019

Disetujui 26 Oktober 2019

Key words:

Laundry wastewater,
Adsorbent,
BOD and
COD

Kata kunci:

Limbah cair laundry,
Adsorben,
BOD dan
COD

ABSTRACT

Laundry wastewater treatment methods that had been carried out were easy and inexpensive for household scale and had been proven to reduce levels of organic pollutants. Two parameters that can indicate the presence of organic pollutants in laundry wastewater are Biological Oxygen Demand (BOD) and Chemical Oxygen Demand (COD). This study aimed to determine the effect of filtration media application from the adsorbent combination of activated carbon, zeolite, silica sand, anthracite and ferolite in reducing levels of BOD and COD in laundry wastewater. Based on the results of laboratory tests on the BOD and COD test parameters, it was found that after the filtration process there was a decrease in the BOD and COD levels in the laundry wastewater samples by 53 % and 54 % respectively. The results of the statistical analysis also showed that the presence of filtration treatment had a significant effect in reducing levels of BOD and COD in laundry wastewater samples. Thus, it can be concluded that the presence of filtration treatment is proven to significantly reduce BOD and COD levels which can also indicate decreased levels of organic pollutants contained in laundry wastewater.

ABSTRAK

Telah dilakukan metode pengolahan limbah cair *laundry* yang mudah dan murah untuk skala rumah tangga dan terbukti dapat menurunkan kadar polutan-polutan organik pencemar lingkungan. Dua parameter yang dapat mengindikasikan keberadaan polutan organik dalam limbah cair *laundry* adalah *Biological Oxygen Demand* (BOD) dan *Chemical Oxygen Demand* (COD). Tujuan dari penelitian ini untuk mengetahui pengaruh penggunaan media filtrasi berupa kombinasi adsorben arang aktif, zeolit, pasir silika, antrasit dan ferolit dalam menurunkan kadar BOD dan COD dalam limbah cair *laundry*. Berdasarkan hasil uji laboratorium terhadap parameter uji BOD dan COD didapatkan hasil bahwa setelah proses filtrasi terjadi penurunan kadar BOD dan COD dalam sampel limbah cair *laundry* masing-masing sebesar 53% dan 54%. Hasil analisis statistika pun menunjukkan bahwa adanya perlakuan filtrasi berpengaruh secara signifikan dalam menurunkan kadar BOD dan COD dalam sampel limbah cair *laundry*. Dengan demikian, dapat disimpulkan bahwa adanya perlakuan filtrasi terbukti dapat menurunkan kadar BOD dan COD secara signifikan yang juga dapat mengindikasikan menurunnya kadar polutan-polutan organik yang terkandung dalam limbah cair *laundry*.

*e-mail: spalilingan@gmail.com

*Hp: 085256407756

Pendahuluan

Air merupakan sumber kehidupan, setiap saat semua makhluk hidup membutuhkan air untuk hidup. Peningkatan penggunaan dan proses pemakaian air dipastikan menghasilkan sisa buangan berupa

limbah, bahkan sekitar 85% limbah masuk ke badan perairan dan berakibat pada proses *selfpurification* yang tidak berjalan seimbang. Limbah cair yang dibuang ke lingkungan perairan dalam jumlah besar dan dalam waktu lama dapat mengakibatkan pencemaran

lingkungan. Pencemaran limbah cair bisa berasal dari limbah cair domestik berupa limbah cair yang dihasilkan dari aktivitas industri, rumah tangga, maupun dari proses pencucian pakaian (*laundry*) [1]. Keputusan Menteri Lingkungan Hidup No. 112 Tahun 2003, pasal 1 ayat 1 menyebutkan bahwa air limbah yang berasal dari usaha dan atau kegiatan pemukiman, perkantoran, perniagaan, apartemen, rumah makan dan asrama tergolong sebagai air limbah domestik.

Limbah cair merupakan limbah yang berwujud cair yang terdiri atas 99,9% air dan sisanya bahan padat [2]. Limbah cair mengandung padatan terlarut maupun padatan tersuspensi yang dapat mengalami perubahan fisik, kimia maupun hayati yang akan membentuk zat toksik yang berbahaya bagi kehidupan. Air bekas cucian, kamar mandi, dan cuci perabot digolongkan sebagai limbah yang mengandung detergen, sabun dan mikroorganisme [3]. Dalam mencuci pakaian sehari-hari, detergen atau sabun merupakan bahan yang paling banyak digunakan, dan karena kesibukan bekerja, kebanyakan orang lebih memilih menggunakan jasa *laundry* untuk mencuci pakaian, yang berdampak pada penggunaan detergen yang semakin meningkat. Keberadaan detergen dalam kadar yang tinggi dan melebihi nilai baku mutu yang ditetapkan sesuai Permen Kesehatan RI No.32 Tahun 2017, yaitu $> 0.05 \text{ mg/L}$ pada badan air, dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Limbah cair *laundry* yang berupa air sisa deterjen mengandung bahan-bahan kimia seperti fosfat (70-80%), surfaktan (20-30%), amonia dan nitrogen serta kadar padatan terlarut, kekeruhan, BOD, dan COD [4]. Limbah cair *laundry* yang terus-menerus dibuang langsung ke saluran air (got) tanpa adanya pengolahan terlebih dahulu, dapat memberikan dampak yang merugikan bagi lingkungan hidup.

Oleh karena itu, untuk menangani masalah ini diperlukan suatu upaya penanggulangan melalui metode pengolahan limbah cair yang mudah dan murah untuk skala rumah tangga dan dapat menurunkan kadar polutan yang dapat mencemari lingkungan. Metode yang digunakan dalam proses pengolahan limbah ini adalah melalui proses

filtrasi menggunakan media filtrasi berupa adsorben-adsorben alam. Beberapa penelitian terdahulu melaporkan bahwa kombinasi adsorben-adsorben alam terbukti mampu berperan sebagai media filtrasi yang baik dalam pengolahan air seperti kombinasi adsorben pasir dan arang aktif [5], kombinasi arang aktif dan zeolit [6-8], kombinasi keramik dan zeolit [9], kombinasi arang aktif dan ijuk [10], kombinasi karbon aktif dan pasir silika [11], ada juga yang kombinasi tiga adsorben seperti kombinasi zeolit, arang aktif dan pasir silika [12], serta ada juga yang hanya terdiri dari satu adsorben seperti batu bara/antrasit [13], dan karbon aktif [14-15]. Dari hasil yang telah dilaporkan oleh penelitian-penelitian di atas, maka telah dilakukan proses filtrasi yang melibatkan proses adsorpsi polutan menggunakan multimedia filtrasi berupa kombinasi lima jenis adsorben sekaligus yaitu arang aktif, zeolit, pasir silika, antrasit dan ferolit (pasir aktif) yang memiliki luas permukaan yang besar sehingga dapat menyerap polutan-polutan yang ada dalam limbah cair *laundry*. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penggunaan media filtrasi berupa kombinasi adsorben arang aktif, zeolit, pasir silika, antrasit dan ferolit dalam menurunkan kadar BOD dan COD dalam limbah cair *laundry*.

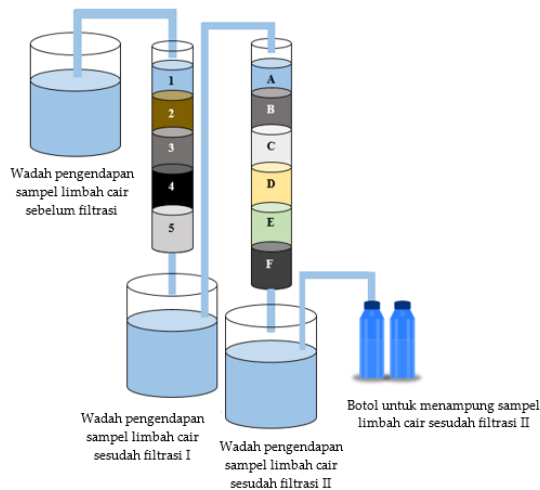
Bahan dan Metode

Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Terpadu FMIPA Universitas Negeri Manado untuk proses filtrasi dan pengambilan sampel, sedangkan untuk analisis sampel untuk parameter kadar BOD dan COD pada limbah cair *laundry* dilaksanakan di Laboratorium Balai Teknologi Kesehatan Lingkungan dan Pemberantasan Penyakit (BTKLPP) Kelas I Manado.

Bahan-bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah adsorben-adsorben alam yaitu arang aktif dari tempurung kelapa, butiran zeolit, pasir silika, antrasit, ferolit (pasir aktif), batu kerikil kecil diameter 0,5 – 1 cm, ijuk, pasir biasa, arang biasa serta limbah cair dari pencucian *laundry*. Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah untuk proses filtrasi dibutuhkan botol plastik bekas air mineral berkapasitas 1,5 L sebagai botol filtrasi (sebagai

wadah adsorben), busa filter, dan botol penampung sampel dan alat-alat pendukung yang lain. Bahan dan alat untuk analisis sampel hasil filtrasi dianalisis di Laboratorium BTKLPP Kelas I Manado.

Pembuatan Rangkaian Media Filtrasi



Gambar 1. Rangkaian Proses Filtrasi Sederhana Limbah Cair Laundry

Keterangan Gambar :

1. Air limbah sebelum filtrasi
2. Adsorben Pasir halus
3. Adsorben Arang
4. Adsorben Ijuk
5. Adsorben Kerikil kecil
- A. Air limbah setelah filtrasi I
- B. Adsorben Antrasit
- C. Adsorben Pasir Silika
- D. Adsorben Pasir Aktif (Ferolit)
- E. Adsorben Zeolit
- F. Adsorben Arang Aktif

Untuk pembuatan rangkaian media filtrasi, disiapkan 9 buah botol plastik bekas air mineral dengan kapasitas 1,5 L yang sudah dicuci bersih dan dikeringkan. Tiap botol plastik dipotong bagian bawahnya hingga tingginya mencapai ± 30 cm. Kemudian pada bagian atas botol (mulut botol), tutup botolnya dikeluarkan dan dibiarkan terbuka. Tiap botol dimasukkan busa filter dengan diameter yang sama dengan diameter botol, yaitu 8 cm, pada posisi diatas mulut botol jika botol diposisikan terbalik. Selanjutnya, pada tiap botol dimasukkan adsorben-adsorben yang diperlukan dalam proses filtrasi, dengan ketinggian yang sama yaitu ± 18 cm, mulai dari batas busa filter hingga ke bagian atas botol.

Proses filtrasi akan dilakukan dalam dua tahap, pada tahap pertama, tiap botol yang sudah berisi adsorben yang sudah dalam posisi terbalik disusun/dirangkai menjadi empat susun, dengan urutan seperti yang ditunjukkan pada Gambar 1. Pada tahap filtrasi yang kedua tiap botol yang sudah berisi adsorben yang sudah dalam posisi terbalik juga disusun/dirangkai menjadi lima susun, dengan urutan seperti yang diilustrasikan pada Gambar 1 dan disediakan juga wadah yang lain sebagai wadah pengendapan limbah cair sebelum filtrasi, wadah pengendapan limbah cair setelah filtrasi pertama dan filtrasi kedua (Gambar 1). Setelah rangkaian media proses filtrasi disiapkan, maka proses filtrasi dilakukan sesuai urutan proses yang ditunjukkan pada Gambar 1.

Pengambilan Sampel Limbah Cair Hasil Filtrasi

Setelah rangkaian media filtrasi disiapkan, selanjutnya limbah cair dalam wadah pengendapan yang akan difiltrasi dituangkan ke dalam rangkaian botol filtrasi pertama, dan ditampung dalam wadah pengendapan filtrasi pertama, dan limbah cair dalam wadah pengendapan filtrasi pertama dituangkan ke dalam rangkaian botol filtrasi kedua dan ditampung dalam wadah pengendapan filtrasi kedua. Limbah cair yang telah difiltrasi dua tahap tersebut kemudian diambil dan ditampung dalam botol penampungan sampel (1,5 L) untuk dianalisis. Pengambilan sampel dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan.

Analisis Sampel Limbah Cair Hasil Filtrasi

Sampel limbah cair yang sudah difiltrasi dan ditampung dalam botol penampungan sampel, selanjutnya dianalisis atau dilakukan pengujian berdasarkan parameter kadar BOD dan COD dengan metode pengujian berdasarkan SNI.6989.72.2009 untuk BOD dan metode pengujian berdasarkan SNI.6989.2.2009 untuk COD di Laboratorium BTKLPP Kelas I Manado. Data yang diperoleh selanjutnya dianalisis statistika.

Hasil dan Pembahasan

Setelah dilakukan analisis dan pengujian parameter uji BOD dan COD terhadap sampel limbah cair laundry sebelum dan sesudah proses

filtrasi, didapatkan hasil tiap parameter pada Tabel 1 di bawah ini :

Tabel 1. Hasil Uji Laboratorium Sampel Limbah Cair
Laundry

Parameter Uji	Baku Mutu*	Rerata Sebelum Filtrasi (Kontrol) mg/L	Rerata Sesudah Filtrasi (Perlakuan) mg/L	Penurunan Kadar Parameter Uji (%)
BOD	30	263	125	53
COD	100	952	443	54

*Baku mutu mengacu pada Permen LHK-RI No.68 Tahun 2016

Biological Oxygen Demand (BOD)

Berdasarkan data yang ditampilkan pada Tabel 1, dapat dilihat bahwa terdapat perbedaan rerata kadar BOD yang signifikan antara sampel sebelum filtrasi (kontrol) dengan sampel sesudah filtrasi (perlakuan), dimana persentase penurunan kadar BOD sebelum dan sesudah filtrasi sebesar 53% yaitu dari 263 mg/L turun menjadi 125 mg/L. Hal ini menunjukkan bahwa adanya proses filtrasi dapat menurunkan kadar BOD pada sampel limbah cair *laundry* secara signifikan hingga 53%. Hal ini diperkuat oleh hasil analisis statistika melalui uji beda rerata (uji t) yang menunjukkan bahwa terdapat signifikansi perbedaan rerata nilai BOD pada sampel kontrol dan sampel perlakuan yang dilihat dari nilai peluang $p(0,000157) < 0,05$. Nilai ini berarti bahwa adanya perlakuan filtrasi menggunakan media filtrasi berupa kombinasi adsorben memberikan pengaruh yang signifikan terhadap penurunan kadar BOD pada sampel limbah cair *laundry*.

Besarnya penurunan kadar BOD sebesar 53% dalam penelitian ini, ternyata dilaporkan masih lebih rendah dibandingkan dengan penelitian biofiltrasi limbah cair industri tahu dengan menggunakan biofilter tanaman *Cattail* (*Typha Angustifolia*) di mana persentase penurunan kadar BOD-nya mencapai hingga 78% [16]. Akan tetapi dalam penelitian tersebut proses biofiltrasi yang dilakukan membutuhkan waktu yang lebih lama hingga 20 hari, sedangkan dalam penelitian ini proses filtrasi hanya terjadi dalam hitungan menit mulai dari sampel limbah dimasukkan dalam media filtrasi hingga keluar dari media filtrasi, sehingga kuat dugaan bahwa dalam penelitian ini, persentase penurunan kadar BOD akan

lebih besar jika perlakuan dilakukan dengan waktu kontak yang lebih lama. Hasil yang berbeda diperoleh dari penelitian pengolahan limbah cair rumah sakit dengan menggunakan teknologi saringan pasir silika dan karbon aktif yang dilaporkan dapat menurunkan kadar BOD hanya sebesar 39,97% [17], dimana persentase penurunan kadar BOD sebesar 39,97% masih lebih rendah dari persentase penurunan kadar BOD yang didapatkan dalam penelitian ini yaitu sebesar 53%. Dalam penelitian ini, meskipun kadar BOD mampu diturunkan hingga 53% (125 mg/L) dan secara statistika dinyatakan menurun secara signifikan, kadar penurunan ini belumlah mampu mencapai baku mutu yang ditetapkan yaitu 30 mg/L (Tabel 1). Persentase penurunan kadar BOD akan lebih besar lagi jika dilakukan optimalisasi waktu kontak dan ketebalan adsorben, karena dilaporkan waktu kontak dan ketebalan adsorben berpengaruh signifikan terhadap penurunan kadar polutan dalam air [10,14], dimana dalam penelitian ini perlakuan optimalisasi waktu kontak dan ketebalan adsorben belum dilakukan.

Pengukuran kadar BOD dalam penelitian ini, dimaksudkan untuk dijadikan sebagai suatu pendekatan umum yang menyatakan banyaknya jumlah oksigen yang dibutuhkan oleh mikroorganisme untuk menguraikan zat-zat organik terlarut dan sebagian zat-zat organik tersuspensi dalam air [18]. Jika kadar BOD pada air limbah tinggi, hal itu menandakan besarnya kadar oksigen yang diperlukan mikroorganisme untuk menguraikan zat-zat organik dalam air limbah tersebut, itu berarti dapat dikatakan bahwa kandungan polutan-polutan organik dalam air limbah juga tinggi, sehingga BOD dapat dijadikan parameter yang dapat menunjukkan banyaknya zat atau polutan organik yang terkandung dalam suatu limbah. Makin tinggi nilai BOD maka akan makin tinggi pula kandungan polutan organik dalam limbah tersebut [19].

Adanya proses filtrasi dengan menggunakan kombinasi adsorben terbukti mampu menurunkan kadar BOD dalam sampel limbah cair *laundry*, dengan menjerap polutan-polutan organik yang terkandung dalam sampel limbah. Dari hasil ini dapat dikatakan

bahwa proses filtrasi dengan kombinasi adsorben efektif menurunkan kadar BOD secara signifikan. Selain itu, adanya penggunaan kombinasi adsorben (multi-adsorben) yaitu arang aktif, zeolit, pasir silika, antrasit dan ferolit, menunjukkan kemampuan multiguna yaitu dapat melakukan proses filtrasi, proses adsorpsi dan serta proses penukaran ion secara bersamaan sehingga mampu menguraikan dan menurunkan kadar polutan organik yang terkandung dalam limbah [17].

Chemical Oxygen Demand (COD)

Seperti pada BOD, data pada Tabel 1, memperlihatkan adanya perbedaan rerata kadar COD yang signifikan antara sampel sebelum filtrasi (kontrol) dengan sampel sesudah filtrasi (perlakuan), dengan persentase penurunan kadar COD sebelum dan sesudah filtrasi sebesar 54% yaitu dari 952 mg/L menjadi 443 mg/L. Seperti pada BOD, hasil ini menunjukkan bahwa perlakuan filtrasi pada sampel limbah cair *laundry* dapat menurunkan kadar COD secara signifikan yang juga diperkuat oleh hasil analisis statistika melalui uji beda rerata (uji t) yang menunjukkan adanya perbedaan rerata kadar COD yang signifikan antara sampel kontrol dan sampel perlakuan dengan nilai peluang $p(0,0000115) < 0,05$, yang berarti bahwa perlakuan filtrasi menggunakan media filtrasi berupa kombinasi adsorben berpengaruh secara signifikan terhadap penurunan kadar COD pada sampel limbah cair *laundry*.

Seperti pada kadar BOD, besarnya penurunan kadar COD sebesar 54% dalam penelitian ini ternyata dilaporkan masih lebih rendah dibandingkan dengan penelitian biofiltrasi limbah cair industri tahu dengan menggunakan biofilter tanaman *Cattail* (*Typha Angustifolia*) di mana persentase penurunan kadar COD dilaporkan mencapai hingga 77,3% [16]. Akan tetapi dalam penelitian tersebut sama seperti pada kadar BOD, proses biofiltrasi yang dilakukan untuk menurunkan kadar COD membutuhkan waktu yang lebih lama hingga 20 hari, sedangkan dalam penelitian ini proses filtrasi hanya terjadi dalam hitungan menit mulai dari sampel limbah dimasukkan dalam media filtrasi hingga keluar dari media filtrasi,

sehingga kuat dugaan bahwa dalam penelitian ini, seperti pada kadar BOD, persentase penurunan kadar COD juga akan lebih besar jika perlakuan dilakukan dengan waktu kontak yang lebih lama. Hasil yang berbeda diperoleh dari penelitian pengolahan limbah cair rumah sakit dengan menggunakan teknologi saringan pasir silika dan karbon aktif yang dilaporkan hanya mampu menurunkan kadar COD sebesar 41,19% [17], dimana persentase penurunan kadar COD yang hanya sebesar 41,19% ini masih lebih rendah dari persentase penurunan kadar COD yang didapatkan dalam penelitian ini yaitu sebesar 54%.

Seperti pada kadar BOD, meskipun kadar COD mampu diturunkan hingga 54% (443 mg/L) dan secara statistika dinyatakan menurun secara signifikan, kadar penurunan COD belumlah mampu mencapai baku mutu yang ditetapkan yaitu 100 mg/L (Tabel 1). Seperti pada BOD, persentase penurunan kadar COD akan lebih besar lagi jika dilakukan optimalisasi waktu kontak dan ketebalan adsorben, karena waktu kontak dan ketebalan adsorben berpengaruh signifikan terhadap penurunan kadar polutan dalam air [10,14] yang belum dilakukan dalam penelitian ini.

Pengukuran kadar COD dalam penelitian ini, dimaksudkan dapat dijadikan sebagai suatu nilai yang menggambarkan jumlah oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi zat-zat organik yang ada dalam sampel air, dimana agen pengoksidasinya adalah $K_2Cr_2O_7$ atau $KMnO_4$ [18]. Angka COD dapat dijadikan sebagai ukuran bagi pencemaran air oleh zat-zat organik yang dapat dioksidasi secara alami melalui proses mikrobiologis dan mengakibatkan berkurangnya oksigen terlarut di dalam air. Hal ini berarti semakin tinggi nilai COD akan semakin banyak kadar oksigen yang diperlukan untuk mengoksidasi zat-zat organik yang terkandung dalam sampel limbah cair *laundry*, yang menandakan kandungan polutan organik dalam sampel limbah juga semakin tinggi. Akan tetapi seperti pada kadar BOD, dengan adanya proses filtrasi dengan menggunakan kombinasi adsorben (multi-adsorben), terbukti mampu menurunkan kadar COD dalam sampel limbah cair *laundry*, dengan menjerap polutan organik yang terkandung dalam sampel

limbah. Dari hasil ini dapat dikatakan bahwa proses filtrasi dengan menggunakan kombinasi adsorben efektif menurunkan kadar COD secara signifikan.

Kesimpulan

Dari hasil penelitian dan pembahasan, dapat disimpulkan bahwa penggunaan kombinasi adsorben alam seperti arang aktif, zeolit, pasir silika, ferolit dan antrasit sebagai media filtrasi terbukti dapat memberikan pengaruh yang signifikan dalam menurunkan kadar BOD dan COD yang terkandung dalam sampel limbah cair *laundry* hasil filtrasi, dengan mampu menurunkan hingga lebih dari 50% jika dibandingkan dengan sampel sebelum filtrasi (kontrol). Ketika parameter BOD dan COD dapat diturunkan dengan metode filtrasi, hal ini mengindikasikan bahwa metode filtrasi dapat pula menurunkan kadar polutan-polutan organik yang terkandung dalam limbah cair *laundry*.

Daftar Pustaka

1. Yunarsi, N. M.; Manurung, M.; Putra, KG. D., Efektifitas Membran Khitosan Dari Kulit Udang Galah (*Macrobrachium Rosenbergii*) Untuk Menurunkan Fosfat Dalam Air Limbah Laundry. *Cakra Kimia* **2013** 1 (2): 25–32.
2. Mahida. Pencemaran Air Dan Pemanfaatan Limbah Industri. Jakarta: CV Rajawali. **1995**.
3. Soemirat, T. Kesehatan Lingkungan. Yogyakarta: Gajamada University Press. **1996**.
4. Ahmad, J.; E-Dessouky, H., Design of a Modified Low Cost Treatment System for the Recycling and Reuse of Laundry Waste Water. *Resources, Conservation and Recycling* **2008**. 52 (7): 973–78.
5. Setyobudiarso, H.; Yuwono, E., Rancang bangun alat penjernih air limbah cair *laundry* dengan menggunakan media penyaring kombinasi pasir – arang aktif. *Jurnal Neutrino*. **2014**. 6 (2): 84–90.
6. Fatahilah; Raharjo, I., Penggunaan Karbon Aktif Dan Zeolit Sebagai Komponen Adsorben Saringan Pasir Cepat (Sebuah Aplikasi Teknologi Sederhana Dalam Proses Penjernihan Air Bersih). *Jurnal Zeolit Indonesia* **2007** 6 (2): 43–46.
7. Purwonugroho, N., Keefektifan kombinasi media filter zeolit dan karbon aktif dalam menurunkan kadar besi (Fe) dan mangan (Mn) pada air sumur. Universitas Muhammadiyah Surakarta. **2013**.
8. Rahmadhani, D. S., Perbedaan keefektifan media filter zeolit dengan arang aktif dalam menurunkan kadar kesadahan air sumur di desa Kismoyoso ngemplak Boyolali. Universitas Muhammadiyah Surakarta. **2014**.
9. Nasir, S.; Teguh, B. S. A.; Silviaty, I., Aplikasi filter keramik berbasis tanah liat alam dan zeolit pada pengolahan air limbah hasil proses laundry. **2013**. *Jurnal Bumi Lestari* 13 (1): 45–51.
10. Sujarwanto, A., Keefektifan Media Filter Arang Aktif Dan Ijuk Dengan Variasi Lama Kontak Dalam Menurunkan Kadar Besi Air Sumur Di Pabelan Kartasura Sukoharjo.” Universitas Muhammadiyah Surakarta. **2014**.
11. Aliaman. Pengaruh absorpsi karbon aktif & pasir silika terhadap penurunan kadar besi (Fe), fosfat (PO_4), dan deterjen dalam limbah laundry. Universitas Negeri Yogyakarta. **2017**.
12. Utama, R. Y. S., Studi efektifitas filter penjernih air menggunakan media zeolite, karbon aktif dan pasir silika untuk mengurangi kadar besi (Fe) dan mangan (Mn) dengan variasi sudut kemiringan pada alat uji dan penambahan filter keramik. Universitas brawijaya. **2017**.
13. Billah, M., kemampuan batubara dalam menurunkan kadar logam Cr^{2+} dan Fe^{2+} dalam limbah industri baja.” *Jurnal Penelitian Ilmu Teknik*. **2010**. 10 (1): 48–56.
14. Mifbakhuddin, Pengaruh ketebalan karbon aktif sebagai media filter terhadap penurunan kesadahan air sumur artetis.” *Eksplanasi* **2010**. 5 (2): 1–11.
15. Masthura, Peningkatan daya serap filter air dari karbon aktif tempurung kelapa dengan memvariasikan suhu pemanasan. Universitas Sumatera Utara. **2013**.
16. Muhajir, M. S., Penurunan Limbah Cair BOD dan COD Pada Industri Tahu

- Menggunakan Tanaman *Cattail* (*Typha Angustifolia*) Dengan Sistem *Constructed Wetland*." Universitas Negeri Semarang. **2013**.
17. Ronny; Syam, D. M.,. Aplikasi Teknologi Saringan Pasir Silika Dan Karbon Aktif Dalam Menurunkan Kadar BOD Dan COD Limbah Cair Rumah Sakit Mitra Husada Makassar. *Higiene* **2018**. 4 (2): 62–66.
 18. Alaerts, G.; Santika, S. S., Metode Penelitian Air. Surabaya: *Usaha Nasional*. **1984**.
 19. Sofiany, R., Efektivitas Biji Moringa Oleifera Lam Dalam Memperbaiki Sifat Fisika-Kimia Limbah Cair Industri Penyamakan Kulit Di Sukaregang, Garut. Institut Teknologi Bandung. **1999**.

Karakterisasi material mesopori Ni/MCM-41 dan pengaruh penambahan logam nikel terhadap tingkat keasaman material

Soenandar Milian Tompunu Tengker^{*a}, Jenny Kumajas^a

^a Kimia, Universitas Negeri Manado, Minahasa, 95618, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 20 Agustus 2019

Disetujui 26 Oktober 2019

Key word:

Ni/MCM-41,

Mesopore material

Nickel

Kata kunci:

Ni/MCM-41,

Material Mesopori

Nikel

ABSTRACT

The pure MCM-41 mesoporous material cannot be used directly as a catalyst, so metals or nonmetals need to be added to create an acidic side. Nickel is a metal that is Lewis acid because it is able to accept lone pairs of electrons from ligands to form complex compounds. The purpose of this study was to produce Ni/MCM-41 mesoporous material and see the effect of the addition of Nickel metal to the acidity level of Ni/MCM-41 mesoporous material. The method used is the ion exchange method to produce Ni/MCM-41 and gravimetric method to test the acidity of the material. The MCM-41 used for Ni/MCM-41 synthesis has an x-ray diffraction pattern with an hexagonal structure that is identical to the results of the MOC researchers. BET results showed Langmuir type IV adsorption isotherm with a surface area of Ni / MCM-41 material of 775.9 m² / g, pore volume of 0.81 cc / g and pore radius of 15.2 Å. TEM characterization shows the morphological shape of Ni/MCM-41 in the form of hexagonal structure. The acidity test results of Ni/MCM-41 material have a higher acidity level compared to MCM-41. Based on the research data, it can be concluded that Ni/MCM-41 has a morphological form with a hexagonal structure, has a large surface area and has a pore size classified as mesoporous material and has a higher acidity level than the MCM-41 synthesized.

ABSTRAK

Material mesopori MCM-41 tidak dapat digunakan langsung sebagai katalis, sehingga perlu ditambahkan logam atau bukan logam untuk menciptakan sisi asam. Nikel merupakan logam yang bersifat sebagai asam Lewis karena mampu menerima pasangan elektron bebas dari ligan untuk membentuk senyawa kompleks. Tujuan penelitian ini adalah untuk menghasilkan material mesopori Ni/MCM-41 dan melihat pengaruh penambahan logam Nikel terhadap tingkat keasaman material mesopori Ni/MCM-41. Metode yang digunakan yaitu metode pertukaran ion untuk menghasilkan Ni/MCM-41 dan metode gravimetri untuk uji tingkat keasaman material. MCM-41 yang digunakan untuk sintesis Ni/MCM-41 memiliki pola difraksi sinar-x dengan struktur heksagonal yang identic dengan hasil dari peneliti MOC. Hasil BET menunjukkan isotherm adsorpsi Langmuir tipe IV dengan luas permukaan material Ni/MCM-41 sebesar 775, 9 m²/g, volume pori sebesar 0,81 cc/g dan jari-jari pori sebesar 15,2 Å. Karakterisasi TEM menunjukkan bentuk morfologi Ni/MCM-41 berbentuk struktur heksagonal. Hasil uji tingkat keasaman material Ni/MCM-41 memiliki tingkat keasaman lebih tinggi dibandingkan dengan MCM-41. Berdasarkan data hasil penelitian tersebut maka dapat disimpulkan bahwa Ni/MCM-41 memiliki bentuk morfologi dengan struktur heksagonal, memiliki luas permukaan yang cukup besar serta memiliki ukuran pori yang tergolong material mesopori dan memiliki tingkat keasaman yang lebih tinggi dibandingkan dengan MCM-41 hasil sintesis.

^{*e-mail:}

soenandarmilianttengker@unima.ac.id

^{*Telp:}

(+62) 85256544641

Pendahuluan

Pada tahun 1992, *Mobil Oil Corporation* (MOC) melaporkan bahwa material MCM-41 diketahui sebagai anggota material mesopori M41S [1]. Penemuan kelompok material M41S oleh peneliti MOC dilatarbelakangi oleh kebutuhan industri yang membutuhkan material dengan ukuran pori lebih besar daripada material mikropori seperti zeolit.

Sifat yang dimiliki oleh material mesopori MCM-41 antara lain ukuran pori yang dapat diatur yaitu berkisar antara 2-50 nm dan memiliki tingkat keasaman material yang rendah ($0,3 \text{ mmol H}^+/\text{g}$) yang diakibatkan oleh perbandingan jumlah Aluminium (Al) yang sedikit dalam kerangka aluminosilikatnya. Karena keasaman yang sangat rendah ini, maka unsur lain yang dapat bertindak sebagai asam Lewis (aluminium dalam kasus ini) harus dimasukkan [2].

Material mesopori MCM-41 murni tidak dapat digunakan langsung sebagai katalis, sehingga perlu ditambahkan logam atau bukan logam untuk menciptakan sisi asam [3]. Tingkat keasaman MCM-41 dapat dimodifikasi dengan menambahkan logam aluminium [4] dan ion hidrogen [5].

Nikel merupakan logam transisi golongan VIII B pada Sistem Periodik Unsur. Unsur logam Ni memiliki elektron-elektron yang belum berpasangan pada orbital d sehingga menyebabkan logam Ni bersifat paramagnetik. Nikel merupakan logam yang bersifat sebagai asam Lewis karena mampu menerima pasangan elektron bebas dari ligan untuk membentuk senyawa kompleks. Keadaan ini menjadikan logam Ni dapat berperan aktif dalam reaksi katalitik. Peran aktif tersebut adalah untuk mengadsorpsi reaktan yang telah terdifusi pada permukaan katalis, sehingga dapat mempercepat reaksi. Oleh karena itu, peneliti melakukan penelitian lanjutan yaitu menggunakan logam Ni sebagai logam yang akan ditambahkan pada material mesopori MCM-41 hasil sintesis yang diharapkan dapat meningkatkan tingkat keasamannya.

Penelitian ini bertujuan untuk menghasilkan material mesopori Ni/MCM-41 dan melihat pengaruh penambahan logam

Nikel terhadap tingkat keasaman material mesopori Ni/MCM-41.

Bahan dan Metode

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah material mesopori MCM-41 yang telah disintesis menggunakan TMAOH dan garam anorganik K_2SO_4 [4], larutan nikel klorida ($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 0,1 M, dan gas hidrogen.

Metode

Metode yang digunakan untuk menghasilkan Ni/MCM-41 dalam penelitian ini adalah metode pertukaran ion. Mula-mula, MCM-41 hasil sintesis sebanyak 3 g direndam ke dalam 50 ml larutan $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0,1M dan diaduk perlahan dengan pengaduk magnet menggunakan *stirrer* selama 4 jam pada suhu ruangan. Padatan yang diperoleh dari campuran larutan disaring dan dikeringkan dalam oven pada suhu 90°C . Filtrat yang dihasilkan kemudian dianalisis menggunakan Spektroskopi Serapan Atom untuk mengetahui kandungan Ni yang teradsorpsi pada padatan MCM-41. Padatan yang dihasilkan kemudian direduksi dengan menggunakan tanur pada suhu 450°C dengan kenaikan temperatur 1°C per 30 detik dengan dialiri udara selama 1 jam dilanjutkan dengan aliran gas H_2 selama 3 jam.

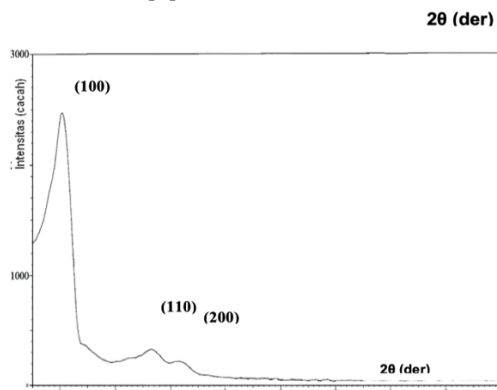
Metode yang digunakan untuk uji keasaman adalah metode gravimetri, dengan menghitung daya adsorpsi material terhadap basa. Basa yang sering digunakan adalah NH_3 , Piridin, Piperidin, quinolin, trimetil amin, dan pirol yang teradsorpsi pada situs asam dengan kekuatan adsorpsi yang proporsional dengan kekuatan asam. Dengan metode ini dapat diukur jumlah gas yang teradsorpsi pada permukaan material. Dalam penelitian ini, penentuan jumlah sisi asam Lewis dan Brønsted dilakukan dengan menggunakan amoniak dan piridin. Proses adsorpsi dilakukan di dalam desikator selama 24 jam pada suhu kamar. Pada proses inilah terjadi adsorpsi dari basa, baik itu amoniak ataupun piridin, dengan permukaan pori dari material.

Hasil dan Pembahasan

Karakterisasi MCM-41

Material MCM-41 hasil sintesis telah dikarakterisasi menggunakan karakterisasi

difraksi sinar-x (XRD) yang dapat dilihat pada Gambar 1. Data pola difraksi sinar-x yang dihasilkan menunjukkan bahwa puncak yang muncul pada sudut 2θ antara 2° - 5° dapat diindeks menurut sistem kristal heksagonal dengan bidang kristal (100), (110) dan (200) yang identik dengan struktur sistem heksagonal MCM-41 yang dihasilkan oleh peneliti MOC [1].



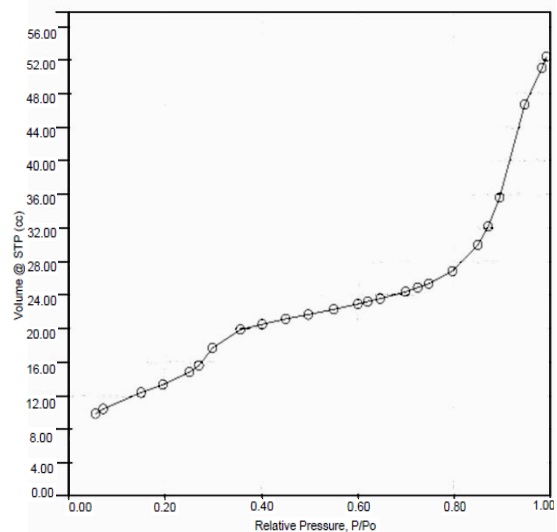
Gambar 1. Pola difraksi sinar-x MCM-41 [3].

Karakterisasi Menggunakan BET

Karakterisasi menggunakan metode Brunauer-Emmet-Teller (BET) bertujuan untuk mengetahui ukuran pori, luas permukaan, dan distribusi pori pada suatu material. Metode yang paling banyak digunakan untuk mengetahui luas permukaan suatu padatan adalah metode BET [6]. Metode BET ini didasarkan pada suatu model kinetik dari proses isoterm adsorpsi Langmuir dan merupakan metode yang digunakan dalam penentuan luas permukaan dan distribusi ukuran pori suatu padatan katalis. Material yang dikarakterisasi menggunakan metode BET dalam penelitian ini adalah material mesopori Ni/MCM-41 yang dapat dilihat pada Gambar 2.

Adsorpsi nitrogen material Ni/MCM-41 yang ditunjukkan pada Gambar 2 mengikuti isoterm adsorpsi Langmuir tipe IV yang merupakan karakteristik untuk material mesopori. Nitrogen yang teradsorpsi pada permukaan material akan bertambah sedikit demi sedikit seiring dengan kenaikan tekanan relatif. Kondensasi kapiler yang menunjukkan adanya mesopori heksagonal mulai terjadi pada tekanan relatif (P/P_0) 0,27 - 0,4 pada karakterisasi material mesopore Ni/MCM-41. Karakteristik mesopori heksagonal dinyatakan

dengan adanya kondensasi kapiler isotermal adsorpsi nitrogen pada tekanan relatif (P/P_0) disekitar 0,25 [7]. Berdasarkan data karakterisasi BET diperoleh luas permukaan material Ni/MCM-41 sebesar 775, 9 m^2/g , volume pori sebesar 0,81 cc/g dan jari-jari pori sebesar 15,2 Å (diameter pori 30,4 Å atau 3,04 nm). Data yang diperoleh dari metode BET merupakan data tambahan yang dapat menjelaskan bahwa material Ni/MCM-41 merupakan material mesopori yang memiliki area luas permukaan material yang cukup besar dan juga memiliki ukuran pori sebesar 3,04 nm yang termasuk dalam kelompok mesopori (2-50 nm).



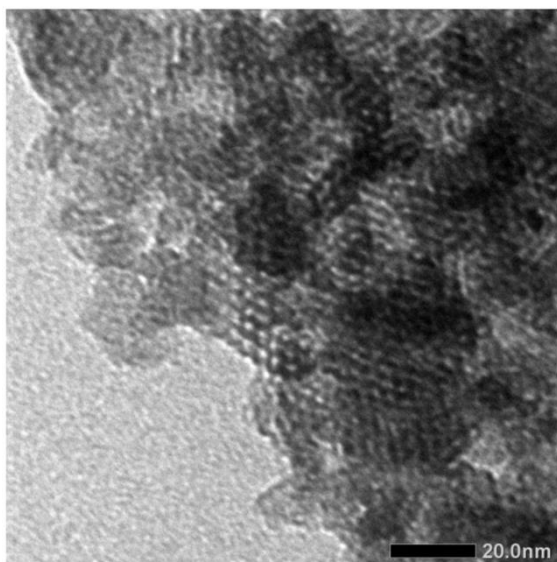
Gambar 2. Isoterm adsorpsi nitrogen pada material Ni/MCM-41

Karakterisasi Menggunakan TEM

Karakterisasi menggunakan *Transmission Electron Microscope* (TEM) bertujuan untuk mengetahui bentuk morfologi dari material Ni/MCM-41. Material mesopori MCM-41 memiliki karakteristik bentuk pori heksagonal [8]. Bentuk morfologi pada Gambar 3 menunjukkan bentuk morfologi Ni/MCM-41 berbentuk heksagonal seperti sarang lebah.

Gambar 3 dapat juga digunakan untuk menghitung ukuran diameter pori material Ni/MCM-41. Metode perhitungan yang dilakukan adalah metode manual dengan cara menghitung perbandingan skala gambar hasil analisis menggunakan TEM dengan panjang diameter pori pada gambar tersebut menggunakan penggaris (mistar ukur). Perhitungan yang dilakukan secara manual memperoleh hasil ukuran diameter pori sebesar

2,89 nm, jika dibandingkan dengan hasil pengukuran diameter pori menggunakan metode BET sebesar 3,04 nm maka hasil yang didapatkan tidak jauh berbeda dengan hasil dari perhitungan manual menggunakan metode TEM, sehingga semakin jelas diketahui bahwa sistesis yang dilakukan telah berhasil memperoleh material MCM-41 dengan ukuran pori termasuk dalam golongan mesopori dengan bentuk struktur heksagonal yang seragam.



Gambar 3. Bentuk morfologi Ni/MCM-41 menggunakan TEM

Uji Tingkat Keasaman Ni/MCM-41

Keasaman suatu material dapat diartikan sebagai kekuatan asam, jumlah asam, serta gugus asam Lewis dan asam Brønsted-Lowry. Pada penelitian ini, uji keasaman dilakukan pada material MCM-41 dan Ni/AlMCM-41. Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh logam yang diembankan ke dalam struktur MCM-41 terhadap sisi asam Lewis dan Brønsted serta untuk mengetahui kekuatan asamnya.

Tabel 1. Keasaman material MCM-41 dan Ni/MCM-41 menggunakan absorpsi basa

Jenis katalis	Keasaman Material	
	Amoniak (mmol gram ⁻¹)	Piridin (mmol gram ⁻¹)
MCM-41	0,8429	0,7407
Ni/MCM-41	1,1150	7,0645

Kandungan asam material MCM-41 dan Ni/MCM-41 dapat dilihat dari banyaknya basa (piridin dan amoniak) yang teradsorpsi pada material. Hasil uji keasaman material menggunakan adsorpsi basa piridin dan amoniak mendapatkan hasil adsorpsi sebagaimana disajikan dalam Tabel 1.

Data pada Tabel 1 dapat dilihat bahwa adsorpsi basa piridin pada material mesopori MCM-41 identik dengan kandungan situs asam Lewis pada material, sedangkan adsorpsi basa amoniak lebih identik terhadap situs asam Brønsted yang terkandung pada material. Berdasarkan data keasaman tersebut maka dapat dikatakan bahwa material Ni/MCM-41 merupakan material dengan tingkat keasaman yang lebih tinggi dibandingkan MCM-41 dan memiliki kandungan situs asam Lewis lebih banyak daripada kandungan situs asam Brønsted. Perhitungan uji keasaman material menggunakan persamaan keasaman dimana w₁ merupakan berat wadah kosong (gr); w₂ merupakan berat wadah ditambah sampel (gr); w₃ merupakan berat uji material (gr); dan Mr = berat molekul basa (amoniak/piridin).

$$\text{Keasaman} = \frac{(W_3 - W_2)}{(W_2 - W_1) Mr} \text{ mol gr}^{-1}$$

Ucapan terimakasih

Terima kasih kepada Prof. Dr. Iip Izul Falah yang banyak membantu peneliti sehingga penelitian ini dapat dilaksanakan dan menghasilkan produk penelitian yang baik dalam pengembangan pembuatan material mesopori MCM-41.

Kesimpulan

Berdasarkan data hasil penelitian maka dapat disimpulkan bahwa Ni/MCM-41 memiliki bentuk morfologi dan pola difraksi sinar-x dengan sistem struktur heksagonal, memiliki luas permukaan 775, 9 m²/g, volume pori sebesar 0,81 cc/g dan jari-jari pori sebesar 15,2 Å (diameter pori 3,04 nm) dan memiliki tingkat keasaman yang lebih tinggi dibandingkan dengan MCM-41 hasil sintesis.

Daftar Pustaka

1. Kresge, C. T., Leonowicz, M. E., Roth, W. J., Vartuli, J. C., Beck, J. S., Ordered Mesoporous Molecular Sieves Synthesized by a Liquid Crystal Template Mechanism, *J. Nature*, **1992**, 359, 710-712.
2. Suyanta, S., Falah, I. I., Cracking of Palm Oil over H-AIMCM-41 Catalyst, *J. Chem. Chem. Eng.*, **2012**, 6, 531-535.
3. Bhattacharyya, K. G., Anup, K., Taklukdar A. K., Parashmani, D., and Sivasanker, S., Acetylation of Phenol with Al-MCM-41, *Catalysis Communication*, **2001**, 2, 105-111.
4. Tengker, S., Falah, I., Sintesis dan karakterisasi material mesopori MCM-41 menggunakan TMAOH dan garam anorganik K₂SO₄. *Fullerene Journal Of Chemistry*, **2017**, 2(2), 61-65.
5. Tengker, S., Falah, I., Analisis pengaruh penambahan ion H⁺ pada sintesis material mesopori Al-MCM-41 menjadi H-MCM-41. *Fullerene Journal Of Chemistry*, **2018**, 3(1), 9-12.
6. Sutarno, Arryanto, Y., Wigati, S., Pengaruh Rasio Mol Si/Al Larutan Prekursor pada Karakter Struktur MCM-41 dari Abu Layang, *Ind. J. Chem.*, **2003**, 3(2), 126-134.
7. Hsu, C. H., Wang, Y. L., Ko, A. N., Liquid Phase Hydrogenation of t,t,c-1,5,9-Cyclododecatriene Over Ni/MCM-41 and Ni/SiO₂ Catalysts. *Journal of the Chinese Chemical Society*, **2009**, 56, 908-915.
8. Beck, J. S., Vartuli, J. C., Roth, W. J., Leonowicz, M. E., Kresge, C. T., Schmitt, K. D., Chu, C. T. W., Olson, D. H., Sheppard, E. W., A new family of mesoporous molecular sieves prepared with liquid crystal templates, *Journal of the American Chemical Society*, **1992**, 114(27), 10834-10843.

Penghambatan Oksidasi Lipid Minyak Ikan Cakalang (*Katsuwonus pelamis*) Oleh Air Jahe (*Zingiber officinale* var. *rubrum*) Selama Penyimpanan Dingin

Ilevena R. M. Josef^{*a}, Ardi Kapahang^a, Dokri Gumolung^b

Kimia, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95618, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 02 September 2019
Disetujui 14 Oktober 2019

Key word:

Fish oil
Antioxidant
Peroxide value
Free fatty acid

Kata kunci:

Minyak ikan
Antioksidan
Bilangan peroksida
Asam lemak bebas

ABSTRACT

Fish is one of the main foods for humans that are rich of proteins, fatty, and minerals that are good for health. Unsaturated fatty acids are very easily oxidized by the presence of catalysts such as oxygen, heat, light, and the presence of metals. Ginger contains antioxidants which can inhibit oxidation of fat or oil. This study aims to inhibit fat oxidation of skipjack fish with the addition of ginger. Skipjack fish soaked in ginger water with a concentration of 10%, 20%, 30% and the control, then saved for 0, 2, 4 days. The fish was extracted by the wet rendering method and then analyzed with 2 parameters, peroxide value and free fatty acids with the titration method. The best concentration in inhibiting lipid oxidation of skipjack fish is at a concentration of 10% and 30%. The peroxide value of skipjack tuna oils is still below the IFOS standard of 3.75 meq O₂/kg and the percentage of free fatty acids is still below the standard of 1.5%

ABSTRAK

Ikan merupakan salah satu makanan utama bagi manusia yang kaya akan protein, lemak, vitamin dan mineral yang baik untuk kesehatan. Asam lemak tak jenuh sangat mudah teroksidasi dengan adanya katalisator seperti oksigen, panas, cahaya, keberadaan logam, dan sebagainya. Jahe merah mengandung antioksidan yang dapat menghambat oksidasi lemak atau minyak. Penelitian ini bertujuan untuk menghambat oksidasi lemak ikan cakalang dengan penambahan jahe merah. Ikan cakalang direndam dalam air jahe dengan konsentrasi 10%, 20%, 30% dan kontrol kemudian disimpan selama 0 hari, 2 hari dan 4 hari. Ikan diekstraksi dengan metode *wet rendering* kemudian dianalisis dengan 2 parameter yaitu bilangan peroksida dan asam lemak bebas dengan metode titrasi. Konsentrasi terbaik dalam menghambat oksidasi lipid ikan cakalang terdapat pada konsentrasi 10% dan 30. Bilangan peroksida minyak ikan cakalang masih berada dibawah standar IFOS yaitu 3,75 meq O₂/kg dan persentase asam lemak bebas yang diperoleh pada kontrol dan semua konsentrasi memiliki kualitas yang baik dan masih berada dibawah standar IFOS yaitu 1,5%.

*e-mail:josefilevena@gmail.com

*Telp:089665238510

Pendahuluan

Ikan merupakan salah satu sumber protein dan juga memiliki kandungan gizi yang tinggi diantaranya mengandung mineral, vitamin, dan lemak tak jenuh[1].

Ikan sangat rentan terhadap oksidasi karena mengandung asam lemak. Kandungan asam lemak tak jenuh mengakibatkan daging

ikan mudah mengalami proses oksidasi sehingga menyebabkan bau tengik. Proses pembusukan pada ikan juga disebabkan oleh enzim, mikroorganisme, dan oksidasi dalam tubuh ikan itu sendiri dengan perubahan seperti timbul bau busuk, daging menjadi kaku, sorot mata pudar, serta adanya lendir pada insang maupun tubuh bagian luar [2].

Salah satu ikan yang banyak dikonsumsi oleh masyarakat di Sulawesi Utara adalah ikan cakalang. Ikan cakalang memiliki berbagai macam manfaat, namun ikan cakalang juga termasuk komoditas yang cepat rusak. Lipid ikan sangat sensitif terhadap oksidasi karena mengandung asam lemak tidak jenuh omega-3. Asam lemak tidak jenuh seperti asam eikosapentaenoat dan asam dokosapentaenoat dapat teroksidasi dengan mudah oleh berbagai katalisator seperti oksigen, panas, cahaya, keberadaan logam, dan sebagainya [3].

Penyimpanan ikan dengan waktu yang lama dapat membuat ikan menjadi tengik. Semakin lama penyimpanan maka semakin banyak reaksi oksidasi yang terjadi. Asam lemak tak jenuh pada ikan biasanya teroksidasi pada awal penyimpanan. Penyimpanan ikan dengan suhu dingin dapat mempertahankan mutu ikan. Mutu ikan berkaitan dengan tingkat kesegaran ikan. Proses penurunan mutu (deteriorasi) pada ikan disebabkan oleh reaksi autolisis, kimiawi, dan bakteriologis [4].

Pendinginan merupakan salah satu cara pengawetan yang menggunakan suhu rendah untuk menghambat aktivitas enzim dan mikroba. Pendinginan akan memperpanjang masa simpan ikan [5].

Reaksi oksidasi dimulai dengan pembentukan radikal bebas yaitu peroksida aktif dan hidrogen peroksida, dan tingkat selanjutnya yaitu terurainya asam-asam lemak serta konversi hidrogen peroksida menjadi aldehid dan keton serta asam-asam lemak rantai pendek [6].

Antioksidan adalah senyawa yang dapat menghambat oksidasi. Senyawa antioksidan yang sering digunakan terdiri dari antioksidan sintesis dan antioksidan alami, tetapi antioksidan sintesis diduga menimbulkan efek negatif bagi kesehatan seperti menyebabkan kanker. Antioksidan sintetik yang biasanya ditambahkan pada minyak dan lemak adalah *butylated hidroxy anisole* (BHA), *butylated hidroxy toluene* (BHBT), dan *tertiary butylated hydroxyl quinone* (TBHQ). Penggunaan antioksidan sintetik jika berlebihan maka akan menyebabkan keracunan, sedangkan dalam dosis yang rendah secara terus menerus akan menyebabkan tumor kandung kemih, kanker sekitar lambung dan kanker paru-paru [7].

Antioksidan sintetik BHA dan BHT berpotensi karsinogenik[8].

Salah satu contoh antioksidan alami adalah jahe merah. Jahe merah merupakan salah satu rempah-rempah yang dikenal luas oleh masyarakat Indonesia. Kandungan senyawa aktif non volatil fenol seperti gingerol, shogaol dan zingeron, yang terdapat pada jahe terbukti memiliki kemampuan sebagai antioksidan. Gingerol dan shogaol yang merupakan antioksidan nonenzimatis mampu bertindak sebagai antioksidan primer terhadap radikal lipid [9,10].

Antioksidan dapat juga memperpanjang umur simpan bahan pangan karena antioksidan dapat dijadikan sebagai pengawet. Antioksidan adalah inhibitor yang dapat menghentikan reaksi oksidasi dengan mencegah terjadinya radikal bebas atau dengan menetralkan radikal bebas [11].

Bahan dan Metode

Peralatan yang akan digunakan dalam penelitian ini di antaranya : wadah *stanles steel*, labu ukur, timbangan, labu erlenmeyer, alat titrasi, *hotplate*, tabung reaksi, aluminium foil, termometer, *refrigerator*, *cooling box*, *juicer*, sendok, gelas, botol vial. Bahan penelitian yang digunakan yaitu ikan cakalang, jahe merah, kloroform, asam asetat glasial, KI, akuades, indikator amilum, indikator fenoltalein, natrium tiosulfat, etanol 95%, kalium hidroksida, HCl 2N, asam oksalat 0,1N, kalium dikromat.

Prosedur Kerja

Preparasi sampel

Sampel yang digunakan pada penelitian ini yaitu ikan cakalang, yang diambil dari Dermaga Belang, Sulawesi Utara. Sampel disiangi, dicuci bersih, dan direndam dalam ekstrak air jahe dengan konsentrasi 10%, 20%, 30% dan kontrol (tanpa perendaman) sebagai pembanding, ikan dimasukkan ke dalam plastik dan disimpan dalam *refrigerator* selama 2 dan 4 hari.

Ekstraksi Minyak Ikan Wet Rendering (Telah dimodifikasi)

Sebanyak 1,7kg ikan cakalang dikukus dengan suhu 100°C selama 30 menit kemudian

didinginkan. Ikan cakalan diperas dan diambil minyaknya [12].

Penentuan Asam Lemak Bebas

Sebanyak 1 gr minyak ikan dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan dengan 25 ml etanol netral kemudian dipanaskan diatas penangas air selama 10 menit dan didinginkan. Tambahkan indikator phenolptalein sebanyak 2 tetes dan dikocok kemudian dititrasi dengan larutan KOH 0,1 N. titrasi dihentikan saat terjadi perubahan warna merah muda yang tidak hilang selama 10 detik [13].

Penentuan Bilangan Peroksida

Sebanyak 1 gr minyak ikan dimasukkan kedalam erlenmeyer 250 ml dan ditambahkan larutan asam asetat glasial : kloroform (3:2) sebanyak 30 ml. Tambahkan 0,5 ml larutan KI jenuh dan 30 ml akuades, kemudian dikocok selama 1 menit. Diamkan dalam ruangan gelap selama 15 menit kemudian dititrasi dengan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N dan ditambahkan indikator amilum 1% sebanyak 0,5 ml. Titrasi dihentikan saat warna biru pada larutan hilang [13].

Hasil dan Pembahasan

Ekstraksi Minyak Ikan

Minyak ikan cakalang dibuat dengan metode *wet rendering* (ekstraksi basah) dengan suhu 100°C. Sebelum pembuatan minyak, ikan diberi perlakuan dengan cara direndam dalam air jahe dengan konsentrasi 10%, 20%, dan 30% selama 1 jam dan di simpan dalam kulkas dengan suhu 5°C dengan variasi hari penyimpanan 0 hari, 2 hari dan 4 hari. Minyak ikan diperoleh dengan cara di kukus dengan suhu 100°C selama 30 menit, diperas hingga minyak dan airnya keluar, dan minyak dipisahkan dengan cara dibekukan kemudian diambil bagian atas yaitu bagian minyaknya dan dicairkan dengan cara dipanaskan di atas penangas air.

Ikan cakalang yang digunakan memiliki bobot rata-rata 1,7 kg menghasilkan minyak sebanyak 9,2365 gram. Minyak yang dihasilkan kemudian diuji dengan 2 parameter yaitu bilangan peroksida dan asam lemak bebas dengan 3 kali pengulangan.

Bilangan Peroksida

Bilangan peroksida merupakan tolak ukur kerusakan atau ketengikan suatu minyak. Semakin tinggi bilangan peroksida maka semakin tengik minyak tersebut [14].

Tabel 1. Bilangan peroksida minyak ikan cakalang

Hari	Kontrol	10%	20%	30%
0	0,02±0,006	0.02±0.005	0.03±0.021	0.01±0.006
2	0.01±0.012	0.02±0.010	0.01±0.006	0.01±0.0001
4	0.02±0.010	0.01±0.006	0.02±0.0001	0.02±0.005

Dari data pengujian bilangan peroksida, hari penyimpanan ke-0, ke-2, ke-4 kontrol, konsentrasi 10%, 20%, 30% masih dibawah standar yang telah ditetapkan oleh IFOS (*International Fish Oil Standard*) yaitu $\leq 3,75$ meq O_2/kg . Hal ini disebabkan oleh suhu penyimpanan minyak ikan yang disimpan pada penyimpanan dingin dan disebabkan oleh penambahan antioksidan alami berupa jahe merah yang dapat menghambat proses oksidasi.

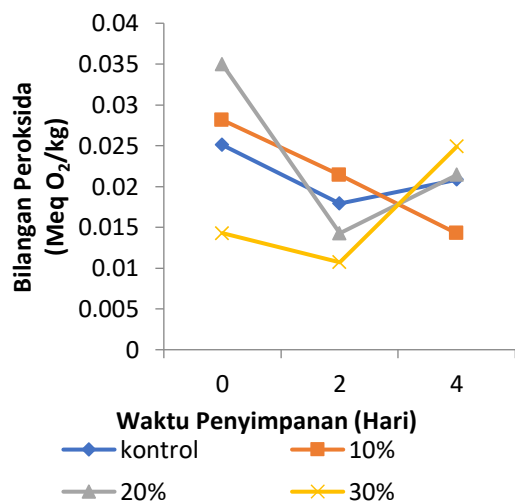
Senyawa aktif non volatil fenol seperti gingerol dan shogaol dan senyawa turunannya yang terdapat pada jahe terbukti memiliki aktivitas antioksidan. Senyawa fenolik dapat berfungsi sebagai antioksidan karena kemampuannya dalam menstabilkan radikal bebas dengan memberikan atom hidrogen kepada radikal bebas. Senyawa fenol merupakan suatu senyawa yang memiliki cincin aromatik dengan satu atau lebih gugus hidroksil yang berfungsi sebagai antioksidan^[9].

Antioksidan mampu menghambat terbentuknya radikal bebas pada tahap inisiasi dan menghambat kelanjutan reaksi autooksidasi pada tahap propagasi. Hal ini karena antioksidan memiliki energi aktivasi yang rendah untuk melepaskan satu atom hidrogen kepada radikal lemak sehingga tahap lebih lanjut dapat dicegah [14].

Gambar 1 menunjukkan bilangan peroksida minyak ikan cakalang, dimana konsentrasi 20% dan 30% mengalami penurunan dihari penyimpanan ke-2 dan kenaikan dihari penyimpanan ke-4. Konsentrasi 10% semakin hari semakin menurun.

Pemberian air jahe memberikan pengaruh terhadap oksidasi lipid minyak ikan cakalang.

Angka peroksida yang lebih rendah bukan berarti menunjukkan kondisi oksidasi yang masih berjalan pada tahap awal tetapi dimungkinkan produk hasil oksidasi lemak terurai menjadi senyawa lain pada tingkat oksidasi lanjut [15].



Gambar 1. Grafik bilangan peroksida minyak ikan cakalang

Pada saat penyimpanan dalam jangka waktu yang lama, kualitas dan kesegaran ikan akan menurun. Kandungan asam lemak tak jenuh didalam tubuh ikan cakalang lebih didominasi oleh asam lemak tak jenuh majemuk (PUFA) sehingga minyak ikan rentan mengalami ketengikan oksidatif. Lemak yang mengandung PUFA yang tinggi sangat mudah mengalami oksidasi pada saat penyimpanan [16]. Oksidasi minyak ikan meningkat seiring dengan lamanya penyimpanan, hal ini terjadi karena proses hidrolisis trigliserida pada minyak dan serta oksidasi pada ikatan rangkap asam lemak [17].

Asam Lemak Bebas

Asam lemak bebas dihasilkan oleh proses hidrolisis dan oksigen biasanya bergabung dengan lemak netral [18]. Kadar asam lemak bebas merupakan indikator untuk mengetahui banyaknya kadar asam lemak bebas dalam minyak ikan.

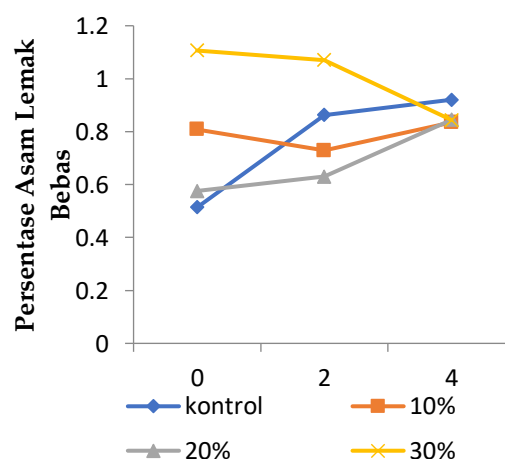
Asam lemak bebas dihasilkan dari asam lemak tidak jenuh, maka akan memperbesar

terjadinya oksidasi bila tersedia cukup oksigen [19].

Hari	Kontrol	10%	20%	30%
0	0.51±0.22	0.80±0.11	0.5758±0.13	1.10±0.17
2	0.86±0.10	0.72±0.04	0.62±0.25	1.07±0.09
4	0.92±0.09	0.83±0.11	0.84±0.38	0.84±0.08

Tabel 2. Persentase asam lemak bebas minyak ikan cakalang

Pengujian asam lemak bebas minyak ikan cakalang menunjukkan kadar yang rendah yang masih sesuai dengan standar yang telah ditentukan oleh IFOS (*International Fish Oil Standard*) yaitu 1,5%.



Gambar 2. Grafik persentase asam lemak bebas minyak ikan cakalang

Gambar 2 menunjukkan nilai asam lemak bebas antara kontrol dengan konsentrasi jahe 10%, 20%, dan 30%, dimana pada hari pertama nilai asam lemak bebas konsentrasi 10%, 20%, dan 30% lebih tinggi dari kontrol, sedangkan hari kedua dan keempat konsentrasi 10% dan 20% dan nilainya ada dibawah kontrol. Hal ini karena adanya antioksidan dalam minyak ikan sehingga nilai asam lemak bebasnya lebih rendah dibandingkan kontrol.

Peningkatan nilai asam lemak bebas terjadi pada kontrol, dimana semakin hari semakin tinggi nilai asam lemak bebasnya. Hal ini karena tidak ada penambahan antioksidan pada ikan sehingga semakin hari asam lemak bebas semakin meningkat.

Asam lemak bebas dengan konsentrasi 30% semakin hari semakin menurun. Hal ini karena konsentrasi jahe yang tinggi sehingga semakin

lama penyimpanan semakin turun kadar asam lemak bebas. Reaksi pembentukan asam lemak bebas dipercepat dengan adanya panas, air, keasaman, dan katalis enzim. Semakin lama proses ini berlangsung maka semakin meningkat jumlah asam lemak bebas [19].

Ucapan terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih atas bantuan dan bimbingan dari pembimbing I dan pembimbing II yaitu Dr. Ir. Ardi Kapahang, M.Si dan Drs. Dokri Gumolung, M.Si dan untuk semua pihak yang sudah membantu penulis dalam melakukan penelitian hingga penulisan artikel.

Kesimpulan

Pemberian air jahe memberikan pengaruh terhadap lipid ikan cakalang karena dapat menekan kenaikan bilangan peroksida dan asam lemak bebas.

Konsentrasi terbaik dalam menghambat oksidasi terdapat pada konsentrasi 10% dan 30%

DaftarPustaka

1. Bahalwan, Farida. Analisis Kadar Protein Pada Bakasang Pada Jeroan Ikan Cakalang (Katsuwonus pelamis, Lin). *Biology And Education*, **2013**, 89-95.
2. Estiasih, T. Minyak Ikan Tegnologi dan Penerapannya untuk Pangan dan Kesehatan. Yogyakarta: Graha Ilmu, 2009.
3. Harikedua, S. D. Penghambatan Oksidasi Lipida Ikan Tuna Oleh Air Jahe Selama Penyimpanan Dingin. *Jurnal Perikanan dan Kelautan Tropis*, **2012**, 7-11
4. Sohn, H. H; Taki, Y; Ushio, H; Kohata, T; Shioya I; Oshima, T. Lipid Oxidations in Ordinary and Dark Muscles of Fish: Influences on Rancid Off-odor Development and Color Darkening of Yellowtail Flesh During Ice Storage. *Journal Food Science*, **2005**: S490-S496.
5. Sitakar, N. M; Nurliana; Jamin, F; Abrar, M; Manaf, Z. H; Sugito. Pengaruh Suhu Pemeliharaan dan Masa Simpan Daging Ikan Nila (*Oreochromis niloticus*) Pada Penyimpanan Suhu -20°C Terhadap Jumlah Total Bakteri. *Jurnal Medika Veterinaria*, **2016**, 162-165
6. Ketaren, S. Minyak dan Lemak Pangan. University Of Indonesia. **1986** Press: Jakarta. 315 hal
7. Cahyadi, W. Analisis dan Aspek Kesehatan Bahan Tanaman Pangan. PT Bumi Aksara. Jakarta. **2006**
8. Jacobeb, A. M; Sri, P; Rinto, Anatomi. Komponen Bioaktif dan Aktivitas Antioksidan Daun Mangrove Api-api (*Avicena marina*). *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*, **2011**, 143-152.
9. Aloanis, A. A.; Karundeng, M., Total kandungan antioksidan ekstrak etanol buah beringin (*Ficus benjamina* Linn.). *Fullerene Journal of Chemistry*. **2019**. 4(1):1-4.
10. Kikuzaki, H. dan Nakatami, N. Antiokxidant Effects Of Some Ginger Constituents. *Journal of Food Science*. **1993** :1407-1410
11. Puspasari, A. R., Dewi, E. N., Rianingsih, L. "Aplikasi Antioksidan Dari Ekstrak Lamun (*Cymodocea rotundata*) pada Minyak Ikan Tongkol (*Euthynnus ainitis*)." *Agritech*, **2017**: 115-120
12. Lestari, N; Susanty, A; Kurniawaty. Penggunaan Natrium Klorida (NaCl) Dan Asam Fosfat (H₃PO₄) Pada Proses Degguming Untuk Pemurnian Minyak Kasar Ikan Patin (*Pangasius sp.*) *Journal of Agro-based Industry*, **2008**, 29-37
13. Association Of Official Analytical and Chemistry. Official Method of Analysis of The Association of Official Analytical of Chemist. Arlington Virginia (US): Association of Analytical and Chemist, Inc. **2005**
14. Apriyani, Tias. Efek Penambahan Antioksidan Terhadap Sifat Sensori Dan Lama Simpan Roti Tawar Yang Difotifikasi Dengan Minyak Ikan. Skripsi, Universitas Lampung, Bandar Lampung, **2016**
15. Dewi, E. N; R. Ibrahim; N, Yuaniva. Daya Simpan Abon Ikan Nila Merah (*Oreochromis niloticus* Trewavas) Yang Diproses Dengan Metode Penggorengan Berbeda. *Jurnal Saintek Perikanan*, **2011**, 6-12
16. Toisuta, Raymond Boyke. Karakterisasi Minyak Ikan Dari Hasil Samping Ikan

- Cakalang (*Katsuwonus pelamis*). Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor, **2014**.
17. Crexi, V. T; Monte, M. L; Soares, L. A. S; Pinto, L. A. A. Production and Refinement of Oil from Carp (*Cyprinus carpio*) Viscera. *Journal Food Chem*, **2010**: 119: 945-950
 18. Musbah, Muhamad. Produk Emulsi Dari Kombinasi Minyak Ikan Sardin (*Sardinella sp.*) Dan Cucut (*Centrophorus sp.*). Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor, 2017.
 19. Ahmadi, K. Pemurnian Minyak Ikan Hasil Samping Penepungan Ikan Lemuru (*Sardinella longiceps*) Menggunakan Zeolit Alam Teraktivasi. UPN Jatim, Repository 1(1): 93-102
 20. Gunawan,. Triatmo,. Rahayu, A. Analisis pangan: penentuan angka peroksida dan asam lemak bebas pada minyak kedelai dengan variasi menggoreng. *Jurnal Kimia Analitik*. **2003** :1-6.

Isolasi Senyawa Flavonoid dari Tumbuhan Cocor Bebek Sebagai Sediaan Inhibitor Korosi

Tri Reksa Saputra^{*a}, Esti Purnamasari^a, Anderson Arnold Aloanis^b

^a Teknik Kimia, Politeknik Negeri Bandung, Bandung, 40012, Indonesia

^b Kimia, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 29 September 2019
Disetujui 27 Oktober 2019

Key word:

Crassulaceae,
Kalanchoe pinnata,
Flavonol

Kata kunci:

Crassulaceae,
Kalanchoe pinnata,
Flavonol

ABSTRACT

Various species of *Kalanchoe* plant has been widely used for traditional medicine and also as an ornamental plant. This research is a continuing search for secondary metabolites from *Kalanchoe* plants in Indonesia. The fresh leaves of *Kalanchoe pinnata* (6 kg) was extracted at room temperature with methanol to obtain a concentrated extract. The concentrated extract of methanol was further partitioned successively with *n*-hexane and ethyl acetate. Yellow solid of pure isolates from ethyl acetate extract was separated by various chromatographic techniques. The chemical structure of isolates was determined by spectroscopic analysis of UV, IR, MS, ¹H-NMR, ¹³C-NMR data and a comparison with those previously reported on literature and identified as a flavonoid compound 3,3',4',5,7 pentahydroxyflavone also known as kuersetin which belong to the flavonol class.

ABSTRAK

Berbagai spesies tanaman *Kalanchoe* telah digunakan secara luas untuk bahan baku obat tradisional dan juga sebagai tanaman hias. Penelitian ini merupakan penelitian lanjutan dari pencarian senyawa metabolit sekunder dari tumbuhan *Kalanchoe* Indonesia. Daun segar *Kalanchoe pinnata* sebanyak 6 kg diekstraksi dengan metanol pada temperatur kamar sehingga diperoleh ekstrak pekat metanol. Ekstrak pekat metanol selanjutnya dipartisi berturut-turut dengan *n*-heksana dan etil asetat. Ekstrak semipolar kemudian dilakukan isolasi senyawa flavonoid dan dihasilkan isolat berwarna kuning melalui berbagai teknik kromatografi. Struktur kimia isolat ditentukan berdasarkan hasil analisis spektroskopi UV, IR, MS, ¹H-NMR, ¹³C-NMR serta perbandingan data spektroskopi yang diperoleh dari literatur dan diidentifikasi sebagai senyawa flavonoid yaitu 3,3',4',5,7 pentahidroksiflavan atau kuersetin.

*e-mail: tri.reksa@polban.ac.id

*Telp: +62179294177

Pendahuluan

Banyak sekali bahan-bahan alam yang terdapat di lingkungan sekitar, diantaranya tumbuhan, hewan, dan mikroorganisme, namun yang paling banyak digunakan oleh masyarakat luas yaitu tumbuhan, hal ini yang mendasari banyak penelitian yang dilakukan untuk mengeksplorasi senyawa-senyawa dari tumbuhan terutama senyawa metabolit sekunder. Senyawa metabolit sekunder dapat berfungsi sebagai senyawa racun untuk pertahanan, zat atraktan terhadap sesama

jenisnya, atau sebagai zat pewarna untuk menarik spesies lain [1]. Dengan demikian, berbagai produk metabolit sekunder berpotensi untuk dimanfaatkan sebagai obat, insektisida alami, material sains, dan berbagai kepentingan industri [2]. Senyawa-senyawa metabolit sekunder inilah yang biasanya dimanfaatkan sebagai sumber kajian bagi penelitian-penelitian lebih lanjut baik itu dalam bidang industri yang ramah lingkungan maupun sebagai bahan obat-obatan. Penggunaan senyawa-senyawa bahan alam pada umumnya

hanya digunakan sebagai simplisia atau senyawa model dalam sintesis obat-obatan, namun tidak menutup kemungkinan digunakan dalam bidang lain seperti halnya aplikasi untuk inhibitor korosi. Inhibitor korosi sendiri didefinisikan sebagai suatu zat yang apabila ditambahkan dalam jumlah sedikit ke dalam lingkungan akan menurunkan serangan korosi lingkungan terhadap logam. Umumnya inhibitor korosi berasal dari senyawa-senyawa organik dan anorganik yang mengandung gugus-gugus yang memiliki pasangan elektron bebas, seperti nitrit, kromat, fosfat, urea, fenilalanin, imidazolin, dan senyawa-senyawa amina. Tidak dapat dipungkiri bahwa bahan kimia sintesis ini merupakan bahan kimia yang berbahaya, harganya lumayan mahal, dan tidak ramah lingkungan, maka sering industri-industri kecil dan menengah jarang menggunakan inhibitor pada sistem pendingin, sistem pemipaan, dan sistem pengolahan air produksi mereka, untuk melindungi besi/baja dari serangan korosi. Untuk itu penggunaan inhibitor yang aman, mudah didapatkan, bersifat *biodegradable*, biaya murah, dan ramah lingkungan sangatlah diperlukan. Salah satunya adalah dengan menggunakan senyawa-senyawa organik yang berasal dari ekstrak bahan alam. Salah satu senyawa metabolit sekunder yang paling banyak diketahui adalah flavonoid yang dikenal oleh masyarakat luas sebagai senyawa yang berpotensi sebagai antioksidan.

Salah satu tumbuhan yang diketahui banyak mengandung senyawa-senyawa aktif yaitu tumbuhan Cocor Bebek (*Kalanchoe pinnata*). Tumbuhan *K. pinnata* merupakan tumbuhan yang mempunyai peran penting pada pengobatan tradisional. Dari tumbuhan *K. pinnata* telah ditemukan aktivitas farmakologi yang beragam seperti antiparasit, penambah sistem imun, penyembuhan luka, melindungi hati dari kerusakan, antisebelit, antiinflamasi, antidiabetes, antioksidan, antimikroba, analgesik, penyembuhan epilepsi, penurunan panas, dan antipiretik [3]. Mengingat aktifitas yang dimiliki oleh tumbuhan *K. pinnata* maka tumbuhan ini banyak diteliti sehingga banyak dihasilkan senyawa-senyawa senyawa metabolit sekunder baik dari golongan steroid, alkaloid, tanin, saponin, flavonoid maupun

senyawa gula.

Penelitian ini merupakan penelitian lanjutan dari penelitian-penelitian sebelumnya, dimana pada tahun 2016, Saputra dan Ngatin melakukan penelitian mengenai skrining ekstrak dari tumbuhan *K.pinnata* sebagai inhibitor korosi dimana hasil dari penelitian tersebut ekstrak semipolar (ekstrak etil asetat) mampu menurunkan laju korosi baja karbon dalam larutan NaCl 3,5% dari 2,954 mpy menjadi 0,963 mpy dengan penambahan 500 ppm ekstrak, dan 0,923 mpy pada penambahan 1000 ppm. Pada tahun 2017, Saputra dan Ngatin kembali meneliti mengenai pengelompokan golongan senyawa ekstrak semi polar daun Cocor bebek (*Kalanchoe pinnata*) dan aktivitasnya sebagai inhibitor korosi, dimana penelitian ini dilakukan untuk mengelompokkan senyawa-senyawa semipolar dari tumbuhan *K.pinnata* dan didapatkan hasil 2 kelompok ekstrak, dimana kedua kelompok tersebut termasuk ke dalam senyawa-senyawa golongan Flavonoid. Kelompok senyawa pertama mampu menurunkan laju korosi baja karbon dalam larutan NaCl 3,5% dari 0,0437 mmpy menjadi 0,0378 mmpy dengan penambahan 1000 ppm pada waktu pengkorosian selama 168 jam, sedangkan kelompok senyawa kedua menurunkan laju korosi baja karbon dalam larutan NaCl 3,5% dari 0,0437 mmpy menjadi 0,0401 mmpy. Pada tahun 2018, Ngatin dan Saputra melakukan penelitian mengenai pemanfaatan ekstrak daun Cocor Bebek sebagai inhibitor korosi baja karbon di lingkungan asam klorida yang dihasilkan ekstrak daun cocor bebek menggunakan pelarutan aseton menghasilkan kadar antioksidan tertinggi yaitu 235,10 ppm dibandingkan pelarut *n*-heksana, etil asetat, metanol, dan asam asetat dan mampu menurunkan laju korosi sebesar 17,22 mpy dengan efisiensi inhibitor 34,47 %. Merujuk penelitian-penelitian ini, maka akan dilakukan penelitian mengenai isolasi senyawa-senyawa flavonoid dari tumbuhan *K.pinnata* dimana dari hasil penelitian-penelitian sebelumnya didapatkan hasil bahwa ekstrak semipolar yang mengandung senyawa-senyawa flavonoid berpotensi sebagai inhibitor korosi.

Bahan dan Metode

Daun tumbuhan *Kalanchoe pinnata* dikumpulkan dari daerah Padalarang, Bandung Barat, Jawa Barat, Indonesia. Bahan kimia yang digunakan terdiri dari berbagai jenis pelarut teknis (didestilasi ulang) seperti; *n*-heksana, metanol, aseton, dan pro-analis seperti; diklorometan dan kloroform. Silika GF₂₅₄ untuk KLT (kromatografi lapis tipis), Silika G60 (10-40 μ m) dan luas permukaan (500 m²/g) untuk Kromatografi cair vakum dan silika G60 (70-230 dan 230-400 mesh) untuk kromatografi kolom terbuka, serta pereaksi penampak noda AlCl₃ 10% dalam etanol.

Peralatan yang digunakan meliputi alat gelas yang umum digunakan di laboratorium kimia organik, maserator, *rotary evaporator* R-200 Buchi dengan pompa vakum Vac V-500 Buchi dan penangas air B-490 Buchi, kolom kromatografi terbuka berbagai ukuran, lampu UV Vilbert Luomart (λ 254 nm dan λ 365 nm), spektrofotometer FTIR Spectrum One Perkin Elmer, Spektrometer *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) JEOL JNM ECA-500 dengan TMS sebagai standard dalam.

Ekstraksi dan isolasi

Daun segar *K. pinnata* sebanyak 5,7 kg dihaluskan kemudian diekstraksi dan dipekatkan. Ekstrak metanol yang diperoleh sebanyak 155,74 g kemudian dilarutkan dengan air dan dipartisi berturut-turut dengan *n*-heksana dan etil asetat sehingga diperoleh ekstrak *n*-heksana (23,4 g) dan ekstrak etil asetat (15 g). Ekstrak etil asetat kemudian dilakukan pemisahan dengan menggunakan kromatografi vakum cair yang menghasilkan 7 fraksi gabungan. Penggabungan fraksi tersebut dilakukan dengan panduan kromatografi lapis tipis dan dibawah lampu UV 254 nm serta pereaksi penampak AlCl₃ 10% dalam etanol. Dari 7 fraksi gabungan tersebut, fraksi 3 dan fraksi 4 dilakukan pemisahan lebih lanjut. Fraksi 3 dilakukan pemurnian dengan menggunakan kromatografi kolom dengan menggunakan silika G60 dengan menggunakan eluen *n*-heksana:etil asetat (3:7) secara isokratik yang kemudian menghasilkan padatan berwarna kuning sebanyak 95,5 mg yang kemudian dilakukan pemisahan kembali dengan menggunakan kromatografi kolom dengan menggunakan silika ODS dengan eluen

metanol : air : aseton (1:2:1) secara isokratik dan menghasilkan isolat berupa padatan kuning sebanyak 7,1 mg.

Fraksi 4 dilakukan pemisahan dengan metode kromatografi kolom dengan menggunakan silika G60 dengan eluen *n*-heksana : etil asetat (3:7) secara isokratik yang dihasilkan padatan berwarna kuning yang selanjutnya dilakukan proses pemurnian dengan menggunakan metode KLT preparatif dengan menggunakan eluen *n*-heksana : etil asetat (4:6) sehingga diperoleh isolat berupa padatan berwarna kuning sebanyak 5,2 mg.

Hasil dan Pembahasan

Ekstrak metanol dari daun segar *K. pinnata* dipekatkan dan dilarutkan ke dalam air. Lapisan air selanjutnya dipartisi berurut-turut antara *n*-heksana dan etil asetat. Ekstrak etil asetat kemudian dipisahkan dengan berbagai metode kromatografi dan diperoleh isolat sebanyak (11 mg) berupa padatan berwarna kuning.

Isolat diperoleh sebagai kristal kuning; UV (MeOH) λ_{maks} : 255,4; 370,8, 268,4; 340,0 nm; IR (KBr) ν_{maks} : 3400 (OH), 2000-1750 (overtone aromatik), 1650 (C=O keton), 1600, 1500, 1400 (turunan benzen), 1092 (C-O eter), 800-750 cm⁻¹ (disubstitusi benzen) ; ¹H-NMR (Aseton, 500,0 MHz) δ ppm: 6,23 (1H, d, *J* = 1,95 Hz, H-6), 6,49 (1H, d, *J* = 1,95 Hz, H-8), 6,97 (1H, d, *J* = 8,45 Hz, H-5'), 7,79 (1H, d, *J* = 1,95 Hz, H-2'), 7,79 (1H, d, *J* = 1,95 dan 8,45Hz, H-6'); ¹³C-NMR (Aseton-D₆, 125,76 MHz) δ ppm: 164,9 (C-2), 136,7 (C-3), 176,5 (C-4), 164,9 (C-5), 99,1 (C-6), 164,9 (C-7), 94,5 (C-8), 157,8 (C-9), 104,1 (C-10), 123,7 (C-1'), 115,7 (C-2'), 145,8 (C-3'), 148,3 (C-4'), 116,2 (C-5'), 121,5 (C-6'); ESIMS *m/z* [M-1]⁺301,43, [M]⁺ 302,43.

Data UV memperlihatkan hasil serapan pada daerah λ_{maks} 370,8 nm (pita 1) dan 255,4 nm (pita 2) yang merupakan serapan khas senyawa flavonoid. Hal ini mengindikasikan pada pita 1 menunjukkan serapan yang berhubungan dengan resonansi gugus sinamoil yang melibatkan cincin B dan pita 2 menunjukkan serapan yang berhubungan dengan resonansi gugus benzoil yang melibatkan cincin A dari flavonoid. Dengan penambahan pereaksi geser AlCl₃ serapan maksimum pita 1 menjadi 340,0 nm, dan pita 2 menjadi 268,4 terjadi pergeseran

batokromik disertai penurunan intensitas pada pita 1, penurunan intensitas pada pita 1 disebabkan karena terbentuknya khelat antara AlCl_3 dengan cincin B.

Dari data IR serapan berupa pita lebar pada bilangan gelombang 3400 cm^{-1} yang menunjukkan ada gugus hidroksil (regang O-H), $2000\text{--}1750\text{ cm}^{-1}$ (overtone aromatik), 1650 cm^{-1} (regang C=O karbonil), $1600\text{--}1400\text{ cm}^{-1}$ (regang C=C aromatik), 1092 cm^{-1} (Regang C-O eter) dan $800\text{--}750\text{ cm}^{-1}$ (disubstitusi benzen).

Data ^{13}C -NMR, Isolat memiliki 15 sinyal karbon yang terdiri dari satu karbonil pada δ_c 176,55 ppm, 12 atom karbon aromatik yang muncul pada rentang sinyal antara δ_c 100 – 160 ppm dan dua atom karbon aromatik yang shielded yang muncul pada sinyal δ_c 94,48 ppm dan 99,09 ppm karena bertetangga dengan gugus karbon yang terikat oleh gugus hidroksil.

Data ^1H -NMR pada senyawa 1 terdiri dari lima proton yang terikat pada Csp^2 dimana dapat dihitung J atau tetapan penjodohan dapat dilihat bahwa pada H6 dan H8 berposisi meta karena mempunyai J yang sama yaitu 1,95. Posisi H2' dan H6' juga saling berposisi meta karena memiliki harga J yang sama yaitu 1,95, sedangkan pada posisi H5' berposisi orto terhadap H6' karena memiliki harga $J = 8,45$ yang merupakan pengaruh orto dalam sistem aromatik.

Isolat kemudian dilakukan pengukuran MS untuk mengetahui berat molekulnya. Dari data MS menggunakan metode ion negatif dihasilkan $[m/z\ [M+H]^-]$ sebesar 301,04 yang berarti berat molekul yang sebenarnya adalah 302,04.

Dari data UV, IR, NMR dan MS maka diduga Isolat memiliki rumus molekul $\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7$. Mengetahui dugaan rumus molekul tersebut, maka dapat diperoleh nilai DBE 11 yang terdiri dari 8 ikatan rangkap dan 3 siklik. Dugaan struktur Isolat adalah 3,3',4',5',7 pentahidroksiflavon atau lebih dikenal dengan Kuersetin.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian terhadap ekstrak etil asetat daun *K. pinnata* diperoleh senyawa hasil isolasi golongan flavonoid berbentuk padatan kuning yaitu 3,3',4',5',7 pentahidroksiflavon atau kuersetin.

Daftar Pustaka

1. Dewick, P.M., Medicinal Natural Products: A Biosynthetic Approach. Second edition. London, John Wiley and sons. 2009.
2. Harbourne, J.B., Metode Fitokimia: Penuntun Cara Menganalisis Tumbuhan Terbitan Kedua. Bandung. Penerbit ITB. 1987.
3. Biswas, S.; Chowduri, A.; Das, J.; Hosen, Z.; Uddin, R.; Rahaman., S. Literature Review on Pharmacological Potential of *Kalanchoe pinnata* (Crassulaceae), *African Journal of Pharmacy and Pharmacology*, 2011. 5(10): 1258-1262.
4. Saputra, T. R; Ngatin, A. Extract of Cocor Bebek (*Kalanchoe pinnata*) as a Corrosion Inhibitor. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*. 2017. 6 (2) 112-116
5. Saputra dan Ngatin, 2017, Pengelompokan Golongan Senyawa Ekstrak Semi Polar Cocor Bebek (*Kalanchoe pinnata*) dan Aktivitasnya Sebagai Inhibitor Korosi, Penelitian Pemula DIPA POLBAN.
6. Saputra, T. R.; Ngatin A. Ekstraksi Daun Cocor Bebek Menggunakan Berbagai Pelarut Organik Sebagai Inhibitor Korosi Pada Lingkungan Asam Klorida. *Fullerene Journal of Chemistry*. 2019. 4(1): 21-27.
7. Jones, D.A. Principles and Prevention of Corrosion, New York, Macmillan Publishing Company. 1992.
8. Trethewey, K. R.; Chamberlain, J. Korosi, Untuk Mahasiswa dan Rekayasawan, Jakarta, Dramedia Pustaka Utama. 1988.
9. Djaprie, S. Ilmu dan Teknologi Bahan, ed. 5, Jakarta, Erlangga. 1995.

Skrining Fitokimia dan Potensi Antilitiasis dari Ekstrak Etanol Daun Nusa Indah Putih (*Mussaenda pubescens*)

Emma J. Pongoh*, Rymond J. Rumampuk, Dian H.O Howan, Veyta Tamunu

Kimia, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 01 Oktober 2019
Disetujui 25 Oktober 2019

Key word:
Phytochemical screening,
antilitiasis,
nusa indah putih leaf

Kata kunci:
skrining fitokimia,
antilitiasis,
daun nusa indah putih

*e-mail
julin.pongoh@yahoo.co.id:
*Telp:
+6282185880314

ABSTRACT

The phytochemical screening and antilitiasis assay have been done on the ethanolic extract of nusa indah putih leaf (*Mussaenda pubescens*). The screening phytochemical results showed that the leaves of nusa indah putih (*M. pubescens*) positively contain alkaloids and flavonoids. Antilitiasis assay results showed effectiveness in improving urolithiasis rats at doses of 300 mg / kg BW better in improving kidney compared to dose 150 mg / kg BW with a concentration of 1.8 ml / rat.

ABSTRAK

Skrining fitokimia dan uji antilitiasis telah dilakukan pada ekstrak etanol daun nusa indah putih (*Mussaenda pubescens*). Hasil skrining fitokimia menunjukkan bahwa daun nusa indah putih (*M. pubescens*) positif mengandung alkaloid dan flavonoid. Hasil uji antilitiasis menunjukkan efektivitas dalam memperbaiki tikus urolitiasis dengan dosis 300 mg/kg BB lebih baik dalam memperbaiki ginjal dibandingkan dengan dosis 150 mg/kg BB dengan konsentrasi 1,8 ml/tikus.

Pendahuluan

Tumbuhan obat merupakan tumbuhan yang memiliki khasiat obat dalam mengobati maupun mencegah suatu penyakit. Sebagian masyarakat memilih menggunakan obat tradisional dalam menyembuhkan atau mencegah suatu penyakit yang disebabkan karena tingginya harga obat di pabrik yang tidak diimbangi dengan daya beli masyarakat. Indonesia merupakan salah satu negara dengan kekayaan hayati terbesar yang memiliki lebih dari 30.000 spesies tanaman tingkat tinggi. Hingga saat ini tercatat 7.000 spesies tanaman telah diketahui khasiatnya namun kurang dari 300 tanaman yang digunakan sebagai bahan baku industri farmasi secara reguler. WHO pada tahun 2008 mencatat bahwa 68% penduduk dunia masih menggantungkan sistem pengobatan tradisional yang mayoritas melibatkan tumbuhan untuk menyembuhkan penyakit dan lebih dari 80% penduduk dunia menggunakan obat herbal untuk mendukung

kesehatan mereka [1].

Salah satu penyakit yang banyak diobati dengan tanaman obat adalah penyakit batu ginjal. Di dunia, diperkirakan terdapat 12% kejadian batu ginjal di mana 70-81% adalah laki-laki dan hanya 47-60% terdapat pada perempuan, khususnya pada usia 40-50 tahun [2, 3]. Batu ginjal merupakan material-material kristal yang keras yang berbentuk dalam ginjal atau traktus urinaria, terbentuk akibat kelebihan garam di aliran darah yang kemudian mengkristal di ginjal. Bentuk dan ukurannya bermacam-macam, yang dapat menimbulkan rasa sakit yang hebat serta pendarahan ringan. Batu ginjal tidak dapat larut hanya dengan mengatur pola diet. Penggunaan obat-obatan seperti diuretik hingga operasi pengangkatan batu tentu memiliki resiko tinggi dan biaya yang mahal [2]. Salah satu obat herbal yang juga selama ini digunakan secara empiris untuk mengatasi batu ginjal adalah daun dari tumbuhan nusa indah

putih (*Mussaenda pubescens*). Nusa indah putih (*Mussaenda pubescens*) termasuk dalam genus *Mussaenda* yang secara farmakologi memiliki produk alamiah aktif khususnya iridoid, triterpen dan flavonoid. Keuntungan spesies dari genus ini mudah bertumbuh, bebas penyakit dan peptisida. Analisis fitokimia dari bagian tanaman nusa indah putih (*Mussaenda pubescens*) mengandung triterpenoid saponin [4].

Masyarakat di Sulawesi Utara pemanfaatan daun nusa indah putih untuk pengobatan batu ginjal selama ini belum banyak dilakukan. Untuk itu perlu dilakukan penelitian terhadap beberapa senyawa yaitu alkaloid, flavonoid dan saponin melalui uji skrining fitokimia dan efektivitas daun nusa indah putih (*Mussaenda pubescens*) sebagai antilitiasis pada hewan uji tikus putih (*Rattus norvegicus*) dengan melihat perubahan histopatologi ginjal.

Bahan dan Metode

Skrining Fitokimia

Uji Alkaloid

Sebanyak 2 g sampel ditambahkan 5 mL kloroform dikocok kemudian dipisahkan kedalam tabung A dan B sebanyak 10 tetes, masing-masing tabung ditambahkan dengan 10 tetes H_2SO_4 2N dikocok kuat, kemudian tabung A ditambahkan reagen Wagner dan tabung B ditambahkan reagen Mayer masing-masing sebanyak 2 tetes. Adanya alkaloid ditandai dengan terbentuknya endapan kecokelatan oleh pareaksi Wagner dan terbentuknya endapan krem pada pereaksi Mayer [5].

Uji Flavonoid

Sebanyak 4 g sampel dibagi menjadi 2 tabung dengan masing-masing tabung sebanyak 2 g sampel, kemudian tiap tabung diekstraksi dengan metanol sebanyak 3 mL, disaring. Tabung A ditambahkan H_2SO_4 sebanyak 2 tetes dan tabung B ditambahkan NaOH 10% sebanyak 2 tetes kemudian dikocok kuat. Terbentuknya warna kuning, merah atau cokelat pada tabung A menunjukkan adanya flavonoid. Kemudian pada tabung B bila terjadi perubahan warna kuning, merah, cokelat atau hijau menunjukkan adanya flavonoid.

Uji Saponin

Sebanyak 2 g sampel diekstraksi dengan air panas sebanyak 5 mL, disaring dan dikocok kuat kemudian diamkan selama 2 menit. Tambahkan HCl 2N sebanyak 2 tetes, kocok kuat dan diamkan selama 10 menit. Adanya saponin ditunjukkan dengan terdapat buih/busa dengan intensitas yang banyak dan konsisten selama 10 menit.

Tahap Preparasi Sampel

Tahap preparasi sampel, daun nusa indah putih sebanyak 6 kg dibersihkan, dikeringkan dalam suhu ruang dengan dibantu alat pengering (kipas angin), kadar air diukur dan didapat 5%. Daun kering sebanyak 1,5 kg dihaluskan dengan cara diblender lalu diayak menggunakan ayakan 40 mesh, sehingga diperoleh serbuk kering sebanyak 1,4 kg.

Pembuatan Ekstrak Etanol

Tahap ekstraksi dilakukan dengan cara maserasi yaitu serbuk kering daun nusa indah putih sebanyak 1,4 kg dimaserasi dengan etanol 70%, sehingga memperoleh filtrat, kemudian disaring menggunakan kertas saring dan diperoleh filtrat sebanyak 11,244 L, lalu filtrat dievaporasi dan didapat ekstrak kental etanol sebanyak 217,72 g.

Uji Efektivitas Antilitiasis

Setelah adaptasi, tikus perlakuan untuk kontrol (P0) hanya diberi pakan dan air minum, sedangkan tikus perlakuan P1 diberi induksi etilen glikol 0.75% selama 14 hari. Kelompok perlakuan P2 diberi etilen glikol 0.75% 14 hari kemudian diikuti pemberian ekstrak etanol daun nusa indah putih 150 mg/kg BB selama 14 hari. Kelompok perlakuan P3 diberi etilen glikol 0.75% selama 14 hari kemudian diikuti pemberian ekstrak etanol daun nusa indah putih 300 mg/kgBB selama 14 hari.

Uji Histopatologi ginjal

Abdomen dibuka kemudian ginjal diambil, dibersihkan dari jaringan sekitarnya kemudian difiksasi dengan larutan Bouin. Selanjutnya di embedding di parafin, dipotong dengan ketebalan 5 μ dan diwarnai dengan hematoksilin-eosin (H-E) (Gambar 2, 3, 4. 5) untuk melihat perubahan histopatologi ginjal

[6, 7].

Analisis Data

Hasil pengamatan dilihat dari hasil uji skrining fitokimia alkaloid, flavonoid dan saponin. Untuk histopatologi ginjal dianalisis secara deskriptif melihat perubahan histopatologi ginjal melalui mikroskop.

Hasil dan Pembahasan

Skrining Fitokimia

Skrining fitokimia merupakan tahap pendahuluan dalam suatu penelitian fitokimia yang bertujuan untuk memberikan gambaran tentang golongan senyawa yang terkandung dalam tanaman yang sedang diteliti [8]. Senyawa-senyawa yang dianalisis meliputi alkaloid, flavonoid dan saponin.

Tabel 1. Hasil skrining fitokimia daun nusa indah putih

Bahan	Alkaloid	Flavonoid	Saponin
daun nusa indah putih	+	+	-

Keterangan: (+) Menunjukkan tingkat intensitas warna

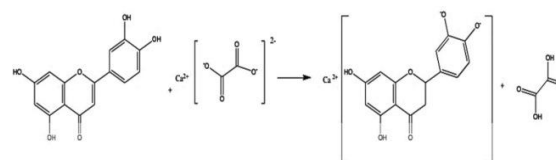
Alkaloid

Hasil uji fitokimia alkaloid menunjukkan bahwa sampel daun nusa indah putih positif mengandung alkaloid. Hal ini dibuktikan dengan terbentuknya endapan krem pada tabung reaksi setelah ditetesi pereaksi Meyer. Alkaloid merupakan golongan zat tumbuhan sekunder yang terbesar. Pada umumnya alkaloid mencakup senyawa bersifat basa yang mengandung satu atau lebih atom nitrogen, biasanya dalam gabungan, sebagai bagian dari sistem siklik. Alkaloid seringkali beracun bagi manusia dan banyak yang mempunyai kegiatan fisiologis yang menonjol yang digunakan secara luas dalam bidang pengobatan. Alkaloid biasanya tanpa warna, seringkali bersifat optis aktif, kebanyakan berbentuk kristal tetapi hanya sedikit yang berupa cairan (misalnya nikotina pada suhu kamar) [9].

Flavonoid

Hasil analisis diketahui bahwa sampel daun nusa indah putih positif mengandung flavonoid ditandai dengan perubahan warna menjadi kuning kehijauan. Flavonoid merupakan istilah yang dikenakan pada suatu golongan besar senyawa yang berasal dari kelompok senyawa yang paling umum yaitu senyawa flavon. Flavonoid mencakup banyak pigmen yang paling umum dan terdapat pada seluruh dunia tumbuhan mulai dari fungus sampai angiospermae [10]. Flavonoid berupa senyawa fenol, karena itu warnanya berubah bila ditambah basa atau anionik, sehingga flavonoid mudah dideteksi pada kromatogram atau dalam larutan [9].

Secara normal, pembentukan kalsium batu ginjal dihambat oleh flavonoid, kalium, magnesium, dan asam sitrat [11]. Senyawa flavonoid adalah suatu kelompok senyawa fenol yang terbesar ditemukan di alam. Kalsium pada batu ginjal diduga dapat membentuk senyawa kompleks dengan gugus -OH dari flavonoid sehingga membentuk Ca-flavonoid. Senyawa kompleks ini diduga lebih mudah larut dalam air, sehingga air yang ada dalam urin akan membantu kelarutan batu tersebut. Aktivitas diuretik flavonoid dapat membantu pengeluaran batu dari dalam ginjal yaitu dikeluarkan bersama urin. Dugaan reaksi antara senyawa flavonoid dengan kalsium oksalat dalam batu ginjal ditunjukkan pada Gambar 1. Sementara kalium akan menyingkirkan kalsium dan berikatan dengan oksalat sehingga menjadi senyawa yang lebih mudah larut dalam air [12].



Gambar 1. Dugaan reaksi flavonoid dengan kalsium oksalat [13]

Saponin

Hasil analisis diketahui bahwa sampel daun nusa indah putih tidak mengandung saponin karena tidak terbentuknya buih/busa setelah pengocokkan. Senyawa yang memiliki gugus polar dan non polar bersifat aktif

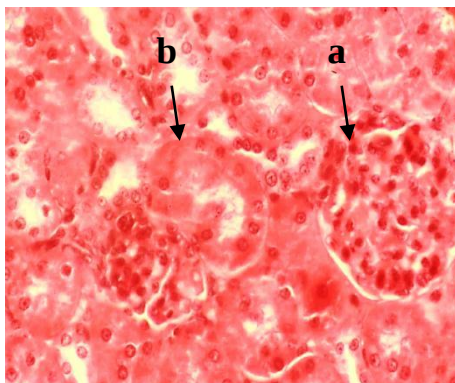
permukaan, sehingga saat saponin dikocok dengan air dapat membentuk misel, gugus polar menghadap ke luar sedangkan gugus nonpolarnya menghadap ke dalam, keadaan inilah yang tampak seperti busa [10].

Histopatologi

Hasil histopatologi antilitiasis ekstrak etanol daun nusa indah putih menggunakan tikus putih sebagai hewan uji dibagi ke dalam 4 kelompok sebagai berikut:

Hasil Histopatologi Tikus Normal

Pada kelompok tikus kontrol, gambaran histopatologi menunjukkan korpus renalis dan tubulus ginjal dalam keadaan normal. Sel-sel podosit pada korpus renalis terlihat dalam keadaan normal dengan inti yang terlihat jelas. Ruang kapsular renalis tampak jelas demikian juga dengan kapiler-kapiler yang terdapat pada glomerulus. Pada tubulus terlihat lumen dengan sel-sel dan inti yang utuh dan terlihat dengan jelas (dapat dilihat pada Gambar 2).

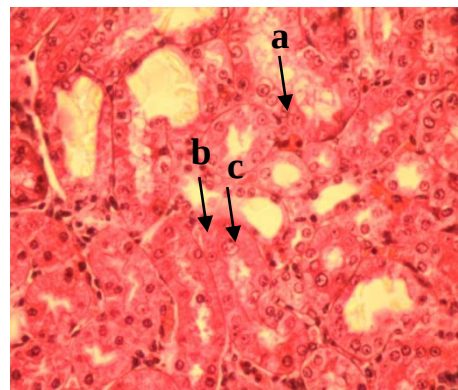


Gambar 2. a. Glomerulus yang ada pada nefron ginjal (tempat penyaringan darah), terlihat dalam keadaan normal tampak jelas.
b. Tubulus yang ada pada nefron ginjal (tempat penyaringan darah) terlihat dalam keadaan normal, tampak jelas dan utuh.

Hasil Histopatologi Tikus yang diberi Etilen Glikol

Gambaran histopatologi ginjal tikus yang diberikan induksi etilen glikol 0.75% menunjukkan adanya kerusakan pada korpus renalis dan tubulus ginjal. Sel-sel podosit pada korpus renalis mengalami atrofi bahkan kehilangan inti yang ditandai dengan sel-sel yang mulai mengecil dengan warna yang lebih gelap. Hal yang serupa terlihat juga pada

kapsula renalis (Bouman) dimana sel-sel epitelium kapsular mengalami atrofi (mengecil/mengerut) dan deskuamasi (pengelupasan). Pada tubulus ginjal, sel-sel epitel selain mengalami atrofi (mengecil/mengerut), pignotis (mengecil/menghitam) dan diskuamasi (pengelupasan) juga terlihat adanya infiltrasi sel-sel inflamasi ke dalam lumen tubulus. Hasil penelitian juga menunjukkan pada glomerulus dan tubulus ginjal terdapat endapan mikrokristal dengan terlihat adanya cahaya (dapat dilihat pada Gambar 3).



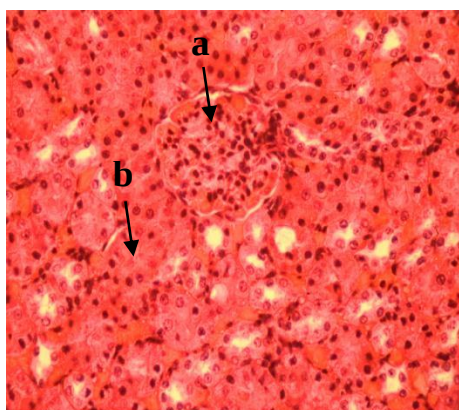
Gambar 3. a. Glomerulus terlihat mengalami deskuamasi (pengelupasan pada glomerulus) dan atrofi (mengecil/mengerut) dengan warna lebih gelap.
b. Tubulus terlihat mengalami atrofi (mengecil/mengerut), pignotis (mengecil dan warna lebih gelap), diskuamasi (pengelupasan pada tubulus) dan inflamasi (pembengkakan).
c. Mikrokristal atau terbentuknya kristal kecil dengan terlihatnya cahaya pada glomerulus dan tubulus ginjal.

Hasil Histopatologi Tikus yang diberi Ekstrak Etanol Daun Nusa Indah Putih dengan Dosis 150 mg/kg BB

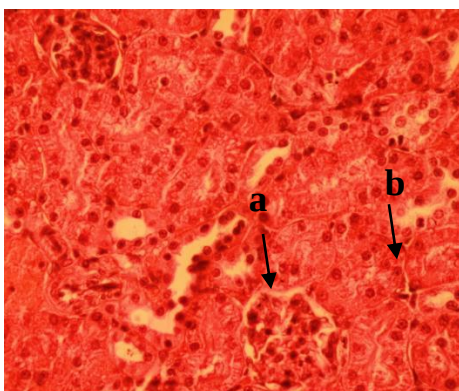
Pemberian ekstrak etanol daun nusa indah putih (*Mussaenda pubescens*) 150 mg/kg BB pada tikus urolitiasis menunjukkan belum adanya perbaikan yang berarti pada korpus renalis dan tubulus ginjal. Masih terlihat adanya kerusakan pada glomerulus dan tubulus seperti inflamasi, infiltrasi, diskuamasi sel-sel epitel namun tidak terdapat adanya endapan kristal seperti yang terlihat pada ginjal tikus yang diinduksi dengan etilen glikol (dapat dilihat pada Gambar 4).

Hasil Histopatologi Tikus yang diberi Ekstrak Etanol Daun Nusa Indah Putih dengan Dosis 300 mg/kg BB

Pemberian ekstrak etanol daun nusa indah putih (*Mussaenda pubescens*) 300 mg/kg BB pada tikus urolitiasis menunjukkan adanya perbaikan pada glomerulus dan tubulus. Dibandingkan dengan dosis 150 mg/kg BB (Gambar 4), dosis 300 mg/kg BB menunjukkan adanya perbaikan yang lebih jelas. Tidak terlihat adanya kerusakan pada glomerulus dan tubulus seperti inflamasi (pembengkakan), infiltrasi (kerusakan pada tempat penyaringan darah), diskumasi (pengelupasan) sel sel epitel dan juga tidak terdapat adanya endapan kristal seperti yang terlihat pada ginjal tikus yang diinduksi dengan etilen glikol (dapat dilihat pada Gambar 5).



Gambar 4. a. Glomerulus terlihat lebih normal tidak adanya kerusakan pada glomerulus.
b. Tubulus terlihat lebih normal tidak adanya kerusakan pada tubulus.



Gambar 5. a. Glomerulus masih terlihat adanya kerusakan seperti inflamasi (pembengkakan) dan diskumasi (pengelupasan).
b. Tubulus masih terlihat adanya kerusakan seperti inflamasi (pembengkakan), infiltrasi (kerusakan pada tempat penyaringan darah) dan diskumasi (pengelupasan)

Kesimpulan

Hasil uji skrining fitokimia daun nusa indah putih (*Mussaenda pubescens*) positif alkaloid dan flavonoid.

Ekstrak etanol daun nusa indah putih (*Mussaenda pubescens*) dapat memperbaiki urolitiasis (batu ginjal) dengan dosis 300 mg/kg BB lebih baik dalam memperbaiki ginjal dibandingkan dengan dosis 150 mg/kg BB, dilihat dari tidak terlihat adanya kerusakan pada glomerulus dan tubulus seperti inflamasi (pembengkakan), infiltrasi, diskumasi (pengelupasan) sel-sel epitel dan juga tidak terdapat adanya endapan kristal seperti yang terlihat pada ginjal tikus yang diinduksi dengan etilen glikol.

Daftar Pustaka

1. Saifudin, A.; Rahayu, V.; Teruna, H. Y., *Standarisasi bahan obat alam*. Graha Ilmu: Yogyakarta, 2011; Vol. 4, p 69-84.
2. Lee, Y. H.; Huang, W. C.; Huang, J. K.; Chang, L. S., Testosterone enhances whereas estrogen inhibits calcium oxalate stone formation in ethylene glycol treated rats. *The Journal of urology* **1996**, 156, (2), 502-505.
3. Soundararajan, P.; Mahesh, R.; Ramesh, T.; Begum, V. H., Effect of *Aerva lanata* on calcium oxalate urolithiasis in rats. **2006**.
4. Zhao, W.; Wolfender, J.-L.; Hostettmann, K.; Cheng, K.; Xu, R.; Qin, G., Triterpenes and triterpenoid saponins from *Mussaenda pubescens*. *Phytochemistry* **1997**, 45, (5), 1073-1078.
5. Aloanis, A. A.; Fahriana, F.; Haryadi, H., Skrining fitokimia dan uji toksitas ekstrak daun balik angin (*Mallotus Sp*) terhadap larva *Artemia salina* Leach dengan metode brine shrimp lethality test (BSLT). *Fullerene Journal of Chemistry* **2017**, 2, (2), 77-81.
6. Humason, G. L., Animal tissue techniques. *Animal tissue techniques*. **1962**.
7. Shah, B. N.; Raiyani, K. D.; Modi, D. C., Antiuroolithiasis Activity study of *Momordica charantia* Linn. Fruits. *International Journal of Pharmacy Research And Technology* **2011**, 1, (1), 6-11.
8. Kristanti, A. N.; Aminah, N. S.; Tanjung, M.; Kurniadi, B., Buku ajar fitokimia.

- Surabaya (ID): Airlangga University Pr
2008, 3-161.
9. Harborne, A., *Phytochemical methods a guide to modern techniques of plant analysis*. springer science & business media: 1998.
 10. Robinson, T.; Padmawinata, K., *Kandungan Senyawa Organik Tumbuhan Tinggi*, . ITB: Bandung, 1995; p 45-46.
 11. Sudoyo, A. W.; Setiyohadi, B.; Alwi, I.; Simadibrata, M.; Setiati, S., Buku ajar ilmu penyakit dalam. *Jakarta: Fkui* **2006**, 400-411.
 12. Nisma, F., Pengaruh penambahan ekstrak etanol 70% buah anggur biru (*vitis vinifera* L.) terhadap kelarutan kalsium batu ginjal. **2011**.
 13. Taufiq, M. Uji kelarutan batu ginjal dalam ekstrak akuades daun alpukat (*Persea americana* mill) secara in vitro dan analisis kadar kalsium menggunakan spektrofotometri serapan atom. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim, 2014.

Analisis Struktur Kristal Polyetilen Glicol (PEG-4000) Coated Nanopartikel Magnetite (Fe_3O_4)

Alfrie Musa Rampengan*, Jeferson Polii

^a Ilmu Fisika FMIPA, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 03 Oktober 2019
Disetujui 27 Oktober 2019

Key word:
nanopartikel Fe_3O_4
crystal structures

Kata kunci:
nanopartikel Fe_3O_4
struktur kristal

ABSTRACT

The synthesis of materials made from $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, and NH_4OH hydrocarbon materials have been synthesized using the coprecipitation method which has produced the Fe_3O_4 nanoparticle material. Crystal structure analysis of Fe_3O_4 nanoparticles can be seen from the results of material characterization using X-Ray Diffractometer which shows the diffraction peaks, namely (220) (311) (400) (511) (440) with the main peak on the index (311). Samples of Fe_3O_4 nanoparticles were modified with PEG-4000 polymer, emerging new diffraction peaks such as peaks with index (111), α - Fe_3O_4 peaks, γ - FeO (OH) peaks and α - FeO (OH) peaks. The emergence of these new peaks is due to the influence of the PEG-4000 polymer which directly shows the bond with the -OH (hydroxyl) group.

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis material yang berbahan dasar senyawa hidrat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan NH_4OH menggunakan metode kopresipitasi yang menghasilkan material nanopartikel Fe_3O_4 . Analisis struktur kristal nanopartikel Fe_3O_4 dilihat dari hasil karakterisasi material menggunakan X-Ray Diffractometer yang menunjukkan puncak-puncak difraksi yaitu (220) (311) (400) (511) (440) dengan puncak utama pada indeks (311). Sampel nanopartikel Fe_3O_4 dimodifikasi dengan polimer PEG-4000, muncul puncak-puncak difraksi yang baru seperti puncak dengan indeks (111), puncak α - Fe_3O_4 , puncak γ - FeO (OH) dan puncak α - FeO (OH). Munculnya puncak-puncak baru tersebut disebabkan oleh pengaruh polimer PEG-4000 yang secara langsung menunjukkan ikatan dengan gugus -OH (hidroksil).

*email:
alfrierampengan@unima.ac.id
*Telp: 08114382696

Pendahuluan

Nanopartikel magnetik memiliki sifat yang sangat aplikatif dalam berbagai bidang ilmu, seperti fluida, gel magnetik, bioteknologi, biomedis, katalis, dan *magnetic resonance imaging* (MRI). Keberhasilan penerapan nanopartikel magnetik di berbagai bidang ilmu sangat tergantung pada stabilitas partikel pada berbagai kondisi yang berbeda. Partikel akan menjadi sangat populer ketika ukuran partikel berada pada *range* nano yang bergantung pada komposisi materi. Masing-masing dari nanopartikel akan menjadi domain magnetik tunggal dan menunjukkan perilaku superparamagnetik [1]. Ukuran partikel itulah yang menentukan sifat kemagnetan. Salah satu partikel magnetik yang berukuran nanometer

adalah oksida besi seperti magnetit Fe_3O_4 , semakin kecil ukuran butir maka nanopartikel Fe_3O_4 akan memiliki responsibilitas magnetik yang tinggi (mudah termagnetisasi oleh medan magnet eksternal). Dengan kata lain, efek superparamagnetik akan semakin dominan seiring dengan semakin kecilnya diameter butir nanopartikel Fe_3O_4 [2]. Ukuran partikel, sifat permukaan dan sifat kemagnetan adalah keunggulan dari nanopartikel magnetite sehingga sangat mudah termodifikasi dengan material lain. Salah satu sifat uniknya adalah keaktifan atom besi Fe pada permukaan nanopartikel magnetit Fe_3O_4 terhadap elemen material lain, dimana atom Fe pada permukaan nanopartikel magnetik dalam medium air berinteraksi dengan gugus hidroksil (-OH) yang

akan membentuk ikatan Fe-OH [3]. Sifat reaktif atom Fe pada permukaan nanopartikel Fe_3O_4 membuka peluang untuk dilakukannya proses modifikasi oleh *polyetilen glycol* (PEG). PEG adalah salah satu jenis polimer yang dapat dipakai untuk membentuk dan mengontrol ukuran partikel. PEG dapat juga berfungsi sebagai *templete*, yang membungkus partikel sehingga tidak terbentuk agregat lebih lanjut, disebabkan PEG menempel pada permukaan partikel dan menutupi ion positif yang bersangkutan untuk bergantung dan membesar, sehingga pada akhirnya akan diperoleh partikel dengan bentuk bulatan yang seragam. Berdasarkan keunggulan dari nanopartikel tersebut, maka perlu dilakukan analisa struktur kristal nanopartikel Fe_3O_4 dan nanopartikel Fe_3O_4 yang telah termodifikasi dengan *polyetilen glycol* (PEG-4000).

Bahan dan Metode

Sintesis nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan metode kopresipitasi berbahan dasar senyawa hidrat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 0.005 mol, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 0.001 mol dan NH_4OH 10%. Timbanglah sebanyak 8,109 g $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dan 4,1703 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ dengan menggunakan timbangan digital, kemudian larutkan dengan 30 ml aquades yang diaduk hingga homogen menggunakan *magnetic stirrer* ± 10 menit. Tambahkan larutan NH_4OH 10% (60 ml) yang dibuat dengan mengencerkan 24 ml NH_4OH dengan aquades hingga 60 ml, sedikit demi sedikit dituangkan, sementara pengadukan menggunakan *magnetic stirrer* dengan konsentrasi suhu pengadukkan 60°C , kecepatan pengadukkan 450 rpm, lama pengadukkan 90 menit. Endapan selanjutnya dicuci menggunakan aquades hingga beberapa kali pengulangan agar garam-garam hasil reaksi lainnya yang ikut terlarut semakin terminimalisir jumlahnya di dalam sampel sehingga dapat diperoleh sampel Fe_3O_4 yang lebih murni. Sampel Fe_3O_4 yang telah dicuci selanjutnya dikeringkan menggunakan *furnace* dengan mengatur suhu pengeringan 80°C selama 120 menit. Sampel yang kering kemudian dianalisis struktur Kristal menggunakan XRD.

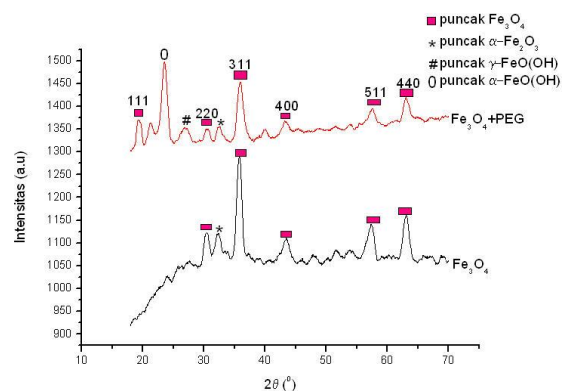
Nanopartikel yang telah kering dimodifikasi permukaannya menggunakan polimer PEG-4000 dengan perbandingan

konsentrasi 0,5 g nanopartikel Fe_3O_4 dicampurkan ke dalam 0,5 g polimer PEG-4000 yang telah dilarutkan dalam aquades. Campuran nanopartikel dan polimer PEG-4000 selanjutnya digetarkan kembali dalam medium ultrasonik sekitar 30 menit agar semua permukaan nanopartikel dapat terlapisi dengan baik. Kemudian dibiarkan sampai kering, digerus menghasilkan serbuk. Sampel modifikasi ini yang dalam keadaan kering dianalisis struktur kristalnya menggunakan XRD.

Hasil dan Pembahasan

Fabrikasi material nanopartikel *magnetite* (Fe_3O_4) menggunakan metode kopresipitasi yang terdiri dari 2 bagian yaitu pelarutan dan pengendapan, dimana parameter NH_4OH konsentrasi 10 %, suhu sintering 60°C , dan kecepatan pengadukan 450 rpm selama 90 menit, kemudian diendapkan dengan bantuan magnet permanen. Nanopartikel *magnetite* (Fe_3O_4) tersebut dimodifikasi dengan penambahan *polymer polyethylen glycol* 4000 (PEG-4000), dimana kedua material tersebut di analisa struktur kristalnya.

Struktur Kristal Fe_3O_4 dengan X-Ray Diffractometer (XRD)



Gambar 1. Pola XRD (a) sampel nanopartikel Fe_3O_4 fasa kering, (b) sampel nanopartikel Fe_3O_4 termodifikasi oleh polimer PEG-4000

Hasil karakterisasi diperoleh dengan difraktogram hasil sintesis sampel nanopartikel Fe_3O_4 dan sampel nanopartikel Fe_3O_4 yang termodifikasi dengan polimer PEG-4000, seperti yang ditunjukkan pada gambar 1. Pengujian struktur kristal dilakukan dengan menggunakan difraktometer sinar-X (XRD) dan

panjang gelombang sinar-X yang digunakan yaitu 1.5406 Å. Sifat kristalin dari sampel nanopartikel Fe_3O_4 ditunjukkan dengan munculnya puncak-puncak difraksi seperti pada gambar 1 (a) yaitu (220) (311) (400) (511) (440) dengan puncak utama pada indeks (311). Perbandingan puncak-puncak difraksi dapat kita lihat melalui tabel 1. yang menunjukkan indeks miller dan jarak antarbidang struktur kristal untuk bahan Fe_3O_4 .

Tabel 1. Indeks Miller dan jarak antarbidang pada struktur Kristal bahan Fe_3O_4

No	Indeks Miller (h k l)	Jarak antarbidang d (pm)
1	(1 1 1)	485,2
2	(2 2 0)	296,7
3	(3 1 1)	253,2
4	(2 2 2)	242,4
5	(4 0 0)	209,9
6	(4 2 2)	171,5
7	(5 1 1)	161,6
8	(4 4 0)	148,5

9	(5 3 1)	141,9
10	(6 2 0)	132,8

Puncak difraksi dengan indeks Miller tersebut merupakan indeks khas dari struktur kubik spinel Fe_3O_4 yang selalu muncul dalam difraktogram XRD bahan nanopartikel Fe_3O_4 [4]. Semakin tajam puncak difraksi menunjukkan sifat kristalin yang semakin baik. [5].

Ketika sampel nanopartikel Fe_3O_4 dimodifikasi dengan polimer PEG-4000, muncul puncak-puncak difraksi yang baru seperti puncak dengan indeks (111), puncak $\alpha\text{-Fe}_3\text{O}_4$, puncak $\gamma\text{-FeO(OH)}$ dan puncak $\alpha\text{-FeO(OH)}$. Munculnya puncak-puncak baru tersebut disebabkan oleh pengaruh polimer PEG-4000 yang secara langsung menunjukkan ikatan dengan gugus -OH (hidroksil).

Berdasarkan persamaan Scherrer. diperoleh ukuran butir nanopartikel seperti pada tabel 2.

Tabel 2. Ukuran butir nanopartikel Fe_3O_4 dan nanopartikel Fe_3O_4 yang di modifikasi dengan PEG-4000

Sampel	B (°)	B (rad)	2θ	θ	Cos θ	B cos θ	λ (nm)	k (faktor)	t (nm)
Fe_3O_4	0,5787	0,0101	35,7826	17,8913	0,9516	0,0096	0,15406	0,9	14,4
Fe_3O_4 + PEG	0,7530	0,0131	35,9017	17,9508	0,9513	0,0125	0,15406	0,9	11,1

Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa sintesis material yang berbahan dasar senyawa hidrat $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, dan NH_4OH menggunakan metode kopresipitasi dapat menghasilkan material nanopartikel Fe_3O_4 . Hasil karakterisasi nanopartikel Fe_3O_4 menggunakan *X-Ray Diffractometer* menunjukkan puncak-puncak difraksi yaitu (220) (311) (400) (511) (440) dengan puncak utama pada indeks (311). Semakin tajam puncak difraksi menunjukkan sifat kristalin yang semakin baik. Sampel nanopartikel Fe_3O_4 dimodifikasi dengan polimer PEG-4000, muncul puncak-puncak difraksi yang baru seperti puncak dengan indeks (111), puncak $\alpha\text{-Fe}_3\text{O}_4$, puncak $\gamma\text{-FeO(OH)}$ dan puncak $\alpha\text{-FeO(OH)}$.

Munculnya puncak-puncak baru tersebut disebabkan oleh pengaruh polimer PEG-4000 yang secara langsung menunjukkan ikatan dengan gugus -OH (hidroksil).

Daftar Pustaka

- Guimaraes, A. P., Principles of Nanomagnetism, Heidelberg, Springer, 2009.
- Riyanto, A., Sintesis Nanopartikel Fe_3O_4 dan Potensinya sebagai Material Aktif pada Permukaan Sensing Biosensor Berbasis SPR, Tesis, Program Pascasarjana, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta, 2012.
- Day, R, A, Jr.; Underwood, A, L., Analisis Kimia Kuantitatif (diterjemahkan oleh Iis Sopyan), Edisi 6, Jakarta, Erlangga, , 2001.

4. Lopez, J.A.; Gonzalez, F.; Bonilla, F. A.; Zambrano, G.; Gomez, M. E., Synthesis and Characterization of Fe_3O_4 Magnetic Nanofluid, *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, **2010** 30 (1): 60-66.
5. Cullity B.D., Elements of X-Ray Diffraction, United States of America, *John Wiley & Sons, Inc*, 1956.

Sintesis dan Karakterisasi Kitosan dari Limbah Cangkang Udang Sebagai Stabilizer Terhadap Ag Nanopartikel

Astuti Amin*, Nur Khairi, Eko Kulla Allo

Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Makassar, Makassar, 90241, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 06 Oktober 2019
Disetujui 27 Oktober 2019

Key word:

Shrimp shell,
chitosan,
silver nanoparticles

Kata kunci:

Kulit udang,
kitosan,
nanopartikel perak

ABSTRACT

The research of manufacturing chitosan from shrimp shell waste, and their use as a stabilizer in the manufacture of silver nanoparticles has been done. The aim of the research was to synthesize silver nanoparticles using chitosan as a stabilizer by chemical reduction method and determine the effect of chitosan concentration on the stability of Ag nanoparticles. In this study, the raw material used is shrimp shell powder and then processed in several stages, eliminating proteins, demineralization, and deacetylation. Chitosan obtained is 16.4 % of shrimp shell powder, with a degree of deacetylation of 85 %. Chitosan is used to synthesize silver nanoparticles as a reducing agent of silver ions in silver nitrate solution and is expected to be stabilizer. Sample containing 45 mg of chitosan and 1000 ppm AgNO₃ has 421,60 nm of maximum wavelength, and the average particle size is 154.07 nm.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian pembuatan kitosan dari cangkang udang, dan pemanfaatannya sebagai penstabil dalam pembuatan nanopartikel perak. Tujuan dari penelitian adalah untuk mensintesis nanopartikel perak menggunakan kitosan sebagai stabilizer dengan metode reduksi kimia dan menentukan pengaruh konsentrasi kitosan terhadap kestabilan Ag nanopartikel. Pada penelitian ini, bahan baku yang digunakan adalah serbuk cangkang udang kemudian diproses dengan beberapa tahap yaitu deproteinasi, demineralisasi, dan deasetilasi. Rendamen kitosan yang diperoleh adalah 16,4% dengan derajat deasetilasi 85%. Kitosan digunakan untuk mensintesis nanopartikel perak sebagai reduktor terhadap ion perak dalam larutan perak nitrat dan diharapkan untuk menjadi penstabil. Sampel yang mengandung 45 mg kitosan dan 1000 ppm AgNO₃ memiliki panjang gelombang maksimum 421,60 nm, dan ukuran partikel rata-rata yaitu 154,07 nm.

*e-mail:amin.astuti@gmail.com

*Telp:085255350652

Pendahuluan

Sampai saat ini, udang windu masih menjadi komoditas perikanan yang memiliki peluang usaha cukup baik karena sangat digemari konsumen domestik dan konsumen dalam negeri. Ketertarikan konsumen terhadap udang windu tidak sebatas pada rasa dagingnya yang lezat. Limbah dari bagian tubuh udang windu juga menjadi daya tarik tersendiri. Bagian kepala dan cangkangnya (*carapace*) bisa memberi nilai tambah yang

cukup berarti. Limbah kulit udang ini bisa dimanfaatkan sebagai bahan baku berbagai industri, seperti industri farmasi, kosmetika, pangan, dan tekstil. Salah satu kandungan kulit udang yang bisa dimanfaatkan sebagai bahan baku industri adalah *chitin* dan *chitosan* (senyawa turunan dari *chitin*) [1].

Kitosan merupakan biopolimer alam, berbentuk polisakarida linier yang tersusun atas β -(1-4)-linked D-glucosamine dan N-acetyl-D-glucosamine dengan distribusi acak. Kitosan

diproduksi melalui proses deasetilasi senyawa kitin, yakni komponen utama pada cangkang binatang *crustaceae* seperti rajungan dan udang. Dewasa ini kitosan telah banyak diaplikasikan secara komersial pada industri kimia, pangan dan farmasi. Sebagai *carrier* obat, kitosan telah dikembangkan dalam berbagai bentuk sediaan farmasi, seperti tablet, *bead*, *microsphere* dan nanopartikel.

Nanoscience adalah ilmu yang mempelajari fenomena khususnya pada benda yang berukuran 1 sampai beberapa ribu nanometer (10^{-9} m). Kata nano berasal dari bahasa Yunani yang berarti kerdil. Skala nano adalah ukuran yang satu miliar kali lebih kecil dari meter (10^{-9} m). Nanoteknologi adalah istilah umum yang merujuk kepada teknik dan metode untuk mempelajari, mendesain, dan fabrikasi alat, pada tingkatan atom dan molekul [2, 3].

Nanopartikel adalah kelompok khusus bahan dengan fitur unik dan aplikasi yang luas dalam berbagai bidang. Nanopartikel logam, seperti yang mengandung emas dan perak telah dikenali pentingnya dalam bidang kimia, fisika, dan biologi karena sifat optik, elektrik, dan fototermalnya yang unik. Kemudahan sintesis nanopartikel emas dan perak dan afinitasnya untuk mengikat banyak molekul biologis membuat nanopartikel ini menarik untuk dipelajari. Berbagai metode fisik dan kimia telah dilaporkan selama dua dekade terakhir untuk sintesis nanopartikel perak, yaitu melalui pendekatan kimia, yang paling banyak digunakan seperti reduksi kimia, teknik elektrokimia, dan reduksi fotokimia. Metode yang paling populer adalah reduksi kimia terhadap garam perak dengan adanya *stabilizer*. Yang paling sering digunakan sebagai agen penstabil adalah polimer dan surfaktan [4].

Kemunculan *nanoscience* dan nanoteknologi memberikan kesempatan untuk lebih menjelajahi efek bakterisida dari nanopartikel logam. Efek bakterisida dari nanopartikel logam dikaitkan dengan ukurannya yang kecil dan luas permukaannya yang besar, yang membuatnya lebih dapat berinteraksi secara dekat dengan membran mikroorganisme, dan bukan semata pada kemampuannya untuk melepaskan ion logam dalam larutan [5]. Telah dilaporkan bahwa

nanopartikel perak bersifat non toksik kepada manusia dan sangat efektif melawan bakteri, virus, dan mikroorganisme eukariotik lainnya pada konsentrasi rendah tanpa adanya efek samping. Pada konsentrasi yang kecil, perak aman untuk sel-sel manusia namun bersifat mematikan untuk bakteri [6].

Dewasa ini, nanopartikel logam dengan ukuran nano dan seragam telah diselidiki secara intensif karena aplikasinya dalam bidang optik, elektronik, peralatan magnetik, sebagai katalis, dan adsorben. Kelompok amina pada kitosan merupakan basa Lewis untuk ion-ion logam dan berfungsi menyebarkan ion-ion tersebut dalam matriks kitosan [7]. Diharapkan dengan penambahan kitosan, dapat terjadi reduksi terhadap ion perak menjadi nanopartikel perak. Kitosan juga diharapkan dapat membantu produk untuk mencapai keseragaman ukuran dalam skala nanometer. Oleh karena itu diperlukan karakterisasi terhadap nanopartikel perak (Ag nanopartikel) yang telah dibuat, salah satunya dari segi ukuran

Bahan dan Metode

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah NaOH, HCl, aquadest, AgNO_3 padatan, kitosan (sumber cangkang udang).

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas, oven, pengaduk magnetik (HEALTH, Cina), timbangan analitik (Mettler Toledo), spektrofotometer UV-VIS (Shimadzu, Jepang), instrumen Fourier Transform Infrared Spectroscopy (Shimadzu, Jepang), Scanning Electron Microscope (SEM), alat *freeze dryer*, dan Particle Size Analyzer (PSA)

Deproteinasi

Proses ini dilakukan pada suhu 60-70°C dengan menggunakan larutan NaOH 1 M dengan perbandingan serbuk udang dengan NaOH = 1:10 (gr serbuk/ml NaOH) sambil diaduk selama 60 menit. Kemudian campuran dipisahkan dengan disaring untuk diambil endapannya.

Demineralisasi

Penghilangan mineral dilakukan pada suhu 25-30°C dengan menggunakan larutan

HCl 1 M dengan perbandingan sampel dengan larutan HCl = 1:10 (gr serbuk/ml HCl) sambil diaduk selama 120 menit. Kemudian disaring untuk diambil endapannya.

Deasetilasi Kitin menjadi Kitosan

Kitin yang telah dihasilkan pada proses diatas dimasukkan dalam larutan NaOH dengan konsentrasi 50% (berat) pada suhu 90-100°C sambil diaduk dengan kecepatan konstan selama 60 menit. Hasilnya disaring, endapan dicuci dengan aquadest lalu ditambah larutan HCl encer agar pH netral kemudian dikeringkan. Maka terbentuklah kitosan. Selanjutnya kitosan yang diperoleh dianalisis dengan menggunakan metode FTIR untuk mengetahui Derajat Deasetilasi (DD) [8].

Sintesis Ag nanopartikel kitosan

Kitosan dilarutkan dengan 100 ml asam asetat 1%. Kemudian ditambahkan larutan perak nitrat, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 1 jam pada suhu 80° C. Tahapan selanjutnya adalah pengukuran panjang gelombang maksimum dengan spektrofotometer (UV-Vis). Proses pengeringan dilakukan dengan alat *freeze dryer* untuk memperoleh nanopartikel perak kitosan yang stabil.

Karakterisasi Ag nanopartikel

Analisis Spektrofotometer UV-Vis

Sebanyak 5 ml sampel dimasukkan dalam kuvet lalu diukur panjang gelombangnya menggunakan alat Spektrofotometer UV-Vis dengan menggunakan blangko etanol. Pengukuran juga dilakukan terhadap larutan AgNO₃ 1000 ppm sebagai pembanding.

Analisis Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR)

Sampel yang telah di *freeze drying* dihaluskan terlebih dahulu lalu diambil 2 mg dicampur dengan 100 mg KBr untuk dibuat pelet dengan pencetak vakum. Pelet yang terbentuk dikenai sinar infra merah dengan jangkauan bilangan gelombang 4.000-400 cm⁻¹. Latar belakang absorpsi dihilangkan dengan cara pelet KBr dijadikan satu pada setiap pengukuran. Pengukuran juga dilakukan

terhadap serbuk kulit udang yang telah dideproteinasikan, kitin, dan kitosan.

Analisis PSA (Particle Size Analyzer)

Sebelum pengukuran sampel, aquadest dimasukkan ke dalam *fluid tank* sebagai baseline. Sampel dimasukkan ke dalam *fluid tank* tetes demi tetes hingga konsentrasi mencukupi. Distribusi ukuran dalam sampel akan terukur melalui grafik yang dihasilkan.

Analisis SEM (Scanning Electron Microscope)

Sampel hasil *freeze drying* diamati morfologinya menggunakan SEM dengan cara sampel diletakkan pada plat aluminium yang memiliki dua sisi, kemudian dilapisi dengan lapisan emas setebal 100 nm dengan waktu coating ± 30 detik. Sampel yang telah dilapisi lalu diamati dengan menggunakan alat SEM (*Scanning Electron Microscope*).

Hasil dan Pembahasan

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis nano partikel perak dengan kitosan sebagai agen pereduksi dan penstabil.

Sintesis Kitosan dari cangkang Udang

Sintesis kitosan dilakukan dengan cara menghilangkan gugus asetil (deasetilasi) dari kitin menggunakan larutan basa NaOH dengan konsentrasi 50% (b/v). Pada deasetilasi terjadi pemutusan ikatan antara karbon pada gugus asil, dengan nitrogen pada kitin, menjadi gugus amina. Deasetilasi terjadi berdasarkan reaksi hidrolisis kitin dengan basa kuat. Pada penelitian ini diperoleh kitosan dengan derajat deasetilasi 85%.

Sintesis nanopartikel perak

Sintesis nanopartikel perak dilakukan dengan cara mereduksi ion perak menjadi nanopartikel perak dengan bioreduktor kitosan sebagai agen pereduksi. Terlebih dahulu dibuat larutan induk AgNO₃. Kitosan dibuat seri konsentrasi. Kedalam masing-masing erlenmeyer ditambahkan larutan AgNO₃, lalu diaduk dengan *magnetic stirrer* selama 1 jam. Adanya perubahan warna dari bening menjadi coklat-kekuningan dan/atau gelap menunjukkan adanya pembentukan nanopartikel perak.

Tabel 1. Uji Karakteristik Kitosan

Parameter	Standar (SI)	Hasil
Rendamen		
-Kitin	-	
-Kitosan	-	
Morfologi partikel	Butiran atau serpihan	Butiran
DD (Derajat deasetilasi)	>70%	85%

Sumber: Data Primer, 2014

Berdasarkan penelitian sebelumnya mengenai Nanopartikel Emas dan Perak dari *Trianthema decandra*: Sintesis, Karakterisasi, dan Sifat Antimikroba, perubahan warna menjadi abu-abu gelap dijadikan indikator untuk menunjukkan terbentuknya nanopartikel perak. Perubahan warna juga dijadikan indikator. Dalam penelitian tersebut, campuran berubah warna menjadi coklat kemerahan setelah disimpan selama 72 jam. Perubahan warna terjadi karena eksitasi dari *surface Plasmon resonance* dalam nanopartikel perak [1, 4, 6].



Gambar 1. Larutan Nano partikel Ag

Karakterisasi nanopartikel perak

Reduksi ion perak menjadi nanopartikel perak diamati dengan mengukur spektrum *ultraviolet-visible* larutan tersebut menggunakan spektrofotometer UV-Vis (Shimadzu) yang dioperasikan pada range 200-500 nm. Dilakukan juga pengukuran terhadap larutan AgNO₃ sebagai pembanding. Dari hasil pengukuran panjang gelombang maksimum menggunakan spektrofotometer UV-Vis didapatkan panjang gelombang maksimum 421,60 nm.

Berdasarkan beberapa hasil penelitian sebelumnya mengenai sintesis nanopartikel perak, panjang gelombang ≥ 400 nm dapat

mengindikasikan keberadaan nanopartikel perak dalam larutan. Ukuran partikel dianalisis menggunakan Particle Size Analyzer (PSA). Pengukuran dilakukan terhadap larutan sampel, dimana kitosan digunakan untuk mereduksi larutan perak nitrat. Sampel ini dipilih karena panjang gelombang maksimumnya yaitu 421,60 nm dan absorbansinya sebesar 0,362 (paling besar) Tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisis Particle Size Analyzer (PSA)

No	Metode	Dv10 (nm)	Dv50 (nm)	Dv90 (nm);	Ukuran rata-rata (nm)
1	Cumulants	81,30	147,95	291,91	154,07

Sampel yang disintesis berdasarkan analisis spektrofotometri UV-Vis memiliki panjang gelombang maksimum 421,60 nm. Setelah dianalisis dengan *Particle Size Analyzer* memiliki rata-rata ukuran partikel yaitu 154,07 nm, dimana rentang ukuran partikel yaitu 40,75 nm sampai dengan 589,00 nm.

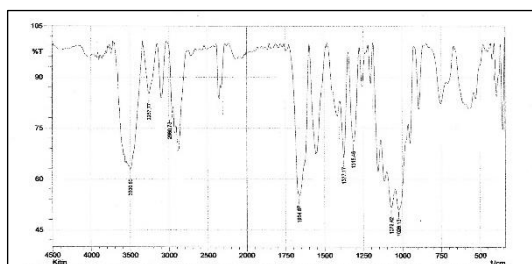
Dalam penelitian ini, dilakukan analisis FTIR terhadap empat jenis sampel, yaitu serbuk kulit udang yang telah dihilangkan kandungan proteinnya (Gambar 2), kitin (Gambar 3), kitosan (Gambar 4), dan nanopartikel perak (Gambar 6). Pada analisis FTIR pada kulit udang yang telah dihilangkan kandungan proteinnya dengan menambahkan NaOH 1 M menunjukkan beberapa puncak absorbansi, terdapat puncak yang terletak pada bilangan gelombang 3446,79 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya gugus -OH. Puncak absorbansi pada bilangan gelombang 3275,13 cm⁻¹, 3109,25 cm⁻¹, 2958,60 cm⁻¹, 2927,94 cm⁻¹, dan 2885 cm⁻¹ menunjukkan adanya gugus -CH. Puncak pada bilangan gelombang 1795,73 cm⁻¹, menunjukkan gugus fungsi C=O. Terdapat puncak absorbansi pada bilangan gelombang 1654,92 cm⁻¹ yang menunjukkan gugus -NH atau -NHCOCH₃ (karbonil amida). Gugus -CN ditunjukkan dengan adanya puncak absorbansi 1315,45 cm⁻¹, 1261,45 cm⁻¹, 1203,58 cm⁻¹, 1068 cm⁻¹, dan 1029 cm⁻¹.

Adapun analisis FTIR terhadap kitin (Gambar 3) menunjukkan beberapa puncak absorbansi, pada bilangan gelombang 3500,80

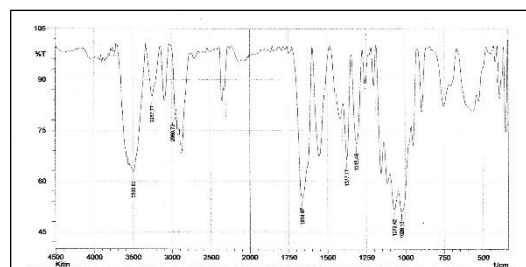
cm^{-1} menunjukkan gugus $-\text{OH}$. Terdapat beberapa puncak absorbansi karbonil amida $-\text{NHCOCH}_3$ yang merupakan salah satu gugus fungsi yang dominan pada kitin, yaitu pada bilangan gelombang $3257,77 \text{ cm}^{-1}$, $1664,57 \text{ cm}^{-1}$, dan pada $1315,45 \text{ cm}^{-1}$. Puncak absorbansi pada $2960,73 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya gugus $-\text{CH}_3$.

Analisis Kitosan dengan instrumen FTIR (Gambar 4) diperoleh beberapa puncak absorbansi, pada bilangan gelombang $3446,79 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan adanya gugus $-\text{OH}$ dengan intensitas kuat. Puncak absorbansi pada bilangan gelombang $1651,07 \text{ cm}^{-1}$ dan $1597,06 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan adanya gugus $-\text{NH}_2$. Adapun beberapa gugus fungsi lain yaitu pada puncak absorbansi $2879,72 \text{ cm}^{-1}$ yaitu C-H, gugus CH_2 pada bilangan gelombang $1340,53 \text{ cm}^{-1}$, C-O pada bilangan gelombang $1153,43 \text{ cm}^{-1}$ dan $1080,14 \text{ cm}^{-1}$. Puncak absorbansi pada bilangan gelombang $1033,85 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus fungsi C-N. Pada kitosan, gugus karbonil amida (NHCOCH_3) pada bilangan gelombang $1651,07 \text{ cm}^{-1}$, intensitasnya menurun dibandingkan dengan kitin karena telah terhidrolisis oleh bantuan basa kuat NaOH 50% (b/v) menjadi gugus amina.

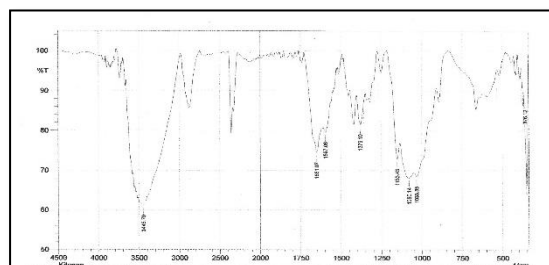
Hasil analisis FTIR setelah sintesis Perak yaitu puncak absorbansi pada bilangan gelombang $3442,94 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus $-\text{OH}$ dimana intensitasnya menjadi lebih rendah dibandingkan dengan kitosan. Puncak absorbansi pada bilangan gelombang $1560,41 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus $\text{C}=\text{C}$ aromatik. Gugus amina C-N ditunjukkan oleh puncak absorbansi pada bilangan gelombang $1068,56 \text{ cm}^{-1}$ dan $1022,27 \text{ cm}^{-1}$. Tidak ditemukan gugus $-\text{NH}_2$ pada nanopartikel perak. Untuk Karakterisasi morfologi, dilakukan analisis dengan menggunakan SEM.



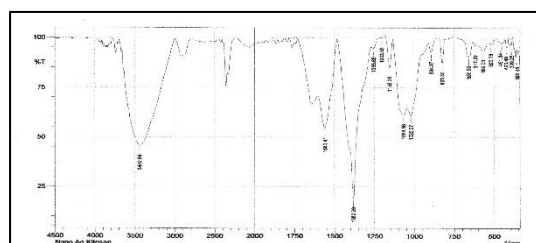
Gambar 2. Spektrum FTIR serbuk kulit udang yang telah dideproteinasi



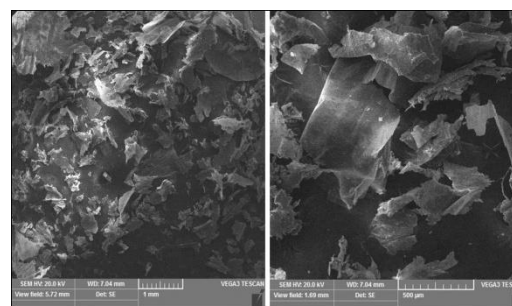
Gambar 3. Spektrum FTIR Kitin



Gambar 4. Spektrum FTIR Kitosan



Gambar 5. Spektrum FTIR Ag Nanopartikel



Gambar 6. Morfologi sampel, tampak lapisan tipis yang berasal dari kitosan

Morfologi sampel setelah diamati menggunakan instrumen SEM pada gambar 6 menunjukkan bahwa secara umum bentuk sampel adalah serpihan atau lembaran. Pada perbesaran selanjutnya, ditemukan adanya partikel-partikel berwarna terang, yang secara umum berbentuk seperti bulatan. Partikel-partikel yang memiliki ukuran yang bervariasi tersebut menunjukkan adanya unsur perak yang merupakan hasil reduksi dari ion perak

dalam larutan AgNO_3 . Ukuran yang tidak seragam kemungkinan besar terjadi akibat adanya agregasi partikel-partikel perak. Untuk mengatasi agregasi, dapat dilakukan penambahan material atau molekul pelapis partikel.

Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan di atas, dapat disimpulkan bahwa Kitosan dapat disintesis dari Cangakang Udang ditandai dengan adanya gugus pada bilangan gelombang $3446,79 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan adanya gugus $-\text{OH}$ dengan intensitas kuat. Puncak absorbansi pada bilangan gelombang $1651,07 \text{ cm}^{-1}$ dan $1597,06 \text{ cm}^{-1}$, menunjukkan adanya gugus $-\text{NH}_2$. Adapun beberapa gugus fungsi lain yaitu pada puncak absorbansi $2879,72 \text{ cm}^{-1}$ yaitu C-H, gugus CH_2 pada bilangan gelombang $1340,53 \text{ cm}^{-1}$, C-O pada bilangan gelombang $1153,43 \text{ cm}^{-1}$ dan $1080,14 \text{ cm}^{-1}$. Puncak absorbansi pada bilangan gelombang $1033,85 \text{ cm}^{-1}$ menunjukkan gugus fungsi C-N. Pada kitosan, gugus karbonil amida (NHCOCH_3). Pengukuran dengan *Particle Size Analyzer* (PSA), ukuran rata-rata partikel Perak yaitu $154,07 \text{ nm}$.

Daftar Pustaka

1. Marzuki, Q., Pemanfaatan Limbah Kulit Udang Windu (*Penaeus monodon*) Sebagai Edible Coating dan Pengaruhnya Terhadap Kadar Ion Logam Pb (II) pada Buah Stroberi (*Fragaria x ananassa*). *Chem Info Journal* **2013**, 1, (1), 232-239.
2. Vo-Dinh, T., *Nanotechnology in biology and medicine: methods, devices, and applications*. CRC Press: 2007.
3. Tibbals, H. F., *Medical nanotechnology and nanomedicine*. CRC Press: 2010.
4. Geethalakshmi, R.; Sarada, D., Gold and silver nanoparticles from *Trianthema decandra*: synthesis, characterization, and antimicrobial properties. *International journal of nanomedicine* **2012**, 7, 5375.
5. Baskaralingam, V.; Sargunar, C. G.; Lin, Y. C.; Chen, J. C., Green synthesis of silver nanoparticles through *Calotropis gigantea* leaf extracts and evaluation of antibacterial activity against *Vibrio alginolyticus*. *Nanotechnology development* **2012**, 2, (1), e3-e3.
6. Thilagam, M.; Tamilselvi, A.; Chandrasekaran, B.; Rose, C.,

Phytosynthesis of silver nanoparticles using medicinal and dye yielding plant of *Bixa orellana* L. leaf extract. *J Pharma Sci Innov* **2013**, 2, 9-13.

7. Adlim, A.; Bakar, M. A., Preparation of chitosan-gold nanoparticles: part 1 (of 2). Effect of reducing technique. *Indonesian Journal of Chemistry* **2008**, 8, (2), 184-188.
8. Hargono, H.; Abdullah, A.; Sumantri, I., Pembuatan kitosan dari limbah cangkang udang serta aplikasinya dalam mereduksi kolesterol lemak kambing. *Reaktor* **2008**, 12, (1), 53-57.

Pengaruh Proses Pengeringan Tradisional terhadap Komposisi Proksimat Nike Ikan Payangkah (*Ophieleotris aporos*) dari Danau Tondano

Sofie Satriani Krisen*, Ardi Kapahang

^a Kimia, Universitas Negeri Manado, Tondano, 95619, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 06 Oktober 2019
Disetujui 27 Oktober 2019

Key word:

Payangkah fish nike,
proximate composition,
drying

Kata kunci:

Nike Ikan Payangkah,
proksimat,
pengeringan,

ABSTRACT

The research on effect of traditional drying process against proximate composition of the payangkah fish nike has been done. A number of payangkah fish nike samples has been taken from the Tondano lake, divided into two parts, i.e, fresh samples and other parts were traditionally dried at temperature range of 37°C for 24 hours. The proximate composition of wet and dried samples respectively specified was water content of 83.157%, protein 13.128%, lipid 1.48%, ash 2.033%, crude fiber 0.65% and carbohydrate 0.2%. While for dry samples the water content of 9.59%, protein 67.434%, ash 5.065% and crude fiber 0.64%. The results show that traditional drying process has positive influence against some parameters on proximate composition of the payangkah fish nike.

ABSTRAK

Penelitian tentang pengaruh proses pengeringan tradisional terhadap komposisi proksimat nikel ikan payangkah telah dilakukan. Sejumlah sampel nikel ikan payangkah diambil dari danau tondano, dibagi dua bagian yaitu bagian sampel segar dan bagian lainnya dikeringkan secara tradisional pada kisaran suhu 37°C selama 24 jam. Komposisi proksimat sampel basah dan kering yang ditentukan masing-masing adalah kadar air 83.157%, protein 13.128%, lipid 1.48%, abu 2.033%, serat kasar 0.65% dan karbohidrat 0.2%. Sedangkan untuk sampel kering kadar air 9.591%, protein 67.434%, abu 5.065% dan serat kasar 0.64%. Hasil penelitian menunjukkan bahwa proses pengeringan tradisional memiliki pengaruh positif terhadap beberapa parameter pada komposisi proksimat nikel ikan payangkah.

*e-mail:sofieberd@gmail.com

*Telp:08122732016

Pendahuluan

Ikan merupakan sumber protein yang sangat penting pada diet manusia. Komposisi kimia daging ikan dapat bervariasi pada spesies ikan yang sama tergantung pada musim, umur, jenis kelamin dan habitat. Daging ikan umumnya mengandung empat bahan dasar dalam berbagai proporsi nutrisi utama seperti air (70 - 80%), protein (18 - 20%), lemak (5%) dan mineral (5%) serta nutrisi minor seperti vitamin, karbohidrat [1].

Danau Tondano merupakan habitat

penting bagi berbagai jenis hewan dan tumbuhan diantaranya jenis ikan khas Sulawesi seperti ikan Payangka dan nikel [2]. Nike ikan Payangkah merupakan ukuran kecil dari ikan payangkah dewasa yang pola makannya berbeda sehingga komposisi gizi juga berbeda. Nike ikan payangkah berukuran 10-35 mm dan ikan payangkah ukurannya >35 mm bahwa selain kemampuan memanfaatkan makanan, ikan payangkah memiliki kemampuan reproduksi yang tinggi, kemampuan ini antara lain mampu memijah sepanjang tahun yang

puncaknya pada bulan Juni, September dan Desember, dengan produksi telur rata-rata sekitar 30.000 – 60.000 butir tiap individu [3]. Jenis ini mudah berkembang biak dan tidak banyak dimanfaatkan oleh penduduk sehingga sangatlah mendukung kelimpahannya selain akibat kemampuan adaptasi dan berkembang biak yang tinggi.

Metode pengeringan ikan sangat bervariasi tergantung pada jenis ikan yang digunakan dan produk yang diinginkan. Ikan mungkin akan terdehidrasi pada berbagai tingkat kelembaban dengan produk akhir mulai dari sekitar 10% hingga 60%. Suhu pengolahan dapat berkisar dari 5°C hingga 120°C dan pengolahan mulai dari setengah jam sampai beberapa bulan. Pengaruh metode pengolahan yang berbeda terhadap komposisi gisi spesies ikan yang berbeda telah banyak diteliti dan penelitian terhadap pengeringan ikan menggunakan sinar matahari [4, 5]. Pengaruh metode memasak terhadap komposisi proksimat dan kandungan mineral dari rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) telah dipelajari [6]. Pengolahan dan metode pengeringan yang berbeda memiliki pengaruh yang berbeda pula terhadap komposisi kimia ikan. Oleh karena itu kualitas ikan kering menggunakan metode yang berbeda tidak akan sama.

Bahan dan Metode

Dua puluh lima liter nikel ikan Payangkah segar diperoleh dari petani ikan pinggiran danau tondano. Preparasi yang dilakukan meliputi penerimaan, pencucian, pemilihan selain ikan yang merupakan bahan ikutan (kotoran). Sebagian dari jumlah nikel ikan payangkah digunakan untuk menentukan komposisi proksimat sampel segar dan sebagiannya lagi di keringkan pada suhu sekitar 37°C selama 24 jam selanjutnya ditentukan komposisi proksimatnya.

Komposisi proksimat dianalisis seperti yang dengan metode AOAC dimana semua bahan kimia yang digunakan adalah berkualitas analitis dan dikeluarkan oleh Sigma Co (St. Louis, USA) [7].

Hasil dan Pembahasan

Komposisi proksimat nikel ikan payangkah segar dan kering disajikan pada Tabel 1. Setiap nilai dari parameter yang ditampilkan adalah merupakan nilai rata-rata dari perhitungan tiga kali ulangan. Sampel segar yang disajikan mempunyai kandungan rendah protein dan abu dibanding sampel kering. Sedangkan serat kasar baik sampel segar maupun kering jumlahnya hampir sama.

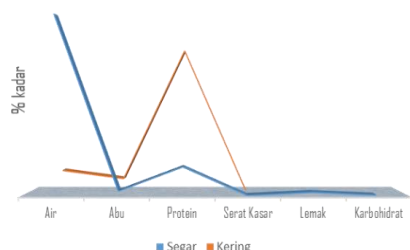
Tabel 1. Komposisi Proksimat segar dan kering nikel ikan payangkah

Komposisi proksimat	Segar	Kering
Air (%)	83.157	9.591
Abu (%)	2.033	5.065
Protein (%)	13.128	67.434
Serat Kasar (%)	0.065	0.064
Lemak (%)	1.480	-
Karbohidrat (%)	0.202	-

Kandungan air pada sampel segar diperoleh sebesar 83.157% dan sampel kering 9.591% ini berarti terjadi penurunan kadar air sekitar 85% setelah dikeringkan. Umumnya kandungan kadar air ikan air tawar bervariasi antara 65% sampai 80% dari berat basah sampel dan sampel kering dapat menjadi 20% sampai 35% [8]. Pengeringan bahan terjadi karena adanya penguapan air ke udara yang diakibatkan oleh perbedaan kandungan uap air antara udara dengan bahan yang akan dikeringkan. Dalam hal ini, kandungan uap air udara lebih sedikit atau udara mempunyai kelembaban nisbi yang rendah sehingga terjadi penguapan. Pada proses pengeringan, kandungan air dapat diturunkan sampai 30% sehingga aktifitas bakteri akan terhambat [9]. Dengan demikian kadar air yang diperoleh pada sampel kering ini kandungannya berada dibawah kadar air yang diisyaratkan SNI untuk ikan teri asin kering yaitu maksimal 20% [10]. Gambar 1 merupakan gambaran proksimat dari nikel ikan payangkah.

Berdasarkan hasil uji kandungan lemak, sampel nikel ikan payangkah termasuk pada ikan jenis kandungan berlemak rendah 1.48 % yaitu berada dibawah nilai yang di kategorikan, dimana kandungan lemak ikan terbagi atas 3 golongan yaitu ikan yang mempunyai kandungan lemak rendah (< 2%), ikan yang mempunyai kandungan lemak sedang (2 – 5 %)

dan ikan yang mengandung lemak tinggi (4 – 5%) [11]. Namun, kadar lemak ikan bervariasi antara kurang dari 5% dan lebih dari 50% pada sampel kering, dengan bertambahnya ukuran ikan kadar lemak dalam daging umumnya juga meningkat [12]. Nike ikan payangkah termasuk jenis ikan berukuran kecil sehingga hasil yang diperoleh dapat dinyatakan bahwa kandungan lemak ikan air tawar bervariasi tergantung pada spesies, ukuran dan makanannya [13].



Gambar 1. Grafik proksimat nike ikan Payangkah.

Kadar total protein dari sampel kering adalah 67.43% sedangkan sampel segar hanya sebesar 13.12%. Hal ini berarti terjadi peningkatan sebesar 55% di atas kadar total protein sampel segar. Hasil yang diperoleh pada sampel segar ini tidak berbeda jauh dengan kandungan protein yang diperoleh pada ikan Goby yaitu 14.5% [14]. Faktor penyebab perbedaan hasil kandungan protein sampel dalam bentuk segar dan kering adalah karena adanya kelebihan kandungan air pada sampel segar. Sebagian besar tubuh ikan mengandung banyak air. Sampel dalam bentuk segar masih mengandung air sedangkan sampel kering kadar airnya berkurang akibat proses pengeringan [15].

Kadar abu sampel segar diperoleh 2.033% dan setelah dikeringkan meningkat menjadi 5.065%. Jika dibandingkan dengan hasil penelitian terhadap beberapa spesies ikan air tawar seperti pada ikan Gabus dan ikan Goby, maka kadar abu dari hasil penelitian ini berada sedikit di atasnya [14].

Ucapan Terima kasih

Peneliti menyampaikan terima kasih kepada Lembaga Penelitian Universitas Negeri Manado yang telah mendanai penelitian ini melalui Dana DIPA Unima Ta. 2015.

Kesimpulan

Secara umum, ada pengaruh yang signifikan dari proses pengeringan terhadap komposisi proksimat nike ikan payangkah. Pengaruh positif terhadap kadar air, protein dan abu.

Daftar Pustaka

1. Khurseed, J.; Mosharaff, Seasonal changes on biochemical composition of fresh water murrel *Ophiocephalus punctatus* (Bloch). *Hydrobiologia* **1998**, 32: 206-213.
2. Suryadiputra I.N.N.; Ferry, H.; Ilman, M., Danau Tondano salah satu dari lima belas danau prioritas di Indonesia yang harus Segera dipulihkan fungsinya., *Warta Konservasi Lahan Basah.*, **2010**, 18 (2)
3. Soeroto, B., Makanan dan Reproduksi ikan payangka (*Ophiocara aporos*) di Danau Tondano., *FPS, IPB*. 1988.
4. Afolabi O.A.; Arawomo, A.O.; Oke, O. L., Quantity Changes of Nigeria Traditional Processed Freshwater Species I: Nutritive and Organoleptic Changes. *J. Food Technol.* **1984**, 19: 333-340.
5. Bala, B.K.; Mondol, M.R.A., Experimental Investigation on Solar Drying of Fish Using Solar Tunnel Dryer. *Drying Technol.* **2001**, 19: 427-436
6. Gokoglu, N.; Yerlikaya, P.; Cengiz. E., Effects of Cooking Methods on the Proximate Composition and Mineral Contents of Rainbow Trout (*Oncorhynchus mykiss*). *Food Chem.* **2004**, 84: 19-22
7. AOAC., *Official Methods of Analysis of The Association of Analytical Chemists*, Washington, D.C. 2005.
8. Steffens, W.; Wirth, M., Süßwasserfisch gegen Bluthochdruck. *Fischer und Teichwirt*, **1999**, 50: 85-87.
9. Moeljanto, Pengawetan dan Pengolahan Hasil Perikanan, Jakarta: *Penebar swadaya*, 1992.
10. BSN., Standarisasi Nasional Indonesia, Ikan teri asin kering, Jakarta: *Badan Standarisasi Indonesia*, 2009.
11. Winarno, F.G., Pangan Gizi, Teknologi dan Konsumen, Jakarta: *Gramedia*, 1993.
12. Steffens, W., Freshwater fish – wholesome foodstuffs. *Bulg. J. Agric.Sci.* **2006**, 12: 320-328

13. Steffens, W., Effects of variation in essential fatty acids in fish feeds on nutritive value of freshwater fish for humans. *Aquaculture* **1997**,151: 87-119.
14. Wimalasena, S.; Jayasurya, M.N.S., Nutrient analysis of some fresh water fish, *J.Natn.Sci.Foundation Sri Lanka* **1996**, 24 (1): 21-26.
15. Alfrianto, E., *Pengawasan Mutu Bahan/Produk Pangan*, Direktorat Pembinaan Sekolah Menengah Kejuruan, Direktorat Jenderal Manajemen Pendidikan Dasar dan Menengah, Departemen Pendidikan Nasional, 2008.

Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Daun Pucuk Idat (*Cratoxylum glaucum*) melalui Iradiasi *Microwave* serta Uji Aktivitasnya sebagai Antibakteri

Verry Andre Fabiani*, Desti Silvia, Dinda Liyana, Herul Akbar

^a Jurusan Kimia Fakultas Teknik Universitas Bangka Belitung, Bangka, 33172, Indonesia

INFO ARTIKEL

Diterima 08 Oktober 2019

Disetujui 27 Oktober 2019

Key word:

Antibacterial,
bioreductor,
microwave,
particle size,
silver nanoparticle.

Kata kunci:

Antibakteri,
bioreduktor,
microwave,
nanopartikel perak,
ukuran partikel

ABSTRACT

Synthesis of silver nanoparticles was carried out using bioreductors of *Cratoxylum glaucum* leaf extract using the microwave irradiation method. Synthesis was carried out by reacting the *Cratoxylum glaucum* leaf extract with silver nitrate solution at a mass ratio of 1: 2. The variables of this study were variations in silver nitrate concentration and synthesis time. Based on the results of UV-Vis analysis showed the presence of maximum wavelength absorption which is characteristic of the formation of silver nanoparticles at a wavelength of 398.8 nm with a concentration of 0.5 mM AgNO_3 and a synthesis time of 120 seconds. Particle size analysis shows that the 10% particle size distribution is 92.5 nm and overall is 544.1 nm. Antibacterial activity test results showed silver nanoparticles have strong antibacterial properties against *E. coli* and *S. aureus* bacteria.

ABSTRAK

Telah dilakukan sintesis nanopartikel perak menggunakan bioreduktor ekstrak daun pucuk idat (*Cratoxylum glaucum*) menggunakan metode iradiasi microwave. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan ekstrak daun pucuk idat dengan larutan perak nitrat pada perbandingan komposisi 1:2. Variabel penelitian ini yaitu variasi konsentrasi perak nitrat dan waktu sintesis. Berdasarkan hasil analisis UV-Vis menunjukkan adanya serapan panjang gelombang maksimum yang merupakan karakteristik pembentukan nanopartikel perak pada panjang gelombang 398,8 nm dengan konsentrasi AgNO_3 0,5 mM dan waktu sintesis 120 detik. Analisis ukuran partikel menunjukkan distribusi ukuran partikel sebanyak 10% berukuran 92,5 nm dan secara keseluruhan berukuran 544,1 nm. Hasil uji aktivitas antibakteri menunjukkan nanopartikel perak memiliki sifat antibakteri yang kuat terhadap bakteri *E.coli* dan *S.aureus*.

*e-mail:

verryandre89@gmail.com

*Telp: 085252062300

Pendahuluan

Akhir-akhir ini nanoteknologi berkembang sangat pesat seiring dengan kemajuan zaman. Salah satu produk nanoteknologi yang menarik diteliti yaitu nanopartikel. Aplikasi nanopartikel telah banyak dimanfaatkan dalam berbagai bidang diantaranya pada bidang kesehatan, lingkungan, pertanian, tekstil, elektronika dan energi [1]. Nanopartikel merupakan partikel

nano dengan ukuran 1-100 nm, metode *top down* (fisika) dan metode *bottom up* (kimia) merupakan metode dalam sintesis partikel berukuran nano [2].

Salah satu jenis nanopartikel dengan manfaat yang luas yaitu nanopartikel perak. Nanopartikel perak memiliki sifat antimikroba yang dapat digunakan dalam berbagai macam produk kesehatan seperti kain pembalut luka [3], serat katun [4] yang berfungsi menghambat

pertumbuhan bakteri, semprotan antiseptik dan pelapis antimikroba untuk perangkat medis yang mensterilkan udara dan permukaan [5]. Pada penelitian sebelumnya, natrium tetraborohidrat (NaBH_4) merupakan reduktor kimia yang digunakan pada sintesis nanopartikel perak [6] tetapi natrium tetraborohidrat berdampak negatif terhadap lingkungan karena sifatnya yang reaktif [7]. Adanya bioreduktor berbasis ekstrak tanaman diharapkan dapat menjadi pereduksi alternatif yang ramah lingkungan. Ekstrak tanaman diketahui efektif dapat digunakan sebagai reduktor dalam sintesis nanopartikel perak serta dapat meminimalisir penggunaan reduktor dari bahan kimia.

Sintesis nanopartikel perak umumnya dilakukan dengan metode pemanasan konvensional dan cenderung membutuhkan energi yang tinggi. Disisi lainnya, terdapat metode sintesis nanopartikel perak yang lebih efektif dibandingkan metode pemanasan konvensional karena lebih cepat, *low energy*, efisien dan ramah lingkungan yaitu dengan metode microwave [8-9]. Fatihin (2016) [10] berhasil mensintesis nanopartikel perak menggunakan ekstrak buah jambu biji melalui iradiasi *microwave* dan terbukti nanopartikel perak yang dihasilkan memiliki sifat sebagai antibakteri.

Aktivitas antibakteri pada nanopartikel perak umumnya dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya konsentrasi, bentuk dan ukuran nanopartikel perak serta jumlah dan jenis bakteri yang berinteraksi dengan nanopartikel perak [11]. Ukuran partikel yang semakin kecil menyebabkan sifat antibakteri semakin besar, oleh sebab itu ukuran partikel perak menjadi penting dalam sintesis nanopartikel perak. Konsentrasi garam perak, jenis reduktor, temperatur dan waktu reaksi merupakan parameter yang menentukan ukuran partikel pada sintesis nanopartikel perak [12].

Bahan dan Metode

Bahan yang digunakan pada penelitian ini yaitu akuades, ekstrak daun pucuk idat dan perak nitrat (AgNO_3) *merck*. Sampel daun pucuk idat pada penelitian ini diperoleh di Desa Balunijuk Kabupaten Bangka.

Preparasi Daun Pucuk Idat

Daun pucuk idat yang telah dibersihkan kemudian dikeringkan dengan cara diangin-anginkan pada suhu kamar selama 3-5 hari. Daun yang telah kering dipotong hingga berukuran kecil kemudian dihaluskan dengan blender. Serbuk daun pucuk idat disimpan dalam wadah yang bersih dan terlindung dari cahaya agar tidak terjadi kerusakan dan penurunan mutu.

Ekstraksi Daun Pucuk Idat

Daun pucuk idat kering kemudian dihaluskan dan ditimbang seberat 20 gr. Selanjutnya ditambah akuades 200 mL, campuran *distirer* dan dipanaskan pada suhu 70 °C selama 120 menit kemudian disaring dan *disentrifuge* untuk mendapatkan ekstrak daun pucuk idat.

Sintesis Nanopartikel Perak -Ekstrak Daun Pucuk Idat melalui Iradiasi Microwave

Pada penelitian ini, sintesis nanopartikel perak dilakukan berdasarkan penelitian sebelumnya yang telah dimodifikasi [13]. Sintesis dilakukan dengan mereaksikan ekstrak daun pucuk idat larutan AgNO_3 0,5 mM, 1 mM, 1,5 mM pada perbandingan komposisi 1:2, kemudian dimasukkan ke dalam microwave selama 60, 90, 120 detik. Hasil sintesis dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV-Vis. Panjang gelombang maksimum yang diperoleh dari analisis UV-Vis kemudian dianalisis dengan PSA Nano.

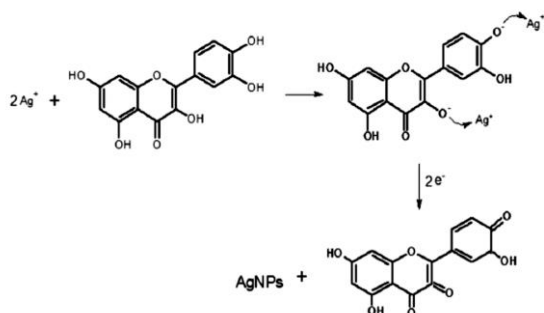
Uji Aktivitas Antibakteri

Aktivitas antibakteri nanopartikel dilakukan dengan menggunakan uji zona daya hambat berdasarkan standar AATCC 100-1999 dan AATCC 147-1998. Kertas cakram dicelupkan kedalam larutan nanopartikel perak yang diencerkan dengan konsentrasi 25%, 50% dan 100%, kemudian media *Nutrient Agar* disebar kedalam cawan petri yang telah diinokulasi dengan bakteri *E. coli* dan *S. aureus*. Zona hambat yang terbentuk selanjutnya diukur untuk mengetahui kekuatan antibakterinya.

Hasil dan Pembahasan

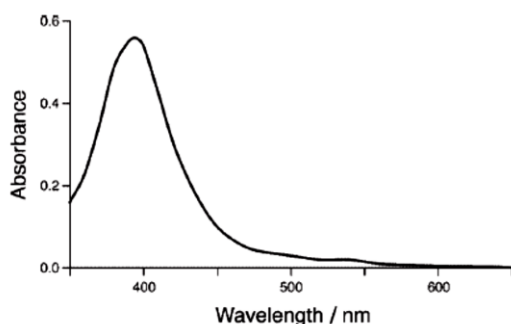
Metode alternatif sintesis nanopartikel perak yaitu menggunakan metode iradiasi microwave. Iradiasi microwave dapat meningkatkan hasil reaksi tanpa adanya perubahan pada reaksi tersebut hal ini disebabkan karena waktu reaksi yang cepat dan pemanasan yang homogen sehingga berpengaruh terhadap proses pembentukan inti nanopartikel perak [14].

Pada penelitian ini, bioreduktor yang digunakan pada sintesis nanopartikel perak yaitu ekstrak daun pucuk idat (*Cratoxylum glaucum*). Penelitian sebelumnya menyatakan bahwa ekstrak daun pucuk idat memiliki senyawa tanin dan flavonoid yang merupakan turunan fenolik dan dapat bekerja secara aktif dalam mereduksi perak nitrat [15]. Mekanisme reaksi reduksi senyawa fenolik terhadap senyawa perak dapat diamati pada gambar 1. Pada prinsipnya, gugus fungsional pada ekstrak tanaman yang menyebabkan Ag^+ tereduksi menjadi Ag^0 .



Gambar 1. Mekanisme reduksi ion perak [16]

Analisis UV-Vis



Gambar 2. Kurva panjang gelombang maksimum nanopartikel perak [17]

Analisis UV-Vis pada sintesis nanopartikel perak dilakukan untuk mengamati panjang gelombang maksimum yang bersesuaian dengan karakter serapan panjang gelombang nanopartikel perak pada rentang 395-405 nm, pada rentang serapan tersebut diketahui nanopartikel perak yang dihasilkan berukuran 10-14 nm [17], kurva panjang gelombang maksimum dari nanopartikel perak dapat diamati pada gambar 2.

Tabel 1. Hasil analisis UV-Vis

Konsentrasi AgNO_3 (mM)	Waktu Sintesis (detik)	λ Maks (nm)
0,5	60	394,8
	90	392,2
	120	398,8
1	60	394,4
	90	388
	120	382,6
1,5	60	393,3
	90	398,6
	120	396,6

Berdasarkan Tabel 1, panjang gelombang maksimum yang berada pada *range* nanopartikel perak yaitu pada konsentrasi 0,5 mM dan 1,5 mM. Semakin besar konsentrasi perak nitrat, indikasi terbentuknya nanopartikel perak semakin besar, pada konsentrasi AgNO_3 1,5 mM menunjukkan adanya dua serapan λ maksimum dibandingkan konsentrasi yang lainnya. Semakin tinggi nilai serapan, maka konsentrasi partikel-nano dalam larutan semakin tinggi [18]. Pada konsentrasi 1 mM tidak menunjukkan serapan λ maksimum yang berada pada *range* nanopartikel perak, hal ini disebabkan pada konsentrasi tersebut tidak terjadi nukleasi yang maksimal sehingga partikel yang dihasilkan masih berukuran sangat kecil.

Analisis Ukuran Partikel

Analisis ukuran partikel dilakukan pada sampel dengan panjang gelombang yang optimum, analisis *Particle Size Analyzer* (PSA) dilakukan untuk mengetahui distribusi ukuran dan keseragaman partikel.

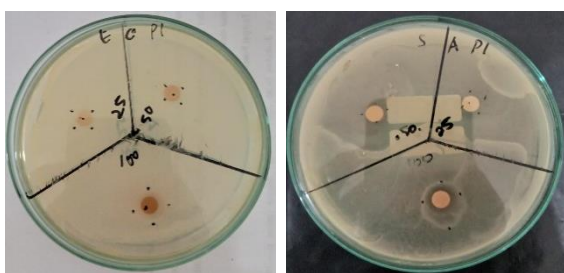
Tabel 2. Hasil analisis PSA

Konsentrasi AgNO ₃ (mM)	Waktu Sintesis (detik)	Diameter rata-rata (nm)	D10% (nm)
0,5	120	544,1	92,5

Berdasarkan Tabel 2 menunjukkan distribusi ukuran nanopartikel yang dihasilkan masih belum merata, sekitar 10% dari jumlah distribusi ukuran nanopartikel memiliki ukuran 92,5 nm dimana ukuran tersebut telah sesuai pada kisaran nanometer yaitu 0-100 nm. Namun untuk secara keseluruhan, diameter rata-rata yang dihasilkan yaitu 544,1 nm dan melebihi ukuran nano. Hal ini disebabkan karena sampel yang dihasilkan kurang stabil sehingga terjadi aglomerasi yang menyebabkan ukuran partikel menjadi lebih besar.

Uji aktivitas antibakteri

Metode kualitatif pada uji aktivitas antibakteri dilakukan dengan mengamati adanya zona hambat pada media bakteri. Pada penelitian ini, uji aktivitas antibakteri nanopartikel perak dilakukan terhadap bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*. Hasil sintesis nanopartikel perak yang digunakan yaitu pada konsentrasi AgNO₃ 0,5 mM dengan waktu sintesis selama 120 detik serta λ maksimum 398,8 nm. Uji aktivitas antibakteri dilakukan menggunakan metode difusi yaitu dengan meletakkan kertas cakram yang telah terisi organisme secara merata.



Gambar 3. Aktivitas nanopartikel perak terhadap bakteri
(a) *E. coli* dan (b) *S. aureus*

Gambar 3 menunjukkan hasil uji antibakteri nanopartikel perak terhadap bakteri *E. coli* dan *S. aureus*. Tiga zona bening yang dihasilkan pada kertas cakram tersebut merupakan tiga konsentrasi nanopartikel perak yang telah diencerkan 25%, 50% dan 100%. Ketiga konsentrasi pada masing-masing media

yang telah diinokulasi bakteri *E. coli* dan *S. aureus* menunjukkan adanya zona bening pada media agar. Menurut Wahyudi, *et al.* (2011) [19], luas ukuran zona bening yang terbentuk menunjukkan kekuatan daya hambat, semakin besar zona bening yang dihasilkan maka daya hambat terhadap pertumbuhan bakteri juga semakin kuat.

Tabel 3. Diameter zona hambat nanopartikel perak

Konsentrasi	Diameter zona hambat (mm)	
	<i>E. coli</i>	<i>S. aureus</i>
25%	8,00	7,45
50%	8,25	7,95
100%	13,15	16,05

Tabel 3 menunjukkan ukuran luas zona hambat berdasarkan uji antibakteri terhadap *E. coli* dan *S. aureus*. Berdasarkan ukuran diameter zona hambat, kekuatan antibakteri terbagi menjadi empat kategori yaitu daya hambat lemah (<5 mm), daya hambat sedang (5-10 mm), daya hambat kuat (10-20 mm), dan daya hambat sangat kuat (>20 mm) [20]. Pada penelitian ini dapat diamati bahwa konsentrasi nanopartikel perak 25% dan 50% menunjukkan kekuatan antibakteri dengan kategori daya hambat sedang, sedangkan pada konsentrasi 100% (larutan induk) kekuatan antibakteri yang dihasilkan menunjukkan daya hambat yang kuat, sehingga dapat disimpulkan bahwa nanopartikel perak yang dihasilkan pada penelitian ini memiliki sifat antibakteri.

Ucapan terimakasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Kemenristekdikti atas bantuan dana penelitian melalui skim Program Kreatifitas Mahasiswa Bidang Penelitian Tahun 2019.

Kesimpulan

Kondisi optimal sintesis nanopartikel perak menggunakan ekstrak pucuk idat (*Cratoxylum glaucum*) diperoleh pada konsentrasi perak nitrat 0,5 mM dan waktu sintesis 120 detik. Hal ini didasarkan dari analisis UV-Vis pada panjang gelombang maksimum yang paling optimal yaitu 398,8 nm. Ukuran partikel yang dihasilkan dari distribusi ukuran partikel sebanyak 10% menghasilkan ukuran nano (92,5 nm) namun secara

keseluruhan ukuran yang dihasilkan yaitu 544,1 nm. Aktivitas antibakteri yang dihasilkan menunjukkan bahwa nanopartikel perak memiliki kekuatan antibakteri yang kuat terhadap *E.coli* dan *S.aureus*.

Daftar Pustaka

1. Tsuzuki, T., Commercial scale production of inorganic nanoparticles. *Int J nanotechnol.* **2009**;6(5):567–77.
2. Wahyudi, T.; Rismayani, S., Aplikasi Nanoteknologi pada Bidang Tekstil. *Arena Tekst.* **2008**;23(2):52–109.
3. Ariyanta, H. A.; Wahyuni, S., Preparasi Nanopartikel Perak dengan Metode Reduksi dan Aplikasinya Sebagai Antibakteri Penyebab Infeksi. *Indones J Chem Sci.* **2014**;3(1):1–6.
4. Haryono, A.; Harmami, S. B., Aplikasi Nanopartikel Perak pada Serat Katun sebagai Produk Jadi Tekstil Antimikroba. *J Kim Indones.* **2010**;5(1):1–6.
5. Xiu, Z.; Zhang, Q.; Puppala; H. L.; Colvin, V. L.; Alvarez, P. J. J., Negligible Particle-Specific Antibacterial Activity of Silver Nanoparticles. *Nano Lett.* **2012**;12:4271–5.
6. Julkarnain, M.; Mondal, A.K.; Rahman, M.; Rana, S., Preparation and Properties of Chemically Reduced Cu and Ag Nanoparticles. In: *International Conference on Mechanical, Industrial and Materials Engineering.* Rajshahi, Bangladesh; 2013. p. 636–40.
7. Ghosh, S. K.; Kundu, S.; Mandal, M.; Pal, T., Silver and Gold Nanocluster Catalyzed Reduction of Methylene Blue by Arsine in a Micellar Medium. *Langmuir.* **2002**;18(23):8756–60.
8. Majid, A.A.; Prasetyo, D.; Danarto, Y. C., Pembuatan biodiesel dari minyak jelantah dengan menggunakan iradiasi gelombang mikro. In: *Simposium Nasional RAPI XI FT UMS.* 2012. p. 15–21.
9. Raghunandan, D.; Borgaonkar, P.A.; Bendegumble, B., Microwave-Assisted Rapid Extracellular Biosynthesis of Silver Nanoparticles Using Carom Seed (*Trachyspermum copticum*) Extract and in Vitro Studies. *Am J Anal Chem.* **2011**;2:475–83.
10. Fatihin, S., Sintesis Nanopartikel Perak Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Aquades Buah Jambu Biji Merah (*Psidium guajava* L.) Dan Iradiasi Microwave. 2016.
11. Sonidi, I.; Salopek-sonidi, B., Silver nanoparticles as antimicrobial agent: a case study on *E. coli* as a model for Gram-negative bacteria. *J Colloid Interface Sci.* **2004**;275:177–82.
12. Silekaite, A.; Prosycevas, I.; Puiso, J.; Juraitis, A.; Guobiene, A., Analysis of Silver Nanoparticles Produced by Chemical Reduction of Silver Salt Solution. *Mater Sci.* **2006**;12(4):287–91.
13. Kudle, K. R.; Donda, M. R.; Merugu, R.; Prashanti, Y.; Rudra, M. P. P., Microwave assisted green synthesis of silver nanoparticles using *Stigmaphyllon littorale* leaves their characterization and anti-microbial activity. *Int J Nanomater Biostructures.* **2013**;3(1):13–6.
14. Punuri, J. B.; Sharma, P.; Sibyala, S.; Tamuli, R.; Bora, U., Piper betle-mediated green synthesis of biocompatible gold nanoparticles. *Int Nano Lett.* **2012**;2(18):1–9.
15. Fabiani, V. A.; Sutanti, F.; Silvia, D.; Putri, M. A., Green Synthesis Nanopartikel Perak Menggunakan Ekstrak Daun Pucuk (Idat (*Cratogeomys glaucum*)) sebagai Bioreduktor. *Indo J Pure App Chem.* **2018**;1(2):68–76.
16. Jain, S.; Mehata, M. S. Medicinal Plant Leaf Extract and Pure Flavonoid Mediated Green Synthesis of Silver Nanoparticles and their Enhanced Antibacterial Property. *Sci Rep [Internet]. Springer US*; 2017;7(November):1–13. Available from: <http://dx.doi.org/10.1038/s41598-017-15724-8>
17. Solomon, S. D.; Bahadory, M.; Jeyarajasingam, A. V.; Rutkowsky, S. A.; Boritz, C., Synthesis and Study of Silver Nanoparticles. *J Chem Educ.* **2007**;84(2):322–5.
18. Prasetiowati, A.L.; Prasetya, A.T.; Wardani, S. Nanopartikel Perak dengan Bioreduktor Ekstrak Daun Belimbing Wuluh (*Averrhoa Bilimbi* L.) sebagai Antibakteri. *Indones J Chem Sci Sint.*

- 2018**;7(2):160–6.
19. Wahyudi, T.; Sugiyana, D.; Hemly Q. Sintesis Nanopartikel Perak dan Uji Aktivitasnya Terhadap Bakteri E. coli dan S. aureus. *Arena Tekst.* **2011**;26(1):55–60.
 20. Davis, W.; Stout T. Disc Plate Method of Microbiological Antibiotic Assay. *Appl Microbiol.* **1971**;22(4):659–65.