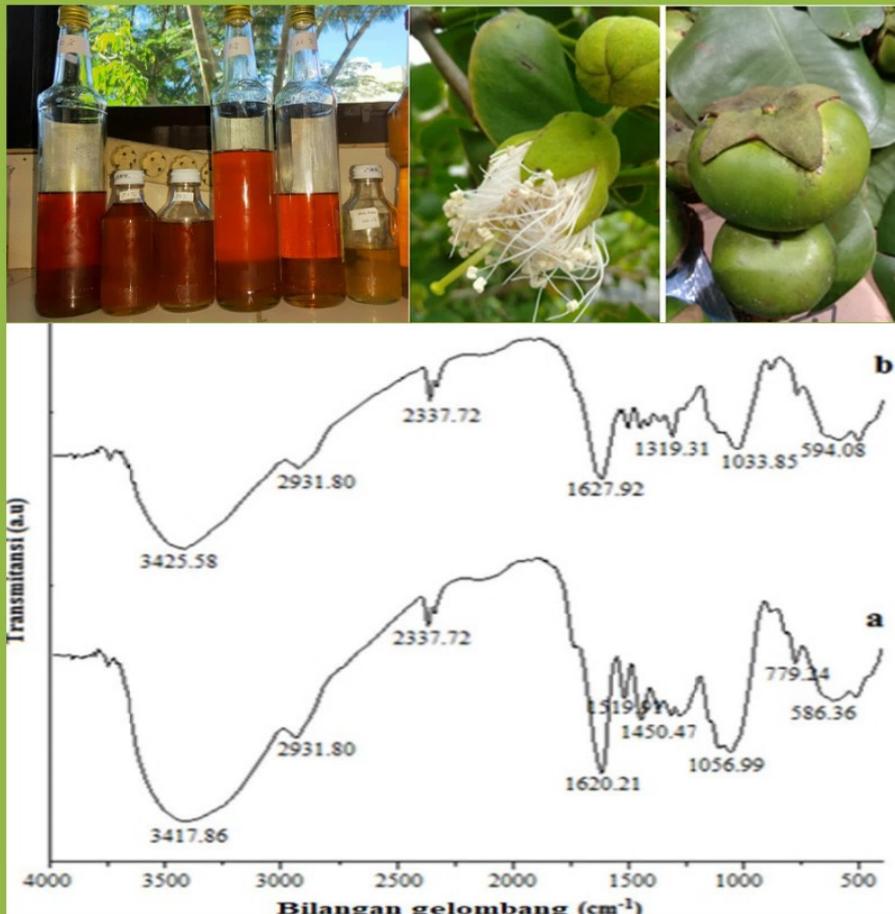


Jurnal Ilmiah Berkala
Sains dan Terapan Kimia

Volume 15, No. 2, Juli 2021

Terakreditasi Kemenristekdikti
Nomor 10/E/KPT/2019



Program Studi Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Universitas Lambung Mangkurat
Banjarbaru, Kalimantan Selatan - Indonesia

Jurnal Ilmiah Berkala Sains dan Terapan Kimia	Vol. 15	No. 2	Hlmn. 100-174	Banjarbaru Juli 2021	P-ISSN 1411-1616 E-ISSN 2549 - 8215
--	------------	----------	------------------	-------------------------	--

Jurnal Ilmiah Berkala
Sains dan Terapan Kimia

PENANGGUNG JAWAB

Koordinator Program Studi Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat

PENERBIT

Program Studi Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat

ALAMAT

Jl. A. Yani Km. 36 Banjarbaru, Kalimantan Selatan 70714

Telp./Fax.: 0511-4773112, 0511-4782899

E-mail: jstk@ulm.ac.id

TAHUN PERTAMA TERBIT: 2007

EDITOR IN CHIEF

Utami Irawati, S.Si., MES., Ph.D.

EDITORIAL BOARD

Head of Editorial Board: Prof. Rodiansono

Associate Editors : Dwi Rasy Mujiyanti, S.Si., M.Si.

Dahlana Ariyani, S.Si., M.S.

Dewi Umaningrum, S.Si., M.Si.

Editorial Board Members

Prof. Dr. Rer.nat Drs. Karna Wijaya, M.Eng (UGM, Yogyakarta)

Dr. Hendrik Oktendy Lintang (Universitas Ma Chung, Malang)

Yuana Nurulita, S.Si, M.Si, Ph.D (Universitas Riau, Riau)

Prof. Dr. Abdullah, S.Si, M.Si (Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru)

Dr. Arnida, S.Si. M.Si. Apt. (Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru)

Dr. Rahadian Zainul, S.Pd., M.Si. (Universitas Negeri Padang, Padang)

Prof. Sunardi, S.Si., M.Sc., Ph.D. (Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru)

Dewi Umaningrum, S.Si., M.Si. (Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru)

Kholifatu Rosyidah, S.Si., M.Si. (Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru)

Noer Komari, S.Si., M.Kes. (Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru)

Edi Mikrianto, S.Si., M.Si. (Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru)

Maria Dewi Astuti, S.Si., M.Si. (Universitas Lambung Mangkurat, Banjarbaru)

SITE EDITOR AND ADMINISTRATOR

Ahmad Rusadi Arrahimi, S.Kom.

Sains dan Terapan Kimia (Jurnal Ilmiah Berkala) berisi tulisan ilmiah tentang bidang kimia yang meliputi hasil penelitian kimia, kimia teori, pendidikan kimia dan kimia terapan. Redaksi menerima tulisan yang belum pernah dipublikasikan dalam jurnal ilmiah lain. Naskah yang masuk akan di evaluasi oleh dewan penyunting. Penyunting berhak mengubah format penulisan tanpa mengurangi/mengubah substansi tulisan.

Jurnal Ilmiah Berkala
Sains dan Terapan Kimia

Sains dan Terapan Kimia (Jurnal Ilmiah Berkala) terbit dua kali dalam setahun pada bulan **Januari** dan **Juli**. Biaya penerbitan artikel adalah sebesar Rp. 200.000,00, sudah termasuk biaya *processing* artikel, pengurusan DOI, dan satu eksemplar jurnal versi cetak, **tidak termasuk** biaya pengiriman jurnal edisi cetak. Biaya cetak jurnal tambahan Rp. 60.000,00/eksemplar. Pembayaran dilakukan melalui rekening Bank BNI Cabang Banjarmasin dengan nomor rekening **0201041846** atas nama *Dahlana Ariyani*.

Jurnal Ilmiah Berkala
Sains dan Terapan Kimia

DAFTAR ISI

Identifikasi Senyawa Hasil Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas Terkatalisis Kalsium Oksida dan Pengaruhnya Pada Karakteristik Biodiesel	100-107
Ika Kusuma Nugraheni, Kurnia Dwi Artika, Rusuminto Syahyuniar	
Investigasi Sifat Magnet dan Luas Permukaan Bentonit Termagnetisasi sebagai Adsorben Cepat Pisah	108-118
Dyah Ayu Pramoda Wardani, Akhmad Damsyik, Karelius, Suyanta, Dwi Siswanta	
Esterifikasi Gliserol Menjadi Tributirin Menggunakan 4-(<i>N,N</i>-Dimetilamino)-Piridina (Dmap) sebagai Katalis	119-126
Kamilia Mustikasari, Maulisa Rahmah, Devia Salastiansyah Elwaty, Edi Mikrianto, Maria Dewi Astuti, Radna Nurmasari	
Karakteristik Batako dari Limbah Botol Plastik	127-132
Isna Syaughiah, Lailan Ni`mah, Agus Suryani	
Uji Nilai Gizi dan Kapasitas Antioksidan Minuman Loh Cencem (<i>Spondias Pinnata (L.F) Kurz.</i>) Desa Bebalang, Kabupaten Bangli, Bali	133-142
I Wayan Tanjung Aryasa, Ni Putu Rahayu Artini, Putu Gede Ayu Erika Juliari A.S	
Kajian Variasi Konsentrasi NaOH dalam Ekstraksi Silika dari Limbah Sekam Padi Banjar Jenis “Pandak”	143-153
Dwi Rasy Mujiyanti, Dahlena Ariyani, Nurul Paujiah	
Analisis Proksimat dan Fitokimia Buah Pedada (<i>Sonneratia ovata Back.</i>)	154-163
Maria Dewi Astuti, Mahrita Wulandari, Kholifatu Rosyidah, Radna Nurmasari	
Pemanfaatan Selulosa dari Kulit Umbut Rotan (<i>Calamus sp</i>) sebagai Adsorben Metilen Biru	164-174
Nyahu Rumbang, Whendy Trissan, Karelius Karelius, Retno Agnestisia	

Jurnal Ilmiah Berkala
Sains dan Terapan Kimia

PEDOMAN PENULISAN ARTIKEL

1. **Sains dan Terapan Kimia** (Jurnal Ilmiah Berkala) menerima tulisan hasil penelitian, penelusuran literatur dan *review* dalam bidang kimia murni, terapan dan pendidikan kimia.
2. Artikel yang dimuat merupakan hasil seleksi dewan redaksi dan belum pernah diterbitkan atau dipublikasikan pada jurnal atau buletin ilmiah lain.
3. Artikel ditulis dalam bahasa Indonesia atau bahasa Inggris sesuai dengan tata kaidah bahasa yang baik dan benar, diketik dalam program *MS-Word* bentuk 2 kolom dengan spasi ganda dengan bentuk dan ukuran huruf Arial 11 pada kertas yang berukuran A4 (21 x 29,7 cm). Panjang naskah maksimum 15 halaman termasuk tabel, gambar, ilustrasi dan lain-lain, dengan batas margin atas dan bawah 2,5 cm, batas kiri dan kanan 2 cm.
4. **Abstrak ditulis dalam bahasa Indonesia dan bahasa Inggris**, maksimum terdiri dari 200 kata, 1 spasi dengan disertai 3-5 kata kunci. Judul diusahakan tidak terlalu panjang namun cukup informatif.
5. Nama penulis tanpa gelar, nama dan alamat lembaga tempat penelitian ditulis lengkap dan jelas. Nama penulis utama diberi garis bawah. Bila ada beberapa penulis, hanya satu nama yang diberi tanda asterik (*) untuk keperluan korespondensi.
6. Sistematika penulisan baku **Sains dan Terapan Kimia** disusun berurutan, yaitu **judul artikel, nama dan alamat penulis, abstrak dan kata kunci, pendahuluan, metode penelitian, hasil dan pembahasan, kesimpulan, persantunan/sanwacana, daftar pustaka dan lampiran** (jika ada).
7. Tabel dan gambar harus diberi nomor (sesuai dengan urutan penyebutan dalam naskah). Gambar disertakan terpisah (tidak diletakkan dalam naskah) dibuat dalam format *TIF atau *JPEG. Untuk grafik harus mempunyai label sumbu yang jelas disertai satuan yang disingkat dengan notasi baku.

Jurnal Ilmiah Berkala
Sains dan Terapan Kimia

8. Pengacuan pustaka ditulis dengan sistem Nama-Tahun publikasi, yang ditulis sesuai dengan susunan kalimat. Untuk pengarang yang terdiri dari tiga orang atau lebih maka hanya nama akhir pengarang pertama saja yang ditulis diikuti kata "*et al.*" yang dicetak dengan huruf miring.
9. Daftar pustaka ditulis dalam urutan abjad secara kronologis tanpa nomor urut sesuai dengan sistem Harvard.
10. Artikel dikirimkan secara elektronik melalui *Open Journal Systems* (OJS) pada laman: <https://ppjp.ulm.ac.id/journal/index.php/>

IDENTIFIKASI SENYAWA HASIL TRANSESTERIFIKASI MINYAK GORENG BEKAS TERKATALISIS KALSIMUM OKSIDA DAN PENGARUHNYA PADA KARAKTERISTIK BIODIESEL

Identification of Used Cooking Oil Transesterification with Calcium Oxide as Catalyst and The Effect in Biodiesel Characteristics

Ika Kusuma Nugraheni*), Kurnia Dwi Artika, Rusuminto Syahyuniar

Politeknik Negeri Tanah Laut
Jl. A.Yani km. 6, Tanah Laut, Kalimantan Selatan

*e-mail: ika.kusuma.n@politala.ac.id

DOI: 10.20527/jstk.v15i2.9605

Submitted: December 11, 2020; Revised version accepted for publication: July 23, 2021

Available online: August 9, 2021

ABSTRAK

Penelitian mengenai identifikasi senyawa hasil transesterifikasi minyak goreng bekas terkatalisis CaO telah dilakukan. Minyak goreng bekas yang hingga saat ini belum termanfaatkan ditransesterifikasi menjadi bahan bakar biodiesel. Kalsium Oksida (CaO) yang merupakan katalis heterogen dan mudah didapat digunakan sebagai katalis dalam penelitian ini. CaO diaktivasi secara fisika dengan dikalsinasi pada suhu 550-950 °C selama 4 jam. Transesterifikasi dilakukan menggunakan methanol dengan rasio molar minyak: methanol 1:12. Variasi katalis yang ditambahkan sebesar 1; 2,5; 5; 7,5 dan 10% dari massa minyak. Transesterifikasi dilakukan pada sistem refluks dengan suhu pemanasan 60 °C selama 30 menit dan didiamkan 24 jam. Metil ester yang dihasilkan dianalisis menggunakan GCMS untuk diketahui kandungan senyawanya dan diuji nilai densitas dan viskositasnya. Hasil penelitian menunjukkan bahwa persentase terbesar kandungan senyawa metil ester yang dihasilkan adalah golongan asam palmitat (asam heksadekanoat) dan asam oleat (9-octadecenoic acid). Adanya senyawa tertinggi ini tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap nilai densitas dan viskositas Biodiesel.

Kata Kunci: Transesterifikasi, Minyak Goreng Bekas, CaO

ABSTRACT

Identification of transesterification compounds of used cooking oil that catalyzed by CaO had been done. Calcium Oxide (CaO), which is a heterogeneous and easy to obtain catalyst was used as a catalyst in this study. CaO was physically activated by calcining at 550-950 °C for 4 hours. Transesterification was carried out using methanol with a molar ratio of oil: methanol 1:12. The variations of the added catalyst are 1; 2.5; 5; 7.5; and 10% by mass of oil. The transesterification was carried out in a reflux system with a heating temperature of 60 °C for 30 minutes and allowed to stand for 24 hours. The resulting methyl ester was analyzed using GCMS to determine its compound and tested its density and viscosity. The results showed that the largest percentage of methyl ester compounds are palmitic acid (hexadecenoic acid) and oleic acid (9-octadecenoic acid). The presence of this highest compound did not have a significant effect on the density and viscosity values of biodiesel.

Keywords: Transesterification, Waste Cooking Oil, CaO

PENDAHULUAN

Salah satu bahan bakar alternatif yang sedang dikembangkan saat ini adalah Biodiesel. Biodiesel merupakan salah satu pengganti bahan bakar yang berasal dari minyak hewan atau tumbuhan yang diproses dengan esterifikasi dan transesterifikasi. Pembuatan biodiesel dilakukan dengan mengubah trigliserida menjadi ester asam lemak dengan bantuan alkohol dan katalis asam/basa (Aktawan & Mufrodi, 2016). Ester asam lemak yang dihasilkan dimanfaatkan sebagai biodiesel yang dinilai memiliki kemampuan oksidasi dan pelumasan lebih baik dibandingkan bahan bakar fosil, serta kandungan sulfur yang lebih rendah (Khiari, Awad, Loubar, Tarabet, Mahmoud, & Tazerout, 2016).

Pembuatan biodiesel menggunakan bahan alam yang memiliki kandungan minyak. Beberapa penelitian telah menyatakan bahwa biodiesel dapat dibuat dari minyak ikan (Sanchez, Marchetti, Boulifi, Aracil, & Martinez, 2015); minyak sawit (Wong, Tan, Taufiq-Yap, Ramli, & Tee, 2015); minyak bunga matahari (Kostic, Bazargan, Stemenkovic, Veljkovic, & McKay, 2016). Namun penggunaan minyak murni untuk diolah menjadi biodiesel akan meningkatkan biaya produksi, dan menjadikan harga jual biodiesel lebih tinggi. Penggunaan minyak jelantah sebagai bahan baku dalam pengolahan biodiesel telah banyak dilakukan (Aziz, Nurbayti, & Ulum, 2011); (Tran, et al., 2016).

Pengolahan minyak jelantah menjadi biodiesel dapat dilakukan baik dengan gabungan esterifikasi dan transesterifikasi maupun hanya transesterifikasi. Pemilihan proses reaksi didasarkan pada kandungan nilai asam lemak bebas yang di dalam minyak jelantah. Jika kadar asam lemak bebas $>2\%$, maka perlu dilakukan esterifikasi dan transesterifikasi, namun jika kadar asam lemak bebas $<2\%$, dapat dilakukan transesterifikasi saja (Pratigto, Istadi, & Wardhani, 2019). Pada sampel minyak jelantah yang digunakan, kandungan kadar asam lemak bebas yang dimiliki sebesar 1,48% sehingga proses pengolahan biodiesel dapat dilakukan langsung dengan transesterifikasi.

Transesterifikasi dapat dilakukan dengan menggunakan methanol dan katalis basa. Katalis basa dapat berupa katalis homogen, heterogen maupun enzim (Arun, Sharma, & Dalai, 2015). Penggunaan katalis homogen (KOH/NaOH) memiliki keuntungan karena reaksi dapat berlangsung lebih cepat, namun katalis homogen tidak dapat dipisahkan kembali setelah berakhirnya reaksi, sehingga tidak dapat digunakan berulang, memerlukan biaya lebih tinggi, dan dapat mencemari lingkungan. Untuk dapat mengantisipasi kekurangan tersebut, maka digunakan katalis heterogen yang memiliki keunggulan di antaranya, dapat dipisahkan dari hasil/produk dan *reuse*, sehingga dapat digunakan kembali dan dapat menurunkan biaya produksi.

Salah satu katalis heterogen yang dapat digunakan pada pengolahan biodiesel adalah

Kalsium Oksida (CaO). Keberadaan CaO yang melimpah sehingga mudah didapat dan memiliki harga yang lebih murah. CaO umumnya dihasilkan dari cangkang telur (Yin, *et al.*, 2016), cangkang kerang (Sirisomboonchai, *et al.*, 2015), cangkang siput (Birla, Singh, Upadhyay, & Sharma, 2012), tulang ayam (Farooq, Ramli, & Naeem, 2015), maupun kotoran ayam (Maneerung, Kawi, Dai, & Wang, 2016).

Perlakuan esterifikasi/transesterifikasi akan mempengaruhi produk yang dihasilkan. Biodiesel sebagai produk yang digunakan pada bahan bakar memiliki karakteristik tertentu. Karakter bahan bakar akan berpengaruh pada kemampuan alirnya dari tanki menuju ruang bakar dan proses pembakarannya pada mesin. Oleh karena itu, akan dipelajari mengenai pengaruh kandungan senyawa biodiesel minyak jelantah terkatalis CaO terhadap karakter (densitas dan viskositas) Biodiesel yang dihasilkan.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Pada penelitian ini digunakan bahan yang meliputi minyak jelantah yang dihasilkan dari warung makan yang berada di Kabupaten Tanah Laut, Kalsium Oksida merk Pudak Scientific dengan M.W 56,08 g/mol, asam asetat glasial merk SmartLab, KOH dan methanol. Proses transesterifikasi dilakukan menggunakan seperangkat refluks labu leher 3 yang dilengkapi dengan pendingin otomatis. Karakterisasi kandungan senyawa dilakukan

menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectra* (GCMS).

Prosedur Penelitian

Preparasi katalis

CaO yang digunakan adalah CaO yang dijual di pasaran. CaO dikalsinasi pada suhu 550-950°C selama 4 jam. CaO yang telah dikalsinasi didinginkan dalam desikator.

Sintesis biodiesel

Sintesis biodiesel ini menggunakan bahan baku minyak goreng bekas. Transesterifikasi dilakukan dengan menggunakan methanol dan katalis CaO yang telah diaktivasi. Transesterifikasi dilakukan dengan menggunakan rasio molar metanol:minyak sebesar 15:1. Variasi penggunaan CaO sebagai katalis sebesar 1%; 2,5%; 5%; 7,5% dan 10%. Transesterifikasi dilakukan dengan sistem *batch* pada suhu 50°C disertai dengan pengadukan selama 30 menit. Sebagai bahan perbandingan, Transesterifikasi juga dilakukan dengan menggunakan katalis KOH. Hasil transesterifikasi didiamkan hingga terpisah antara endapan, gliserol dan metil esternya.

Analisis kandungan senyawa metil ester dan uji karakter

Analisis kandungan senyawa dilakukan menggunakan GCMS dengan gas pembawa Helium dengan pengkondisian temperature kolom 50 °C dan temperatur injeksi 250 °C. Analisis dilakukan pada 5 produk metil ester yang dihasilkan dan juga pada hasil transesterifikasi menggunakan KOH. Pengujian karakter densitas biodiesel

menggunakan prinsip massa jenis menggunakan piknometer, dan pengujian kekentalan menggunakan prinsip viskositas kinematik.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Transesterifikasi Minyak Goreng Bekas

Proses esterifikasi didahului dengan pengujian kandungan asam lemak bebas di

dalam sampel. Hasil pengujian ALB pada sampel minyak goreng bekas menunjukkan bahwa asam lemak bebas yang terkandung adalah sebesar 1,48%. Nilai ini masih berada di bawah 2%, sehingga proses pengolahan biodiesel dapat berlangsung dengan transesterifikasi. Transesterifikasi dilakukan dengan variasi katalis CaO.



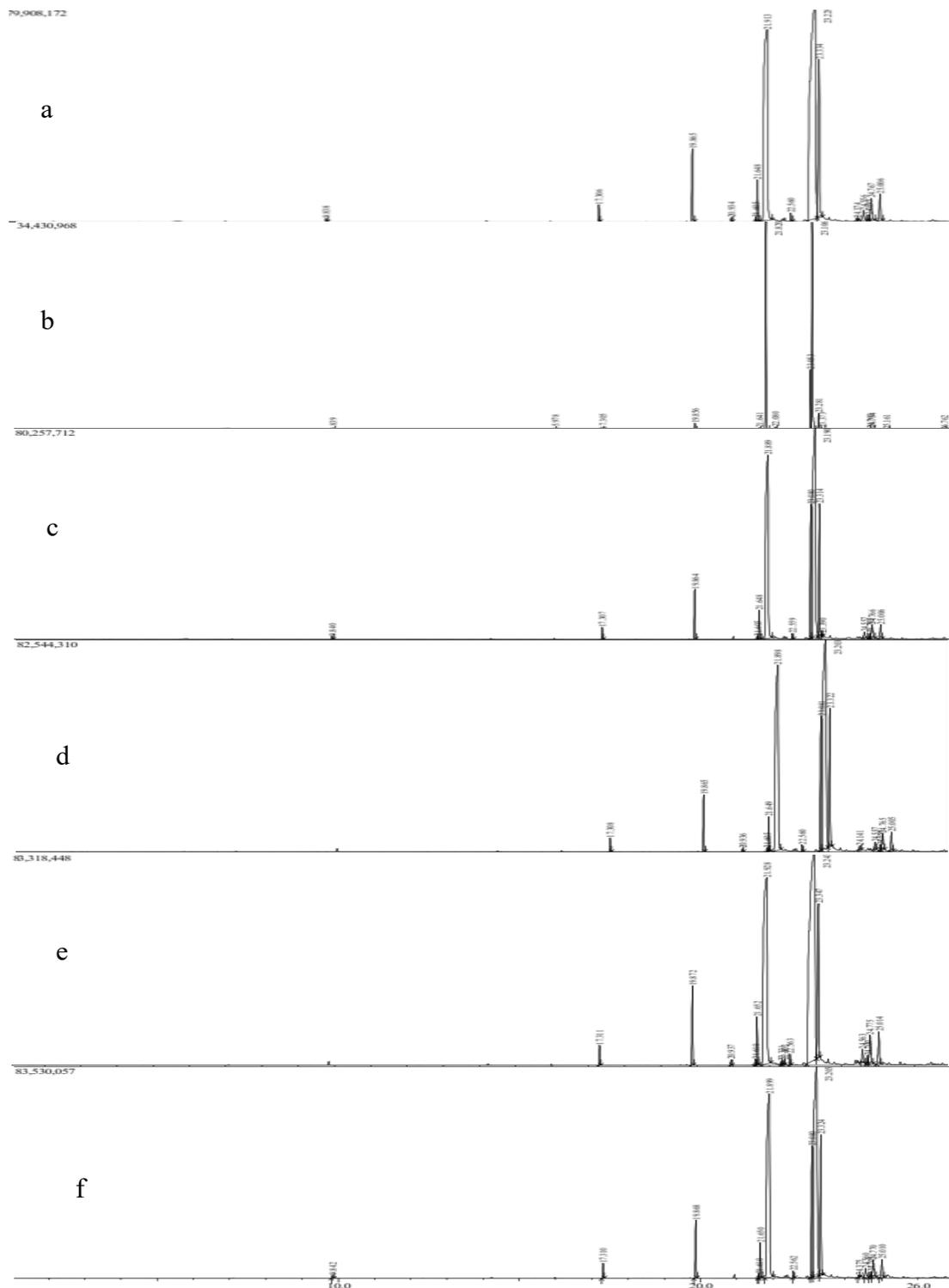
Gambar 1. Hasil esterifikasi minyak jelantah dengan variasi katalis

Hasil esterifikasi yang telah diperoleh dianalisis menggunakan kromatografi gas untuk dapat diketahui sebaran dan jenis senyawa kandungannya. Hasil analisis

menunjukkan bahwa katalis CaO dapat mengkonversi minyak jelantah menjadi metil ester.

Tabel 1. Hasil esterifikasi minyak jelantah dengan variasi katalis

No.	Katalis	Senyawa terbanyak	%
1	KOH	<i>9-octadecenoic acid</i>	34,293
2	CaO 1%	<i>Hexadecenoic acid</i>	61,148
3.	CaO 2,5%	<i>9-octadecenoic acid</i>	29,009
4.	CaO 5%	<i>Hexadecenoic acid</i>	39,514
5.	CaO 7,5%	<i>Hexadecenoic acid</i>	44,222
6.	CaO 10%	<i>9-octadecenoic acid</i>	27,406



Gambar 2. Kromatogram metil ester dengan variasi katalis (a) KOH; (b) CaO 1%; (c) CaO 2,5%; (d) CaO 5%; (e) CaO (7,5%); (f) CaO 10%

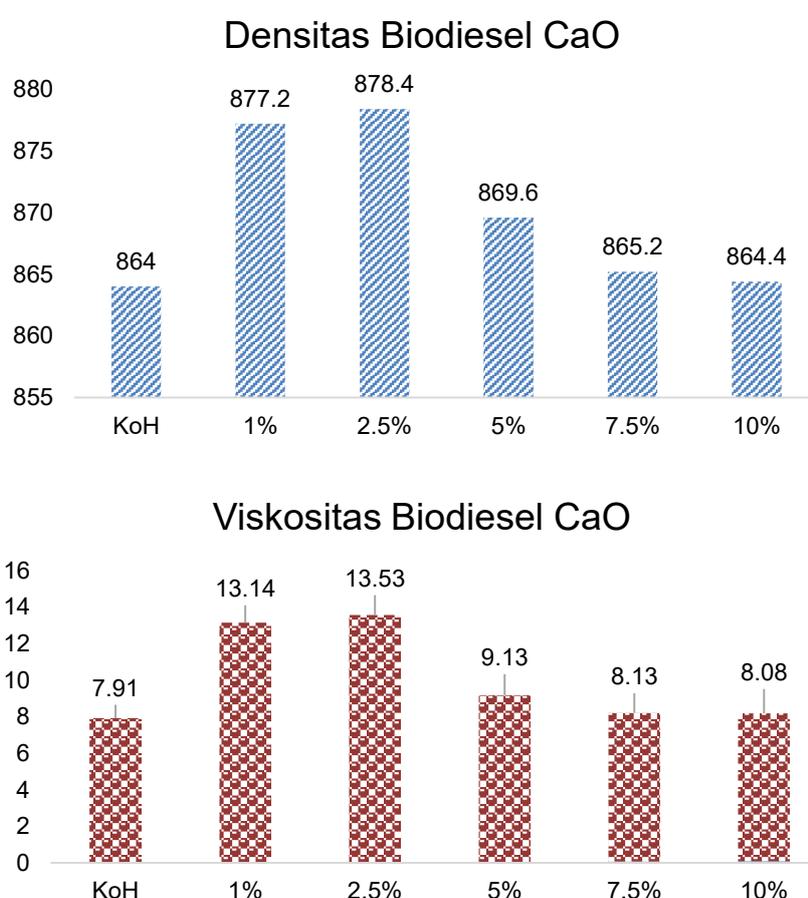
Karakterisasi Fisik Metil Ester

Selain karakterisasi kandungan senyawa menggunakan GCMS, hasil esterifikasi juga

dikarakterisasi sifat fisik bahan bakarnya, yang meliputi massa jenis/densitas dan kekentalan/viskositas kinematik.

Tabel 2. Hasil karakterisasi densitas dan viskositas metil ester yang dihasilkan

No.	Katalis	Densitas (g/cm^3)	Viskositas (cSt)
1	KOH	864	7,91
2	CaO 1%	877,2	13,14
3.	CaO 2,5%	878,4	13,53
4.	CaO 5%	869,6	9,13
5.	CaO 7,5%	865.2	8,13
6.	CaO 10%	864.4	8,08

**Gambar 3.** Hasil karakterisasi sifat fisik metil ester

Berdasarkan pada hasil analisis densitas dan kekentalan/viskositas, diketahui bahwa densitas dan kekentalan tertinggi ada pada metil ester hasil transesterifikasi menggunakan CaO 2,5%. Pada analisis komponen senyawa, Metil ester CaO 2,5% memiliki kandungan *9-octadecenoic acid*

sebanyak 29,009%. Senyawa ini juga terkandung pada produk metil ester hasil transesterifikasi katalis CaO 10% dan KOH. Densitas dan viskositas metil ester yang terkatalisis KOH memiliki nilai yang lebih rendah dibandingkan dengan densitas dan viskositas metil ester hasil katalisis CaO. Jika

demikian, maka kandungan *9-octadecenoic acid* tidak berpengaruh signifikan terhadap nilai densitas dan viskositas metil ester. Nilai kedua karakter dapat dipengaruhi oleh senyawa lain yang ada di dalamnya.

KESIMPULAN

Berdasarkan atas penelitian yang telah dilakukan, diketahui bahwa CaO dapat menjadi katalis dalam proses transesterifikasi minyak goreng bekas menjadi metil ester. Kandungan senyawa utama/terbesar yang ada di dalam produk metil ester tidak memberikan pengaruh signifikan terhadap karakter densitas dan viskositas Biodiesel.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Politeknik Negeri Tanah Laut yang telah memberikan hibah Penelitian Dosen Dana DIPA untuk dapat melaksanakan penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Aktawan, A. and Mufrodi, Z., 2017. Pembuatan Bioaditif Triacetin Dengan Katalis Padat Silica Alumina. *Jurnal Bahan Alam Terbarukan*, 5(2), pp.101-109.
- Arun, N., Sharma, R.V. and Dalai, A.K., 2015. Green diesel synthesis by hydrodeoxygenation of bio-based feedstocks: Strategies for catalyst design and development. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 48, pp.240-255.
- Aziz, I., Nurbayti, S. and Ulum, B., 2012. Pembuatan produk biodiesel dari minyak goreng bekas dengan cara esterifikasi dan transesterifikasi. *Jurnal Kimia VALENSI*, 2(3), pp.443-448.
- Birla, A., Singh, B., Upadhyay, S.N. and Sharma, Y.C., 2012. Kinetics studies of synthesis of biodiesel from waste frying oil using a heterogeneous catalyst derived from snail shell. *Bioresource Technology*, 106, pp.95-100.
- Farooq, M., Ramli, A. and Naeem, A., 2015. Biodiesel production from low FFA waste cooking oil using heterogeneous catalyst derived from chicken bones. *Renewable Energy*, 76, pp.362-368.
- Khiari, K., Awad, S., Loubar, K., Tarabet, L., Mahmoud, R. and Tazerout, M., 2016. Experimental investigation of pistacia lentiscus biodiesel as a fuel for direct injection diesel engine. *Energy Conversion and Management*, 108, pp.392-399.
- Kostić, M.D., Bazargan, A., Stamenković, O.S., Veljković, V.B. and McKay, G., 2016. Optimization and kinetics of sunflower oil methanolysis catalyzed by calcium oxide-based catalyst derived from palm kernel shell biochar. *Fuel*, 163, pp.304-313.
- Maneerung, T., Kawi, S., Dai, Y. and Wang, C.H., 2016. Sustainable biodiesel production via transesterification of waste cooking oil by using CaO catalysts prepared from chicken manure. *Energy Conversion and Management*, 123, pp.487-497.
- Pratigto, S., Istadi, I. and Wardhani, D.H., 2019. Karakterisasi Katalis CaO dan Uji Aktivitas pada Kinetika Reaksi Transesterifikasi Minyak Kedelai. *Metana*, 15(2), pp.57-64.
- Sánchez, M., Marchetti, J.M., El Boulifi, N., Aracil, J. and Martínez, M., 2015. Kinetics of Jojoba oil methanolysis using a waste from fish industry as catalyst. *Chemical engineering journal*, 262, pp.640-647.
- Sirisomboonchai, S., Abuduwayiti, M., Guan, G., Samart, C., Abliz, S., Hao, X., Kusakabe, K. and Abudula, A., 2015. Biodiesel production from waste cooking oil using calcined scallop shell as catalyst. *Energy Conversion and Management*, 95, pp.242-247.
- Tran, T.T.V., Kaiprommarat, S., Kongparakul, S., Reubroycharoen, P., Guan, G.,

- Nguyen, M.H. and Samart, C., 2016. Green biodiesel production from waste cooking oil using an environmentally benign acid catalyst. *Waste Management*, 52, pp.367-374.
- Wong, Y.C., Tan, Y.P., Taufiq-Yap, Y.H., Ramli, I. and Tee, H.S., 2015. Biodiesel production via transesterification of palm oil by using CaO–CeO₂ mixed oxide catalysts. *Fuel*, 162, pp.288-293.
- Yin, X., Duan, X., You, Q., Dai, C., Tan, Z. and Zhu, X., 2016. Biodiesel production from soybean oil deodorizer distillate using calcined duck eggshell as catalyst. *Energy Conversion and Management*, 112, pp.199-207.

INVESTIGASI SIFAT MAGNET DAN LUAS PERMUKAAN BENTONIT TERMAGNETISASI SEBAGAI ADSORBEN CEPAT PISAH

Investigation of Magnetic Properties and Surface Area of Magnetized Bentonite as Rapidly Separating Adsorbents

Dyah Ayu Pramoda Wardani ^{1*)}, Akhmad Damsyik ¹⁾, Karelius ¹⁾, Suyanta ²⁾, Dwi Siswanta ²⁾

¹⁾Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Palangka Raya, Kampus Tunjung Nyaho, 73111, Kalimantan Tengah, Indonesia.

²⁾Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Gadjah Mada, Kampus Bulak Sumur, DIY Yogyakarta, Indonesia.

^{1*)}e-mail: dayupwardani@mipa.upr.ac.id

DOI: 10.20527/jstk.v15i2.9726

Submitted: December 14, 2020; Revised version accepted for publication: July 23, 2021

Available online: August 9, 2021

ABSTRAK

Bentonit merupakan material alam yang memiliki kecenderungan yang tinggi membentuk koloid, bentonit dapat membentuk suspensi jika menyerap air karena ukuran partikelnya membesar hingga beberapa kali lipat. Hal ini akan menimbulkan kesulitan dalam proses pemisahannya dari fasa cair setelah proses adsorpsi. Tujuan penelitian ini adalah mensintesis bentonit dengan magnetit (Fe_3O_4) dengan metode kopresipitasi sebagai salah satu upaya untuk memaksimalkan kemampuan adsorpsi dan mengurangi kelemahan dalam pemisahan adsorben setelah proses adsorpsi. Hasil sintesis tersebut mengakibatkan bentonit termagnetisasi memiliki sifat kemagnetan. Karakteristik bentonit termagnetisasi diharapkan dapat memudahkan dan mempercepat proses pemisahan setelah dilakukan adsorpsi. Dalam studi ini dikaji sifat kemagnetan bentonit termagnetisasi menggunakan instrumen VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) dan dikaji luas permukaan bentonit teraktivasi dan bentonit termagnetisasi menggunakan SSA (*Surface Sorption Analyzer*) berdasarkan persamaan BET. Hasil penelitian menunjukkan bahwa analisis VSM memberikan nilai M_s pada Fe_3O_4 murni lebih besar 64 emu/g dibandingkan bentonit termagnetisasi 11 emu/g. Hasil analisis SSA menunjukkan luas permukaan spesifik dari material bentonit teraktivasi memiliki nilai 222 m^2/g dan bentonit termagnetisasi memiliki 138 m^2/g .

Kata Kunci: bentonit teraktivasi, bentonit termagnetisasi, sifat magnet, luas permukaan spesifik

ABSTRACT

*Bentonite is a natural material that has a high tendency to form colloids. Bentonite can form a suspension if it absorbs water because its particle size increases several times. This will cause difficulties in the separation process from the liquid phase after the adsorption process. Synthesis of bentonite with magnetite (Fe_3O_4) to become magnetized bentonite is an effort to maximize its function and reduce these weaknesses. This synthesis gave magnetic properties in the material. The characteristics of magnetized bentonite are expected to facilitate and accelerate the separation process after adsorption. In this study, the magnetic properties of magnetized bentonite were examined using a VSM (*Vibrating Sample Magnetometer*) instrument and studied the surface area using SSA (*Surface Sorption Analyzer*) based on the BET equation. The results showed that VSM analysis gave M_s value to pure Fe_3O_4 greater (64 emu / g) than magnetized bentonite (11 emu / g). The results of the SSA analysis showed the specific surface area of activated bentonite had value of 222 m^2/g and magnetized bentonite had value of 138 m^2/g .*

Keywords: activated bentonite, magnetized bentonite, magnetic properties, specific surface area

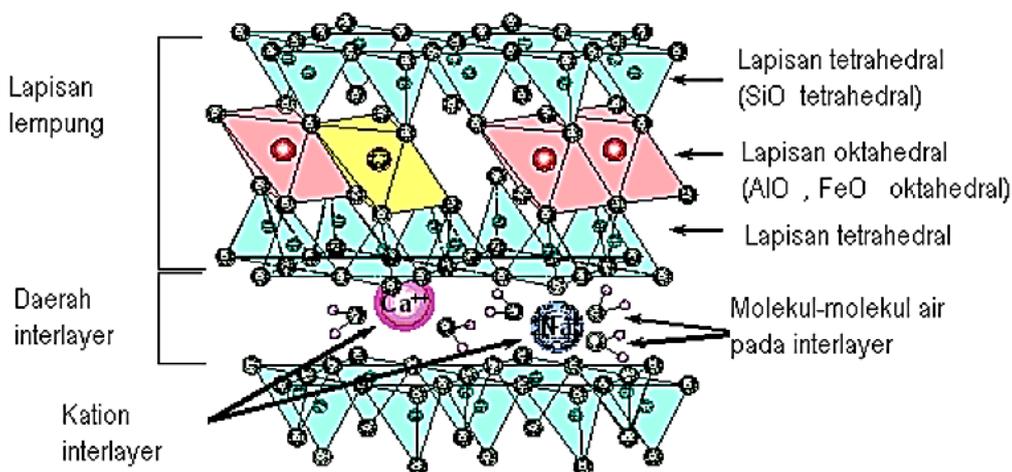
PENDAHULUAN

Bahan alam yang layak digunakan sebagai bahan penjerap yang ekonomis salah satunya adalah bentonit. Bentonit merupakan material alam di Indonesia yang melimpah dan harganya murah. Bentonit di Indonesia yang merupakan aset potensial dapat ditemukan di beberapa lokasi seperti di Pulau Jawa dan Sumatera, dan sebagian berada di Pulau Kalimantan dan Sulawesi dengan jumlah lebih dari 380 ton (Syuhada dkk., 2009).

Bentonit merupakan material alam yang memiliki kecenderungan yang tinggi membentuk koloid, bentonit dapat membentuk suspensi jika menyerap air karena ukuran partikelnya membesar hingga beberapa kali lipat. Hal ini akan menimbulkan kesulitan dalam proses pemisahannya dari fasa cair setelah proses adsorpsi (Hamsah, 2007). Salah satu upaya untuk mengurangi kelemahan bentonit dalam pemisahan setelah proses adsorpsi dan untuk meningkatkan kemampuan adsorpsinya adalah sintesis bentonit dengan magnetit

(Fe_3O_4) menggunakan metode kopresipitasi. Hasil sintesis bentonit dengan magnetit (Fe_3O_4) akan menghasilkan sifat kemagnetan pada ruang antar lapis bentonit. Karakteristik bentonit termagnetisasi diharapkan dapat memudahkan dan mempercepat proses pemisahan setelah dilakukan adsorpsi menggunakan medan magnet eksternal dan dapat meningkatkan sifat adsorpsi yang lebih baik (Oliveira dkk., 2003).

Mineral khas yang terkandung dalam bentonit adalah monmorilonit. Monmorilonit memiliki konfigurasi struktur 2:1 yang terdiri dari dua silikon oksida tetrahedral dan satu aluminium oksida oktahedral. Atom silikon di ujung struktur mengikat empat atom oksigen pada struktur tetrahedral, terkadang tiga ikatan aluminium menggantikan empat ikatan silikon. Atom aluminium berkoordinasi dengan enam atom oksigen atau gugus-gugus hidroksil yang berlokasi pada ujung oktahedron (Syuhada dkk., 2009). Al^{3+} dapat disubstitusi oleh Fe^{2+} , Mg^{2+} , Zn^{2+} , Li^+ , Ni^+ , dan kation lainnya.



Gambar 1. Struktur Monmorilonit (Alemdar dkk., 2005)

Air atau molekul lain dapat masuk ke dalam lapisan monmorilonit dikarenakan adanya atom-atom yang terikat pada setiap lapisan struktur Hal ini menyebabkan pergeseran kisi yang semakin besar ke arah vertikal. Atom Al yang dapat menggantikan atom Si menyebabkan adanya muatan negatif yang tersebar pada permukaan bentonit. Muatan negatif pada permukaan bentonit disebut sebagai situs aktif (*active site*) dimana situs aktif dapat mengikat kation dari senyawa logam atau senyawa-senyawa organik.

Muatan negatif pada permukaan lapisan bentonit juga disebabkan oleh adanya substitusi Al^{3+} dengan Mg^{2+} pada lapisan oktahedral dan substitusi Si^{4+} dengan Al^{3+} pada lapisan tetrahedral. Substitusi tersebut dikenal sebagai substitusi isomorfik, yaitu proses penggantian kation dengan kation lain tetapi susunan kristalnya tidak akan berubah. Beberapa kation penyeimbang seperti K^+ , Na^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} dan kation lainnya yang terdapat pada ruang antar lapis monmorilonit penyusun bentonit mampu menetralkan muatan negatif yang ada (Bhattacharyya dan Gupta, 2008).

Koyuncu (2008) telah membuktikan bahwa luas permukaan spesifik bentonit dapat ditingkatkan menggunakan larutan asam HCl, dimana sebelum aktivasi luas permukaan bentonit adalah $71,95 \text{ m}^2/\text{g}$ dan setelah aktivasi menjadi $109,80 \text{ m}^2/\text{g}$. Hal ini juga membuktikan peningkatkan kapasitas adsorpsi terhadap kontaminan organik

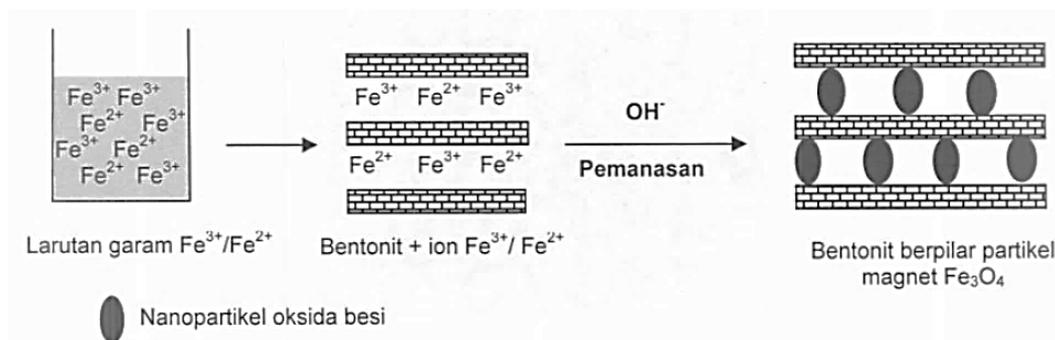
berupa 3-hidroksibenzaldehida sampai dengan dua kali lipatnya. Konsentrasi optimum HCl yang digunakan untuk aktivasi bentonit pernah dikaji dengan variasi konsentrasi 2, 3, dan 5 M. Konsentrasi HCl 2 M mampu menghilangkan pengotor pada ruang antar lapis bentonit tanpa merusak kristalinitas khas dari monmorilonit sebagai Kristal pembentuk bentonit. Bentonit teraktivasi ini sangat baik digunakan untuk sintesis bentonit termagnetisasi (Wardani, 2017).

Sintesis magnetit (Fe_3O_4) dengan metode kopresipitasi juga telah dilakukan dengan menggunakan $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ sebagai precursor ion *ferro* (Fe^{2+}) dan $\text{FeCl}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ sebagai prekursor ion *ferri* (Fe^{3+}) dengan perbandingan rasio optimum $\text{Fe}^{2+}:\text{Fe}^{3+}$ adalah 1:2, dan pembentukan magnetit optimum terjadi pada temperatur $85 \text{ }^\circ\text{C}$ (Wardani, 2017).

Faktor-faktor yang mempengaruhi proses pembuatan bentonit berpilar ini adalah jumlah spesies kation, prekursor, derajat hidrolisis, suhu reaksi, kecepatan penambahan reaktan dan kondisi penuaan larutan terhidrolisis (Laperche dan Bigham, 2002). Gambar 2 adalah ilustrasi pembuatan nanokomposit magnet oksida besi–bentonit dengan prekursor garam besi Fe(III)/Fe(II) .

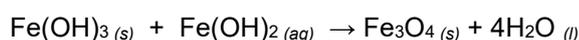
Menurut Fisli dan Yusuf (2010) pada tahap modifikasi, magnetit dibentuk pada ruang antar lapis bentonit dengan menggunakan prekursor Fe^{2+} dan Fe^{3+} serta larutan pengendap berupa NH_4OH sampai

pada pH 10. Kenaikan pH ketika ditambahkan NH_4OH menyebabkan konsentrasi basa menjadi berlebih sehingga reaksi hidrolisis Fe(II) maupun Fe(III) menghasilkan pembentukan endapan.

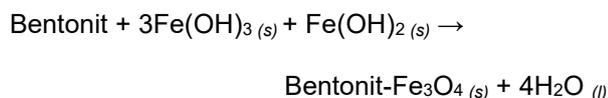


Gambar 2. Ilustrasi pilarisasi bentonit dengan partikel magnetik (Fisli dan Yusuf, 2010)

Spesies hidroksida besi yang terbentuk inilah yang akan berperan membentuk padatan magnetit dan terdistribusi pada ruang antar lapis bentonit. Selanjutnya, padatan yang diperoleh dipanaskan untuk mendehidrasi molekul air sehingga terbentuk spesies magnetit. Perkiraan reaksi sintesis magnetit yaitu:

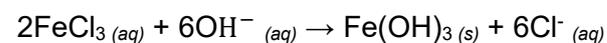
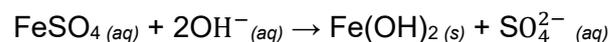


Perkiraan reaksi sintesis pembentukan magnetit pada ruang antar lapis bentonit:



Elektron spin tidak berpasangan dalam magnetit menghasilkan sifat kemagnetan pada magnetit. Momen magnetik yang dihasilkan dari setiap elektron spin tidak berpasangan ini menyebabkan resultan momen magnetik pada suatu atom menjadi lebih besar (Jeong dkk., 2005). Sebagian besar atom membentuk kelompok-kelompok yang sejajar dikarenakan adanya interaksi

Perkiraan reaksi yang akan terjadi adalah sebagai berikut:



medan magnet tiap atom yang kuat dengan atom tetangganya.

Stepova (2009) melaporkan bahwa dengan adanya deposisi besi oksida ke dalam bentonit dapat meningkatkan luas permukaan dan kemampuan adsorpsi bentonit termodifikasi magnetit terhadap H_2S semakin meningkat. Kemampuan adsorpsi Hg(II) meningkat hingga dua kali lipat setelah bentonit dimodifikasi dengan partikel magnet dan bentonit termodifikasi magnetit terpisah dari dalam larutan setelah 5 menit dengan bantuan medan magnet eksternal (Agnestisia dkk., 2017). Bentonit alam dapat dikombinasikan dengan magnetik oksida besi menjadi suatu komposit yang digunakan sebagai adsorben dengan kemampuan adsorpsi yang baik pada logam Ni^{2+} , Cd^{2+} , Cu^{2+} , dan Zn^{2+} (Oliveira dkk., 2003). Bentonit termodifikasi magnetit telah disintesis oleh beberapa peneliti sebelumnya diantaranya Agnestisia dkk. (2017) yang diaplikasikan untuk adsorpsi Hg(II), kemudian Sunarsih (2017) yang diaplikasikan untuk adsorpsi

Zn(II) dan Mn(II), Mufidayanti (2016) untuk adsorpsi Cr(III) dan Wardani (2017) untuk adsorpsi Cd(II) dan Cr(III). Bentonit termagnetisasi disintesis dari bentonit yang telah diaktivasi asam menggunakan HCl 2 M. Sintesis bentonit termagnetisasi memiliki komposisi optimum dengan rasio $Fe^{2+}:Fe^{3+}$ adalah 1:2 dengan temperatur optimum pada 85 °C (Wardani, 2017).

Pada penelitian ini akan dikaji mengenai investigasi sifat magnet dan luas permukaan dari bentonit termagnetisasi yang dibandingkan dengan luas permukaan dari bentonit teraktivasi. Investigasi sifat magnet dilakukan dengan menggunakan *Vibration Sample Magnetometer* (VSM) dan luas permukaan menggunakan *Surface Sorption Analyzer* (SSA).

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah *Vibrating Sample Magnetometer* 250 (VSM), *Surface Sorption Analyzer* (SSA) dan peralatan gelas. Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah bentonit, bahan-bahan lain dengan kualitas pro analisis produksi E-Merck yaitu $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, $FeSO_4 \cdot 7H_2O$, HCl 37%, $AgNO_3$, NH_4OH , akuabides dari CV. Progo Mulyo, dan kertas Whatman 42 μ .

Prosedur Penelitian

Tahapan-tahapan yang dilakukan pada penelitian ini, yaitu: (1) Pembersihan sampel, (2) Bentonit teraktivasi HCl, dan (3) Sintesis

bentonit termagnetisasi. Prosedur penelitian diuraikan sebagai berikut:

Pembersihan sampel

Bentonit dicuci dengan air untuk membersihkannya dari pengotor kasar, kemudian selama 3 jam dioven pada temperatur 70 °C. Selanjutnya bentonit digerus dan diayak hingga lolos 100 mesh.

Bentonit teraktivasi HCl

Bentonit yang sudah lolos 100 mesh ditimbang sebanyak 50 g, kemudian dicampurkan dengan 250 mL larutan HCl 2 M dipanaskan selama 3 jam pada temperatur 105 °C. Setelah itu, campuran disaring dan dicuci dengan akuabides hingga kadar klorinya berkurang, dengan cara meneteskan larutan $AgNO_3$ 0,1 M pada filtrat sisa saring. Padatan berwarna putih yang dihasilkan dikeringkan pada temperatur 75 °C dengan menggunakan oven selama 48 jam. Bentonit teraktivasi yang kering kemudian digerus dan diayak hingga lolos 200 mesh (Wardani, 2017). Bentonit teraktivasi dikarakterisasi luas permukaan spesifiknya dengan SSA berdasarkan persamaan BET.

Sintesis bentonit termagnetisasi

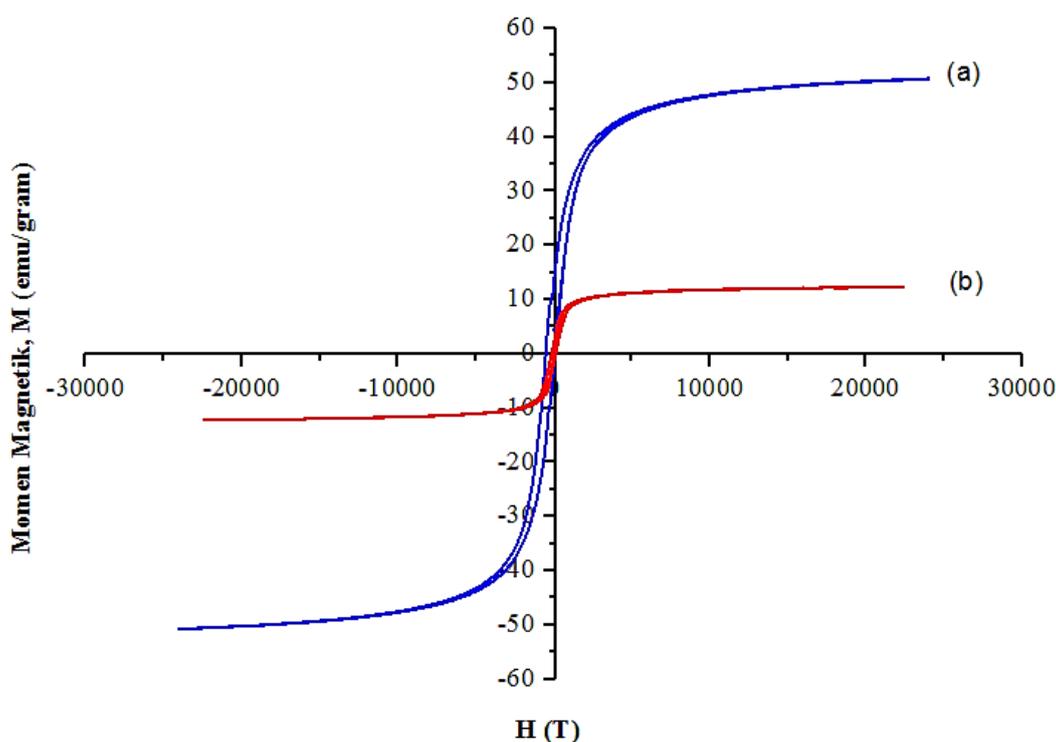
100 mL larutan $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dibuat dengan konsentrasi 0,025 M dan 100 mL larutan $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ dibuat dengan konsentrasi 0,05 M. Sebanyak 2 g bentonit teraktivasi dicampurkan dengan 100 mL masing-masing larutan $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ dan

$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ di dalam gelas beker. Sintesis ini dilakukan pada temperatur 85 °C dan diaduk selama 1 jam, kemudian larutan NH_4OH 1,3 M diteteskan kedalam campuran sehingga pH 11 dan terbentuk endapan coklat-kehitaman. Setelah proses sintesis, campuran tersebut dibiarkan kurang lebih 2 jam untuk menurunkan temperaturnya dan memastikan sintesis yang terjadi sudah sempurna. Endapan bentonit termagnetisasi dipisahkan dan dicuci dengan akuabides hingga pH 7 (netral), kemudian dikeringkan selama 4 jam pada suhu 75 °C dengan oven. Bentonit termagnetisasi yang telah kering digerus sampai terbentuk bubuk halus. Bentonit termagnetisasi dikarakterisasi menggunakan SSA dan VSM.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Investigasi Sifat Magnet Bentonit Termagnetisasi

Salah satu karakteristik oksida besi jenis magnetit adalah memiliki sifat kemagnetan. Apabila ada pengaruh medan magnet yang lebih kuat maka magnetit tersebut akan tertarik. Hal ini diuji dengan menggunakan analisis *Vibrating Sampel Magnetometer* (VSM) dan dengan menarik bentonit termagnetisasi dengan medan magnet eksternal. Prinsip analisis VSM adalah memberikan medan magnet eksternal untuk menghasilkan momen magnet pada sampel yang dianalisis. Besarnya momen magnet yang dihasilkan oleh suatu material menunjukkan bahwa material tersebut lebih tertarik oleh magnet. Hasil analisis kemagnetan material bentonit termagnetisasi menggunakan VSM diperoleh kurva yang tersaji pada Gambar 3.



Gambar 3. Kurva magnetisasi material magnetit (a) Fe_3O_4 murni dan (b) bentonit termagnetisasi

Pada kurva magnetisasi terdapat urutan balik (*loop*) yang hampir simetri. Luasan *loop* menunjukkan besarnya energi yang dibutuhkan untuk magnetisasi. Luasan *loop* dibandingkan antara Fe_3O_4 murni dengan bentonit termagnetisasi. Gambar 3(a) memiliki *loop* sementara Gambar 3(b) tidak memiliki *loop*. *Loop* pada Gambar 3(a) menunjukkan bahwa Fe_3O_4 tidak memiliki sifat superparamagnetik, hal ini terjadi disebabkan karena Fe_3O_4 mengalami aglomerasi sehingga ukuran partikelnya menjadi lebih besar (>25 nm). Gambar 3(b) tidak memiliki *loop*, menunjukkan bahwa bentonit termagnetisasi memiliki sifat superparamagnetik dan memiliki ukuran <25 nm, hal ini terjadi disebabkan karena magnetit terdistribusi ke dalam lapisan bentonit.

Kurva histeresis memberikan informasi mengenai M_s (medan saturasi) untuk setiap material. M_s menunjukkan titik jenuh suatu material bila dikenakan medan magnet eksternal. Peningkatan kuat medan yang dikenakan pada suatu material mengakibatkan terjadinya perubahan momen magnet sampai mencapai titik jenuh. Kekuatan magnet dari magnetit (Fe_3O_4 murni) jauh lebih besar dibandingkan komposit magnetit. Sifat kemagnetan (M_s) Fe_3O_4 murni adalah 64 (emu/g) dan bentonit termagnetisasi adalah 11 emu/g.

Nilai M_s pada Fe_3O_4 murni lebih besar dibandingkan bentonit termagnetisasi, hal ini menandakan bahwa proses pembentukan

komposit dengan material lain dapat mempengaruhi sifat kemagnetan dari Fe_3O_4 murni. Kemungkinan yang terjadi adalah ketika magnetit dikompositkan ke dalam ruang antar lapis bentonit yang memiliki struktur aluminosilikat dapat menutupi permukaan Fe_3O_4 sehingga situs aktif Fe_3O_4 akan terhalang dan karena daya tariknya melemah maka Fe_3O_4 sulit bergerak mendekati medan magnet eksternal. Bentonit termagnetisasi memiliki sifat kemagnetan yang rendah, akan tetapi komposit tersebut masih dapat ditarik oleh medan magnet eksternal dan dapat dipisahkan dari larutan.

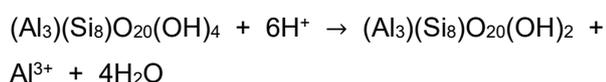
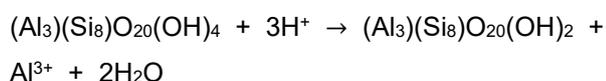
Investigasi Luas Permukaan Bentonit Teraktivasi dan Bentonit Termagnetisasi

Bentonit dapat ditingkatkan kemampuan adsorpsinya dengan pemurnian dan aktivasi. Sebelum tahap aktivasi, bentonit dibersihkan untuk menghilangkan pengotor kasar kemudian dikeringkan selama 3 jam pada temperatur 70°C bertujuan untuk mengurangi kadar air yang terdapat pada ruang antar lapis bentonit. Kemudian untuk mendapatkan ukuran yang seragam, bentonit digerus dan diayak hingga lolos ayakan 100 mesh.

Bentonit diaktivasi dengan menggunakan larutan HCl 2 M. Penggunaan larutan asam ditujukan untuk memperbaiki karakteristik permukaan bentonit yang digunakan sebagai adsorben. Aktivasi bentonit ini menghilangkan pengotor dalam pori bentonit sehingga diharapkan pori pada ruang antar lapis bentonit lebih terbuka

sehingga meningkatkan luas permukaan spesifik pori dan situs aktifnya. Larutan HCl mampu melarutkan senyawa yang bersifat anorganik dan dapat menjadi sumber ion hidrogen (H^+) yang dapat didonorkan untuk mengimbangi situs aktif pada ruang antar lapis bentonit. Proses aktivasi dimaksudkan untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang ada pada permukaan bentonit berupa garam-garam Ca dan Mg. Pengotor yang larut dalam fasa cair, seperti kation K^+ , Mg^{2+} , Na^+ , dan Ca^{2+} yang ada pada ruang antar lapis bentonit bertukar dengan ion hidrogen (H^+) dari larutan HCl. Filtrat yang dihasilkan dari proses aktivasi bentonit dengan larutan HCl berwarna kuning kehijauan, hal ini mengindikasikan adanya kation pengotor yang larut. Setelah dicuci dan dikeringkan didapatkan padatan bentonit teraktivasi yang berwarna putih.

Proses dealuminasi dapat terjadi jika konsentrasi H^+ yang digunakan cukup tinggi. Dealuminasi adalah peristiwa terlepasnya Al dari struktur bentonit. Reaksi yang terjadi pada proses dealuminasi dalam bentonit dituliskan pada persamaan kimia berikut ini:



Analisis *Surface Sorption Analyzer* (SSA) berdasarkan persamaan BET bertujuan untuk mengkaji luas permukaan spesifik bentonit, bentonit teraktivasi dan bentonit termagnetisasi. Informasi luas permukaan spesifik dibutuhkan untuk

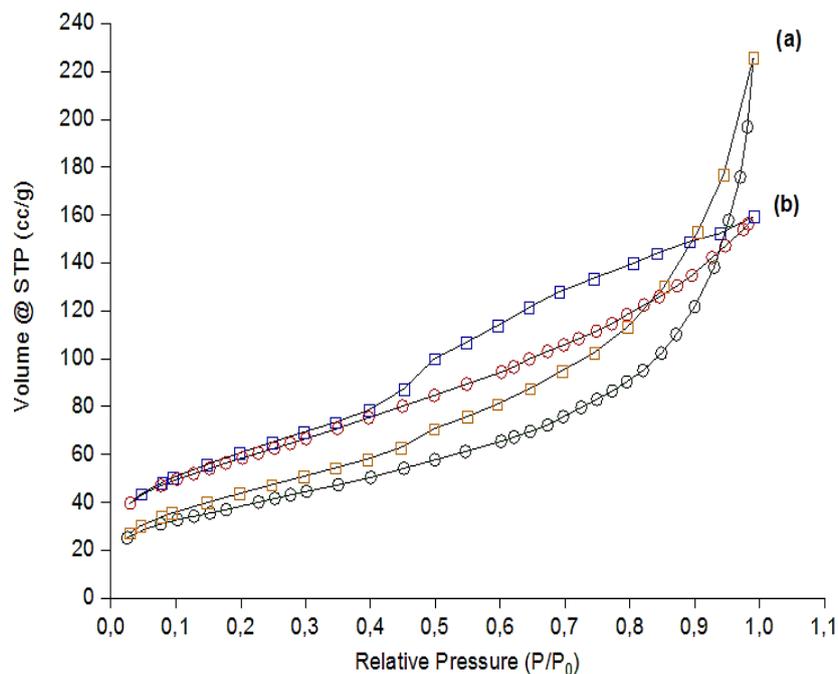
membuktikan masuknya partikel magnetit ke dalam struktur bentonit. Hasil menunjukkan bahwa bentonit memiliki luas permukaan spesifik $12 \text{ m}^2/\text{g}$ sementara bentonit teraktivasi memiliki luas permukaan spesifik $222 \text{ m}^2/\text{g}$. Bentonit termagnetisasi memiliki luas permukaan spesifik sebesar $138 \text{ m}^2/\text{g}$, lebih kecil bila dibandingkan dengan bentonit teraktivasi. Kecilnya luas permukaan spesifik bentonit termagnetisasi menunjukkan bahwa pada ruang antar lapis bentonit telah terbentuk partikel magnetit. Pembentukan magnetit menyebabkan penambahan partikel dari kation-kation yang menempati ruang pada ruang antar lapis bentonit. Penurunan luas permukaan tersebut terjadi karena distribusi magnetit yang tidak merata, sebagian partikel masuk ke dalam ruang antar lapis bentonit dan sebagian berada pada permukaan bentonit.

Penentuan total luas permukaan dan struktur pori suatu padatan bisa dilakukan dengan adsorpsi nitrogen yang merupakan adsorpsi fisik dalam metode BET. Syarat penggunaan persamaan BET harus untuk isotherm adsorpsi yang memiliki nilai P/P_0 antara 0,05 sampai 0,3. Gambar 4 menunjukkan isotherm adsorpsi dan desorpsi nitrogen pada bentonit teraktivasi dan bentonit termagnetisasi. Gambar 4 (a) dan (b) adalah grafik jumlah adsorpsi dan desorpsi nitrogen terhadap tekanan relatif (P/P_0). Pola serupa pada Gambar 4 (a) dan (b) menunjukkan bahwa pertama, pada tekanan relatif (P/P_0) rendah terjadi kenaikan adsorpsi dan desorpsi secara cepat. Kedua, pada pertengahan naik perlahan. Ketiga, naik

lagi dengan cepat pada tekanan relatif (P/P_0) mendekati satu. Fenomena pertama terjadi karena interaksi antara molekul gas yang teradsorpsi dengan gas yang berenergi pada permukaan padatan. Pada tahap ini telah terbentuk lapisan tunggal. Fenomena kedua menunjukkan adanya lapisan berlapis (multilayer) yang terbentuk dan pada fenomena ketiga, terjadi kondensasi molekul gas yang teradsorpsi, selain itu juga terlihat adanya *loop* histeresis pada daerah pertengahan.

Isoterm adsorpsi yang ditunjukkan pada Gambar 4(a) dan (b) merupakan isoterm

adsorpsi tipe IV. Isoterm adsorpsi tipe IV adalah jenis adsorpsi pada padatan dengan ukuran pori 2-50 nm yang dikategorikan sebagai padatan berpori meso. Efek pembatasan jumlah lapisan pada pori permukaan padatan suatu adsorbat menyebabkan terjadinya kondensasi kapiler. Kondensasi kapiler ini menyebabkan terbentuknya histeresis pada tekanan relatif yang hampir sama dari 0,55 sampai 0,8. Hal ini menandakan adanya distribusi ukuran pori yang hampir serupa yaitu sekitar 3-6 nm.



Gambar 4. Isoterm adsorpsi dan desorpsi nitrogen (a) bentonit termagnetisasi dan (b) bentonit teraktivasi

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, dapat diambil kesimpulan bahwa hasil investigasi sifat magnet bentonit termagnetisasi memberikan nilai M_s sebesar 11 emu/g, sementara nilai M_s Fe_3O_4 murni adalah 64

emu/g. Hasil investigasi luas permukaan bentonit teraktivasi adalah $222 \text{ m}^2/\text{g}$ dan bentonit termagnetisasi asal adalah $138 \text{ m}^2/\text{g}$.

UCAPAN TERIMAKASIH

Ucapan terima kasih kami haturkan kepada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Palangka Raya yang telah menjadi penyelenggara hibah penelitian dan pengabdian kepada masyarakat pada Tahun 2020 dan Laboratorium Pendidikan Kimia Universitas Palangka Raya yang menyediakan sarana untuk melaksanakan penelitian.

DAFTAR PUSTAKA

- Agnestisia, R., Narsito, N. and Suyanta, S., Bentonit Termodifikasi Magnetit Dan Aplikasinya Sebagai Adsorben Hg (II). *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 10(1), pp.8-25.
- Alemdar, A., Öztekin, N., Erim, F.B., Ece, Ö.I. and Güngör, N., 2005. Effects of polyethyleneimine adsorption on rheology of bentonite suspensions. *Bulletin of Materials Science*, 28(3), pp.287-291.
- Alshameri, A., Abood, A.R., Yan, C. and Muhammad, A.M., 2014. Characteristics, modification and environmental application of Yemen's natural bentonite. *Arabian Journal of Geosciences*, 7(3), pp.841-853.
- Benguella, B. and Yacouta-Nour, A., 2009. Adsorption of bezanyl red and nylomine green from aqueous solutions by natural and acid-activated bentonite. *Desalination*, 235(1-3), pp.276-292.
- Bhattacharyya, K.G. and Gupta, S.S., 2008. Adsorption of a few heavy metals on natural and modified kaolinite and montmorillonite: a review. *Advances in colloid and interface science*, 140(2), pp.114-131.
- Chirita, M., Grozescu, I., Taubert, L., Radulescu, H. and Princz, E., 2009. Fe₂O₃-nanoparticles, physical properties and their photochemical and photoelectrochemical applications. *Chem. Bull*, 54(68), pp.1-8.
- Gnanaprakash, G., Ayyappan, S., Jayakumar, T., Philip, J. and Raj, B., 2006. Magnetic nanoparticles with enhanced γ -Fe₂O₃ to α -Fe₂O₃ phase transition temperature. *Nanotechnology*, 17(23), p.5851.
- Hajjaji, M. and El Arfaoui, H., 2009. Adsorption of methylene blue and zinc ions on raw and acid-activated bentonite from Morocco. *Applied Clay Science*, 46(4), pp.418-421.
- Hamsah, D., 2007. Pembuatan. *Pencirian dan Uji Aplikasi Nanokomposit Berbasis Montmorilonit dan Besi Oksida, Skripsi, FMIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor*.
- Harris, L.A., 2002. *Polymer stabilized magnetite nanoparticles and poly(propylene oxide) modified styrene-dimethacrylate networks*. Virginia Polytechnic Institute and State University..
- Koyuncu, H., 2008. Adsorption kinetics of 3-hydroxybenzaldehyde on native and activated bentonite. *Applied Clay Science*, 38(3-4), pp.279-287.
- Luckham, P.F. and Rossi, S., 1999. The colloidal and rheological properties of bentonite suspensions. *Advances in colloid and interface science*, 82(1-3), pp.43-92.
- Moskowitz, B.M., 1991, June. Hitchhiker's guide to magnetism. In *Environmental Magnetism Workshop (IRM)* (Vol. 279, No. 1, p. 48). Univ. of Minn., Minneapolis, Minn: Inst. for Rock Magnetism.
- Oliveira, L.C., Rios, R.V., Fabris, J.D., Sapag, K., Garg, V.K. and Lago, R.M., 2003. Clay-iron oxide magnetic composites for the adsorption of contaminants in water. *Applied Clay Science*, 22(4), pp.169-177.

- Wardani, D. A. P., Suyanta, dan Siswanta, D.. 2017. *Bentonit Termagnetisasi sebagai Adsorben Cepat Pisah pada Adsorpsi Ion Logam Cd(II) dan Cr(III)*. Tesis Program Pascasarjana. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam. Universitas Gadjah Mada. Yogyakarta.
- Stepova, K.V., Maquarrie, D.J. and Krip, I.M., 2009. Modified bentonites as adsorbents of hydrogen sulfide gases. *Applied Clay Science*, 42(3-4), pp.625-628.
- Suyanta, S., Eko Sri, K., Muhamad, M., Citra, P., and Dian, P. 2014. Comparative Study Of Methods In The Synthesis Of Magnetite (Fe_3O_4), In, *Proceeding of International Conference On Research, Implementation And Education Of Mathematics And Sciences 2014*. UNY. Yogyakarta.
- Syuhada, S., Wijaya, R., Jayatin, J. and Rohman, S., 2009. Modifikasi bentonit (clay) menjadi organoclay dengan penambahan surfaktan. *Jurnal Nanosains & Nanoteknologi*, 2(1), pp.48-51..

ESTERIFIKASI GLISEROL MENJADI TRIBUTIRIN MENGUNAKAN 4-(N,N-DIMETILAMINO)-PIRIDINA (DMAP) SEBAGAI KATALIS

Esterification of Glycerol Produce Tributyrine using 4-(N,N-Dimethylamino)-Pyridine (DMAP) as Catalyst

Kamilia Mustikasari¹⁾, Maulisa Rahmah¹⁾, Devia Salastiansyah Elwaty¹⁾, Edi Mikrianto¹⁾,
Maria Dewi Astuti¹⁾, Radna Nurmasari¹⁾

¹⁾Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Lambung Mangkurat
Jl. A. Yani Km.35,8 Banjarbaru 70714

¹⁾e-mail: kmustikasari@ulm.ac.id

DOI: 10.20527/jstk.v15i2.9775

Submitted: December 19, 2020; Revised version accepted for publication: July 23, 2021

Available online: August 9, 2021

ABSTRAK

Penelitian tentang sintesis tributirin menggunakan DMAP telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi perbandingan mol antara gliserol: butanoil klorida dan variasi DMAP terhadap reaksi esterifikasi antara gliserol dan butanoil klorida. Variasi perbandingan mol gliserol: butanoil klorida yang digunakan 1: 5; 1: 7; 1: 9; dan 1:11, sedangkan variasi DMAP yang ditambahkan adalah 0; 3,75; 5; dan 6,25%. Perbandingan rasio mol gliserol: butanoil klorida menggunakan katalis DMAP optimal pada 1: 3, dengan tributirin yang dihasilkan sebesar 55,23% (% GC). Semakin besar perbandingan mol gliserol: butanoil klorida yang ditambahkan, semakin kecil tributirin yang dihasilkan. Begitu juga dengan penambahan DMAP, semakin besar DMAP yang ditambahkan maka semakin kecil tributirin yang dihasilkan.

Kata Kunci: tributirin, gliserol, DMAP.

ABSTRACT

Research on the synthesis of tributyrin using DMAP has been done. The aims of this study to determine the effect of variation in the mole ratio between glycerol:butanoyl chloride and the effect of adding DMAP to the esterification reaction between glycerol and butanoyl chloride. Variation of the mole ratio of glycerol:butanoyl chloride used 1:5; 1:7; 1:9; and 1:11, while the DMAP variations added are 0; 3.75; 5; and 6.25%. Comparison of the mole ratio of glycerol:butanoyl chloride using optimal DMAP catalyst at 1:3, with tributyrin produced at 55.23% (%GC). The greater the mol ratio of glycerol:butanoyl chloride is added, the smaller tributyrin produced. Likewise with the addition of the DMAP, the greater the DMAP is added, the smaller the tributyrin produced.

Keywords: tributyrin, glycerol, DMAP.

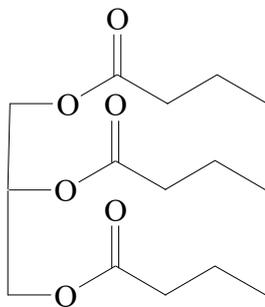
PENDAHULUAN

Gliserol merupakan senyawa polialkohol yang dapat diperoleh dari hasil samping pembuatan biodiesel, yakni sekitar

10% dari berat biodiesel (Anand dan Saxena, 2011). Dengan kata lain, dari 105 juta galon biodiesel produksi AS pada Januari 2016 dihasilkan 10,5 juta galon gliserol. Jumlah gliserol ini meningkat sampai 15,6 juta galon

pada Juni 2018 (U.S.Department of Energy Washington, 2018). Jumlah gliserol tersebut terus meningkat seiring meningkatnya produksi biodiesel, sehingga kelebihan gliserol mentah dari produksi biodiesel akan menurunkan harga gliserol (Kerr *et al.*, 2007). Oleh karena itu, pengembangan proses berkelanjutan untuk memanfaatkan gliserol sangat penting.

Gliserol dapat mengalami esterifikasi menghasilkan senyawa ester, salah satunya adalah gliserol tributiril (tributirin). Tributirin sering digunakan dalam pembuatan flavour, kosmetik, fragrans untuk parfum dan emulsifier dalam industri makanan (Tittabut & Trakampurk, 2008). Selain itu, tributirin juga berpotensi digunakan sebagai kandidat obat kanker, khususnya kanker kolon (Yan *et al.*, 2003; Perron *et al.*, 2008). Struktur tributirin seperti terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Senyawa tributirin

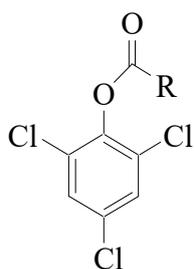
Tributirin dapat disintesis dari reaksi alkohol, dalam hal ini gliserol dengan asam karboksilat yakni asam butanoat, seperti yang dilakukan oleh Weatherby *et al.* (1925). Tetapi, karena tanpa menggunakan katalis, meskipun asam butanoat yang digunakan berlebih, waktu reaksi yang diperlukan sangat lama yakni selama 60 jam. Hal ini diduga karena asam butanoat kurang reaktif,

sehingga diperlukan katalis. Patil *et al.* (2014) berhasil mensintesis tributirin dengan mereaksikan antara gliserol dan asam butanoat menggunakan katalis enzim lipozom dengan variasi rasio molar gliserol terhadap asam butirat. Konversi terbesar tributirin yang dihasilkan sebesar 97,46% (GC) diperoleh pada rasio mol gliserol:asam butanoat (1:5), suhu 100°C, kecepatan pengadukan 1000 rpm selama 2 jam. Kaur *et al.* (2015) mempelajari sintesis tributirin dengan mereaksikan antara gliserol dan asam butanoat menggunakan katalis besi sulfat oksida, diperoleh nilai konversi asam sebesar 82,8%, akan tetapi masih merupakan campuran antara mono-, di- dan tributirin serta anhidrida O-asetilmalat sebagai produk samping. Oleh karena itu, Kaur *et al.* (2016) kembali mempelajari sintesis tributirin dengan katalis yang sama tetapi dengan variasi jumlah katalis dan rasio mol gliserol terhadap asam butanoat. Konversi terbesar tributirin yang dihasilkan sebesar 77,9% (GC) diperoleh pada konsentrasi katalis 12 g/L, rasio mol gliserol:asam butanoat (2:6), diaduk dengan kecepatan 500 rpm selama 6 jam pada suhu 175°C.

Selain menggunakan asam karboksilat, turunan asam karboksilat yang lebih reaktif yakni halida asam juga dapat digunakan dalam reaksi esterifikasi. Zhigang *et al.* (2014) mereaksikan gliserol: butanoil klorida: trietil amina dengan rasio 1: (3-3.3): 3.3 selama 3 jam pada suhu ruang, menghasilkan tributirin sebesar 80,25 – 83,76% (GC). Meskipun halida asam sangat

reaktif, akan tetapi diduga gliserol mempunyai halangan sterik, sehingga tributirin yang dihasilkan belum optimal.

Menurut Liu *et al.* (2014) DMAP (*N,N*-dimetilaminopiridina) dapat meningkatkan rendemen ester (2,4,6)-triklorofenoat. Ester tersebut diperoleh dari hasil reaksi alkohol *inert* dengan halida asam dalam pelarut toluene, pada suhu 110°C. Jika tanpa katalis DMAP, ester (2,4,6)-triklorofenoat (Gambar 2) yang dihasilkan hanya sebesar 20-30%, sedangkan dengan adanya katalis, mampu meningkatkan hasil hingga 95-97%. Oleh karena itu, pada paper ini dilaporkan tentang pengaruh variasi mol gliserol:butanoil klorida dan variasi DMAP pada sintesis tributirin.



- a. R = Ph
b. R = *t*Bu

Gambar 2. (2,4,6)-Triklorofenoat

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini meliputi GC-MS merk Shimadzu Tipe QP2010S, *magnetic stirrer* dan *hot plate* merk Cimarec, neraca analitik merk Ohaus, seperangkat alat-alat gelas dan alat refluks.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi gliserol (Merck, 1.04094), butanoil klorida (Sigma-aldrich), DMAP (Sigma-aldrich), *n*-heksana (Merck, 1.04374.2500), etil asetat (Merck,

1.09623.2500), akuades, dan toluena (Merck, 1.08325.2500).

Prosedur Penelitian

Sintesis tributirin dengan variasi mol gliserol terhadap butanoil klorida

Sintesis tributirin dilakukan dengan mengadopsi metode sintesis α -monolaurin yang dimodifikasi (Widiyarti & Hanafi, 2008). Gliserol dan butanoil klorida (1:3) dilarutkan dalam toluena, kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga, serta ditambahkan katalis DMAP dengan konsentrasi 3,75%. Campuran kemudian direfluks selama 30 menit pada suhu 110°C, diuapkan dengan *rotary evaporator*, dan dianalisis dengan GC-MS. Metode yang sama dilakukan dengan variasi perbandingan mol gliserol terhadap butanoil klorida (1:5; 1:7; 1:9; dan 1:11).

Sintesis tributirin dengan variasi katalis DMAP

Sintesis tributirin dilakukan dengan mengadopsi metode sintesis α -monolaurin yang dimodifikasi (Widiyarti & Hanafi, 2008). Gliserol dan butanoil klorida (1:3) dilarutkan dalam toluene, kemudian dimasukkan ke dalam labu leher tiga, serta ditambahkan katalis DMAP dengan konsentrasi 2,5%. Campuran kemudian direfluks selama 30 menit pada temperatur 110°C diuapkan dengan *rotary evaporator*, dan dianalisis dengan GC-MS. Metode yang sama dilakukan dengan variasi katalis 0; 3,75; 5; dan 6,25%.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Sintesis Tributirin dengan Variasi Rasio Mol Gliserol Terhadap Butanoil Klorida

Sintesis tributirin dilakukan melalui reaksi esterifikasi antara gliserol dan butanoil klorida menggunakan katalis DMAP. Rasio mol gliserol dan butanoil klorida yang digunakan adalah (1:3), (1:5), (1:7), (1:9) dan (1:11), sedangkan DMAP dengan konsentrasi 3,75%. Tributirin merupakan suatu trigliserida, sehingga secara teoritis diperlukan rasio mol gliserol terhadap butanoil klorida sebanyak (1:3). Akan tetapi, reaksi esterifikasi adalah reaksi reversibel, sehingga agar kesetimbangan bergeser ke arah produk, maka salah satu reaktan harus dibuat berlebih. Campuran kemudian dilarutkan dalam toluena, dan direfluks

selama 30 menit pada suhu 110°C. Setelah selesai, campuran diuapkan dengan *rotary evaporator* untuk menghilangkan pelarutnya dan dianalisis dengan GC-MS.

Karakterisasi produk dengan GC-MS bertujuan untuk memastikan apakah sintesis tributirin telah berhasil dan mengetahui kelimpahan relatifnya. Kromatogram GC menunjukkan terdapat 6 puncak dengan waktu retensi yang berbeda, sehingga diduga terdapat 6 senyawa pada hasil reaksi. Akan tetapi, berdasarkan pola fragmentasi dan puncak dasar yang khas, hanya 4 senyawa yang dapat diidentifikasi, seperti terlihat pada Tabel 1.

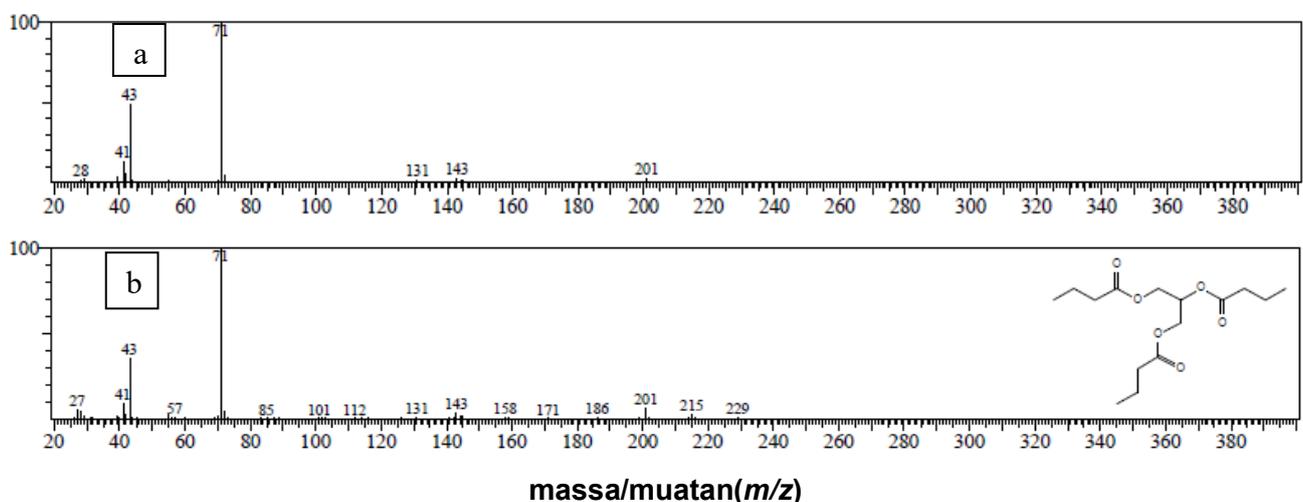
Tabel 1. Beberapa senyawa yang berhasil diidentifikasi pada produk hasil sintesis

Waktu retensi (menit)	Senyawa	SI	Nilai m/z
5,98	Asam butanoat	94	27, 41, 60, 73, 88
27,46	Anhidrida butanoat	asam 92	41, 43, 60, 71
28,17	Monobutirin	88	27, 41, 43, 71, 87, 131, 145
34,03	Tributirin	94	27, 41, 43, 71, 131, 143, 201

Sumber: Data primer yang diolah

Hasil spektrometer massa tributirin pada Tabel 1 tidak menunjukkan massa molekul relatifnya, yakni sebesar 302. Akan

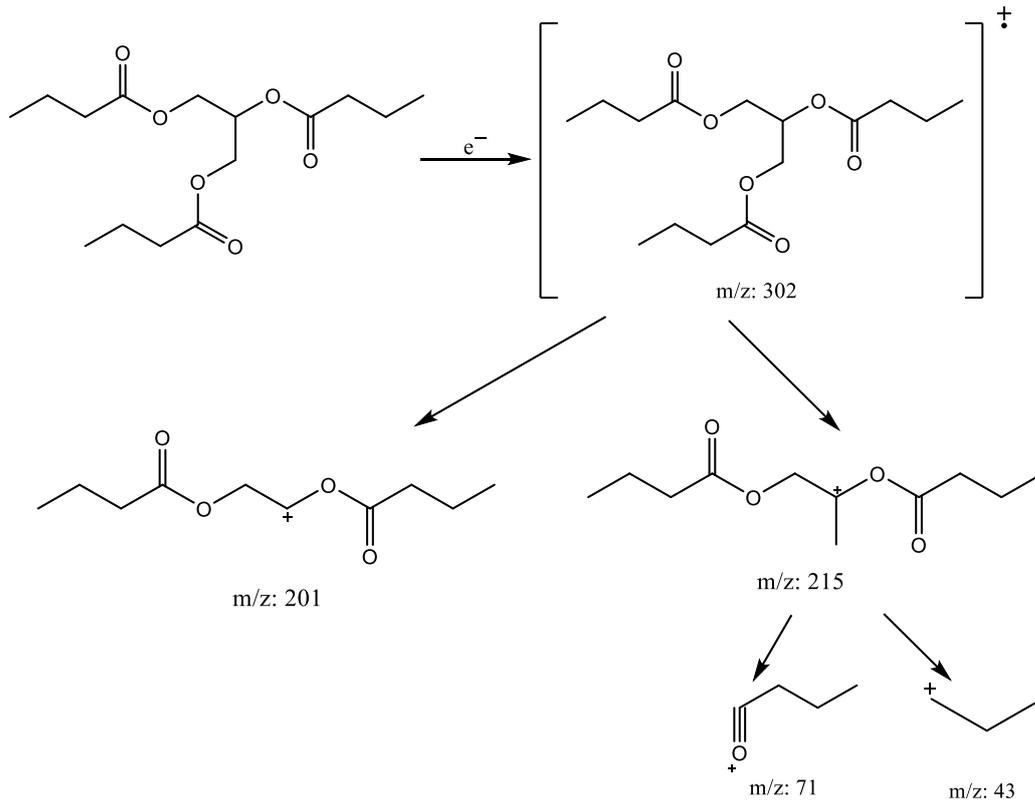
tetapi, hasil tersebut sesuai dengan *library* senyawa tributirin seperti ditunjukkan pada Gambar 3.



Gambar 3. Spektrum massa senyawa tributirin (a) sampel; (b) spektrum massa data *library* senyawa tributirin ($C_{15}H_{26}O_6$)

Spektrum massa pada Gambar 3 menunjukkan senyawa tributirin, dengan rumus molekul $C_{15}H_{26}O_6$. Hasil ini diperkuat dengan adanya puncak ion molekul pada m/z 201, yang merupakan fragmen $[M-CH_3(CH_2)_2COOCH_2CHOCO(CH_2)_2CH_3]^+$.

Puncak dasar (*base peak*) muncul pada m/z 71 yang dideteksi adanya gugus keton alifatik, dan diikuti dengan lepasnya gugus $-CO$ menghasilkan puncak ion pada m/z 43. Fragmentasi tributirin dapat terlihat pada Gambar 4.



Gambar 4. Fragmentasi tributirin yang disarankan

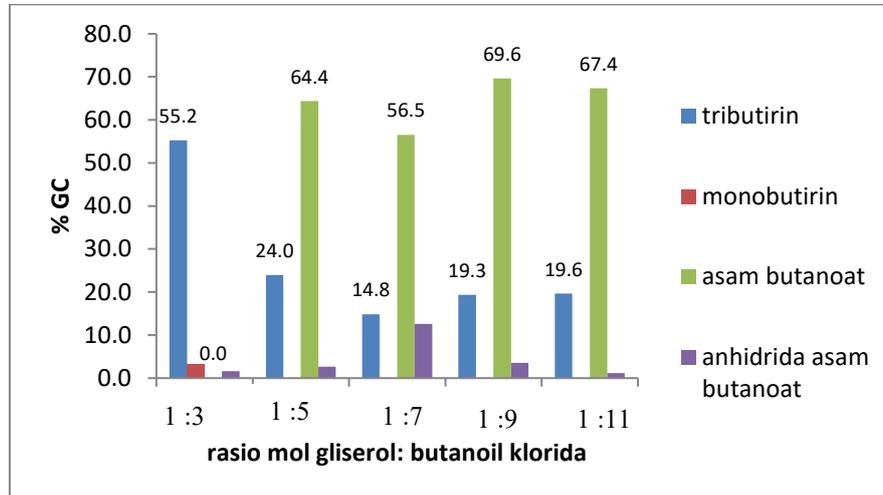
Rasio mol gliserol terhadap butanoil klorida terbukti mempengaruhi jumlah tributirin dan senyawa lain yang dihasilkan. Hasil kromatogram GC-MS dirangkum pada grafik yang disajikan pada Gambar 5.

Berdasarkan Gambar 5 terlihat bahwa kelimpahan senyawa tributirin hasil sintesis paling besar pada rasio mol gliserol:butanoil klorida 1:3, yakni 55,2%. Hal ini menunjukkan bahwa rasio mol tersebut sudah optimum,

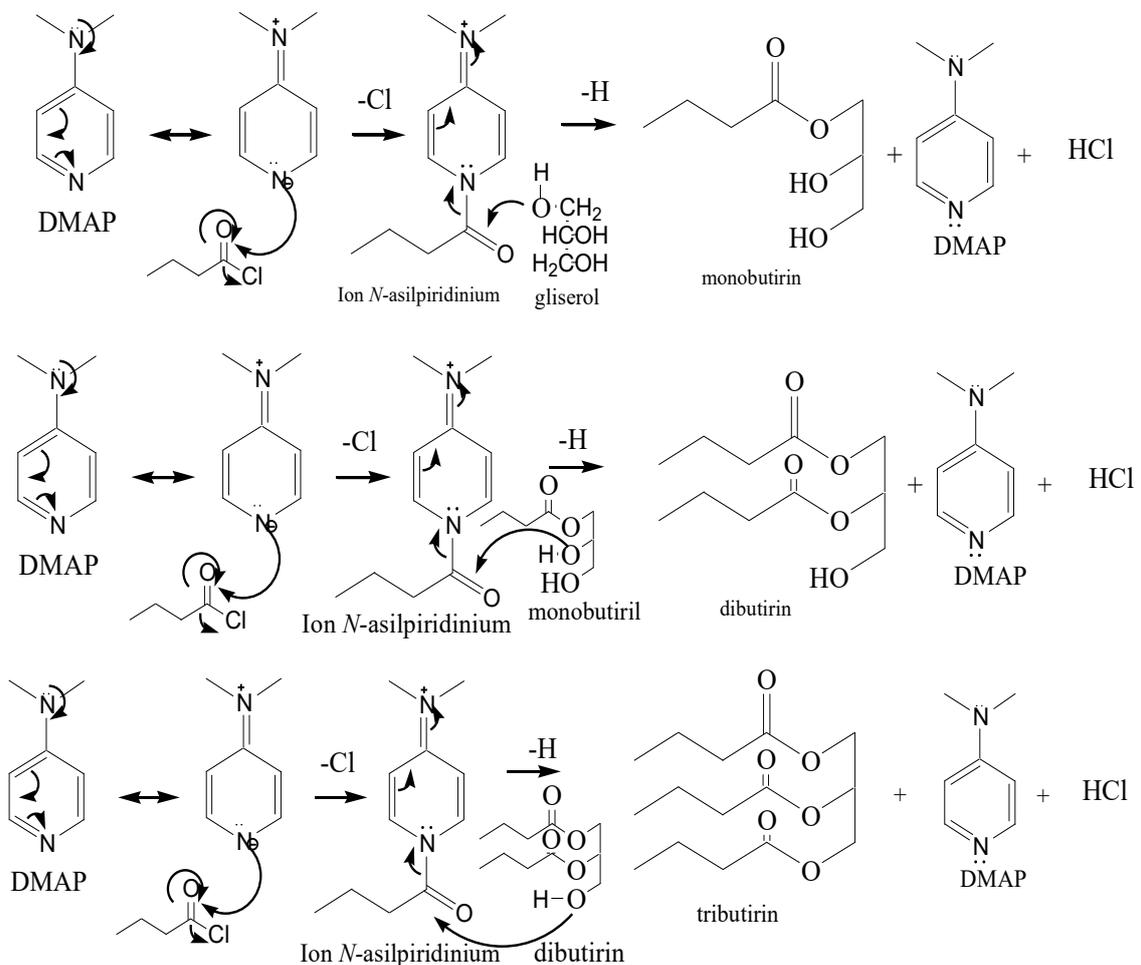
sesuai dengan perbandingan mol secara teoritis. Hasil ini berbeda dengan penelitian Patil *et al.* (2014), yang menunjukkan bahwa perbandingan rasio mol gliserol:asam butanoat pada sintesis tributirin menggunakan katalis enzim lipozom optimum pada 1:5. Gambar 5 juga menunjukkan bahwa semakin besarnya mol butanoil klorida yang ditambahkan maka presentasi tributirin yang dihasilkan semakin kecil, hal ini

mungkin disebabkan karena butanoil klorida yang berlebih mengalami hidrolisis menjadi asam butanoat. Hal ini ditunjukkan dari melimpahnya asam butanoat pada semua

sampel terkecuali pada perbandingan mol 1:3. Kelimpahan asam butanoat tersebut mencapai 69,64% pada perbandingan mol 1:9.



Gambar 5. Grafik presentase kelimpahan tributirin hasil sintesis pada beberapa rasio mol gliserol:butanoil klorida



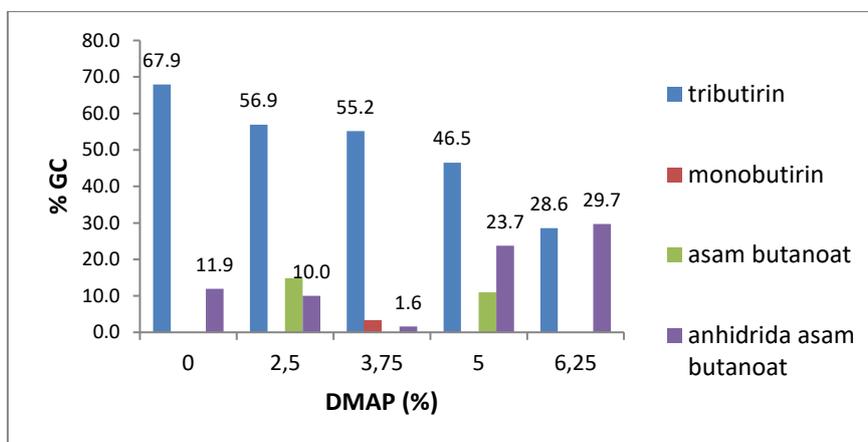
Gambar 6. Mekanisme sintesis tributirin yang disarankan

Hasil samping lainnya dari reaksi adalah senyawa anhidrida asam butanoat. Adanya anhidrida asam butanoat diduga dihasilkan dari reaksi antara asam butanoat dengan butanoil klorida yang berlebih. Selain itu juga ditemukan senyawa lainnya seperti monobutirin, yakni pada perbandingan mol 1:3. Monobutirin merupakan senyawa intermediet pada sintesis tributirin, adanya senyawa intermediet mungkin disebabkan karena tidak semua gugus hidroksi dari gliserol mengalami esterifikasi dengan butanoil klorida. Hal ini mirip dengan hasil penelitian Kaur *et al.* (2015) yang melakukan sintesis tributirin dengan mereaksikan antara gliserol dan asam butanoat menggunakan katalis besi sulfat oksida, akan tetapi dalam

penelitian tersebut selain monobutirin, terdapat senyawa intermediet lain yakni dibutirin dan anhidrida O-asetilmalat sebagai produk samping. Mekanisme sintesis tributirin dengan katalis DMAP yang disarankan dapat dilihat pada Gambar 6.

Sintesis Tributirin dengan Variasi Katalis DMAP

Sintesis tributirin dengan variasi katalis DMAP bertujuan untuk mengetahui pengaruh katalis DMAP. Konsentrasi DMAP yang digunakan adalah 0; 2,5; 3,75; 5 dan 6,25%. Rasio mol gliserol:butanoil klorida (1:3). Hasil kromatogram GC tributirin dengan variasi DMAP dirangkum seperti ditunjukkan grafik pada Gambar 7.



Gambar 7. Kelimpahan tributirin hasil sintesis dengan variasi DMAP, rasio mol gliserol:butanoil klorida (1:3)

Gambar 7 menunjukkan bahwa tributirin yang dihasilkan lebih melimpah tanpa penambahan DMAP, dibandingkan dengan penambahan DMAP yakni sebesar 67,9%. Bahkan cenderung terus menurun dengan semakin banyaknya DMAP yang ditambahkan, yakni sebesar 56,9% hingga

28,6%. Hal ini bertentangan dengan hipotesis, yakni DMAP dapat meningkatkan hasil esterifikasi sebagai katalis untuk alkohol *inert*. Hal ini mungkin disebabkan karena hasil samping asam klorida mengganggu produk ester yang dihasilkan. Oleh karena itu, pada penelitian selanjutnya perlu

ditambahkan suatu basa seperti piridina untuk menangkap asam klorida tersebut.

KESIMPULAN

Perbandingan rasio mol gliserol:butanoil klorida menggunakan katalis DMAP optimal pada 1:3, dengan tributirin yang dihasilkan sebesar 55,23% (%GC). Semakin besar rasio mol gliserol:butanoil klorida yang ditambahkan, tributirin yang dihasilkan semakin kecil. Demikian juga dengan penambahan katalis DMAP, semakin besar katalis DMAP yang ditambahkan maka semakin kecil tributirin yang dihasilkan.

UCAPAN TERIMAKASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada FMIPA ULM yang telah mendanai penelitian ini melalui skema PNBK FMIPA ULM.

DAFTAR PUSTAKA

- Anand, P., Saxena, R.K. and Marwah, R.G., 2011. A Novel Downstream Process for 1, 3-Propanediol From Glycerol-Based Fermentation. *Applied microbiology and biotechnology*, 90(4), pp.1267-1276.
- Kaur, K., Wanchoo, R.K. and Toor, A.P., 2015. Sulfated iron oxide: a proficient catalyst for esterification of butanoic acid with glycerol. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 54(13), pp.3285-3292.
- Kaur, K., Wanchoo, R.K. and Toor, A.P., 2016. Facile Synthesis Of Tributyrin Catalyzed By Versatile Sulfated Iron Oxide: Reaction Pathway and Kinetic Evaluation. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 55(9), pp.2534-2542.
- Kerr, B.J., Dozier III, W.A. and Bregendahl, K., 2007, November. Nutritional value of crude glycerin for nonruminants.

In *Proceedings of the 23rd Annual Carolina Swine Nutrition Conference*. Raleigh, NC (pp. 6-18).

- Liu, Z., Ma, Q., Liu, Y. and Wang, Q., 2014. 4-(N, N-Dimethylamino) pyridine hydrochloride as a recyclable catalyst for acylation of inert alcohols: substrate scope and reaction mechanism. *Organic letters*, 16(1), pp.236-239.
- Patil, R.V., Inamdar, S.R. and Kumar, R., Enzyme Esterification Route to Prepare Glycerol Tributyrinate.
- Perron, M.È., Plourde, F., Guérard, S., Huynh, L., Allen, C. and Leroux, J.C., 2008. An investigation on the use of tributyrin nanoemulsions for docetaxel delivery. *Journal of drug delivery science and technology*, 18(3), pp.189-195.
- Tittabut, T. and Trakarnpruk, W., 2008. Metal-loaded MgAl oxides for transesterification of glycerol tributyrinate and palm oil. *Industrial & engineering chemistry research*, 47(7), pp.2176-2181.
- U.S.Department of Energy Washington, 2018. *Independent Statistics & Analysis ; Monthly Biodiesel Production Report*. <http://www.eia.gov/>, diakses Juli 2020
- Weatherby, L. S., L. McIlvaine, & D. Matlin. 1925. Butyrin. *J. Am. Chem. Soc*, 47, pp.2249–2252.
- Widiyarti, G. and Hanafi, M., 2008. Pengaruh Konsentrasi Katalis dan Perbandingan Molaritas Reaktan Pada Sintesis Senyawa \pm -Monolaurin. *Reaktor*, 12(2), pp.90-97.
- Yan, J. and Xu, Y.H., 2003. Tributyrin Inhibits Human Gastric Cancer SGC-7901 Cell Growth By Inducing Apoptosis and DNA Synthesis Arrest. *World Journal of Gastroenterology: WJG*, 9(4), p.660.
- Zhigang, Z., Z. Bingchao, Y. Yalin, X. Li, H. Suxu, Z. Meichao, R. Chao, & Y. Huimin. 2014. Method for Preparing Glycerol Tributyrinate. *Patent*. CN2014/0006

KARAKTERISTIK BATAKO DARI LIMBAH BOTOL PLASTIK

Characteristics of Brick from Waste Plastic Bottles

Isna Syauqiah, Lailan Ni'mah, Agus Suryani

Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Lambung Mangkurat

Email: lailan.nimah@ulm.ac.id

DOI: 10.20527/jstk.v15i2.9864

Submitted: January 02, 2021; Revised version accepted for publication: July 23, 2021

Available online: August 9, 2021

ABSTRAK

Peningkatan penggunaan plastik selaras dengan peningkatan limbah berupa sampah plastik. Sampah plastik merupakan polimer hidrokarbon yang sulit terurai. Sehingga banyak sampah plastik yang tertimbun dan tidak terolah dengan baik dan benar, padahal diperlukan waktu yang lama agar plastik dapat terurai sempurna. Salah satu cara dalam mengatasi hal tersebut yaitu dengan menggunakan kembali sampah plastik seperti pembuatan batako dari limbah plastik. Pada penelitian ini, variasi yang digunakan adalah limbah botol plastik:lem=1:1; limbah botol plastik:pasir= 1:1 (tanpa layer) dan limbah botol plastik:pasir= 1:1 (dengan 3 layer). Hasil penelitian menunjukkan bahwa batako plastik dengan variasi limbah botol plastik:lem= 1:1 memiliki densitas sebesar 0,86 g/cm³ dan daya serap air sebesar 0,18%; batako plastik dengan variasi limbah botol plastik:lem= 1:1 (tanpa layer) memiliki densitas sebesar 1,12 g/cm³ dan daya serap air sebesar 0,34%; Batako plastik dengan variasi limbah botol plastik:pasir= 1:1 (dengan 3 layer) memiliki densitas sebesar 1,19 g/cm³ dan daya serap air sebesar 0,05%.

Kata kunci: Limbah Botol Plastik, Batako Plastik, Densitas, Daya Serap Air.

ABSTRACT

The increase in the use of plastic is in line with the increase in waste in the form of plastic waste. Plastic waste is a hydrocarbon polymer that is difficult to decompose. So that a lot of plastic waste is buried and not treated properly and correctly, even though it takes a long time for plastic to decompose completely. One way to overcome this is to reuse plastic waste such as making bricks from plastic waste. In this study, the variations used were plastic bottle waste:glue=1:1; plastic bottle waste: sand = 1:1 (without layers) and plastic bottle waste:sand = 1:1 (with 3 layers). The results showed that plastic bricks with variations of plastic bottle waste: glue = 1:1 had a density of 0.86 g/cm³ and a water absorption capacity of 0.18%; plastic bricks with variations of plastic bottle waste: glue = 1:1 (without layers) have a density of 1.12 g/cm³ and a water absorption capacity of 0.34%; Plastic bricks with variations of plastic bottle waste:sand = 1:1 (with 3 layers) have a density of 1.19 g/cm³ and a water absorption capacity of 0.05%.

Keywords: Waste Plastic Bottles, Plastic Bricks, Density, Water Adsorption

PENDAHULUAN

Plastik merupakan polimer hidrokarbon yang sulit terurai. Selain itu, sampah plastik juga merupakan bahan yang berbahaya (Kognole, 2019), sehingga banyak sampah

plastik yang tertimbun dan tidak terolah dengan baik dan benar. Berdasarkan data dari Kementerian Lingkungan Hidup pada tahun 2014 (Kementerian Lingkungan Hidup, 2014) timbunan sampah plastik mencapai 10.267 m³/hari sedangkan pada tahun 2015 10.580

m³/hari Hal ini merupakan salah satu permasalahan bagi Indonesia dan perlu penanganan yang baik. Sampah plastik merupakan jenis sampah yang mendominasi pada pembuangan sampah (Purwonugroho dan Parulian, 2018).

Pengolahan sampah di Indonesia adalah dengan cara ditimbun di TPA dan diikuti dengan dikubur dan di bakar. Pola pengolahan sampah seperti ini merupakan sebuah masalah yang serius kedepannya. Mengingat dampak yang ditimbulkan kepada lingkungan sangat lah buruk, yakni terjadinya pencemaran udara, karena hasil pembakaran dari plastik akan menghasilkan gas H₂S (Hidrogen Sulfida), CO (karbon monoksida) dan Cl⁻ (gas klorida) yang bersifat racun. Pengolahan lain yang umum dilakukan adalah dengan cara daur ulang plastik. Metode ini dengan cara memanfaatkan kembali sampah plastik yang ada. (Purwonugroho dan Parulian, 2018). Oleh karena itu perlu adanya studi pemanfaatan sampah plastik alternatif, salah satunya yakni dengan membuat batako dari limbah plastik dan penelitian kali ini menggunakan limbah plastik jenis PE (*Polyethylene*) (botol plastik).

Batako merupakan bahan bangunan yang berupa bata cetak alternatif pengganti batu bata yang tersusun dari komposisi antara pasir, semen dan air. Batako biasanya difokuskan sebagai konstruksi-konstruksi dinding bangunan non struktural.

Menurut Persyaratan Umum Bahan Bangunan di Indonesia (PUBI-1982) pasal 6, "Batako adalah bata yang dibuat dengan mencetak dan memelihara dalam kondisi

lembab". Menurut SNI 03-0349-1989, "*Conblock (concrete block)* atau batu cetak beton adalah komponen bangunan yang dibuat dari campuran semen Portland atau pozolan, pasir, air dan atau tanpa bahan tambahan lainnya (*additive*), dicetak sedemikian rupa hingga memenuhi syarat dan dapat digunakan sebagai bahan untuk pasangan dinding". Sedangkan Heinz & Koesmartadi (1999: 96) berpendapat bahwa: "Batu-batuan yang tidak dibakar, dikenal dengan nama batako (bata yang dibuat secara pemadatan dari trass, kapur, air)". Batako yang baik adalah yang masing-masing permukaannya rata dan saling tegak lurus serta mempunyai kuat tekan yang tinggi (Rahman, 2016). Sedangkan Heinz dan Koesmartadi (1999:96) berpendapat bahwa: "Batu-batuan yang tidak dibakar, dikenal dengan nama batako (bata yang dibuat secara pemadatan dari trass, kapur, air)".

Kekuatan atau mutu batako sangat dipengaruhi oleh cara pembuatan dan komposisi dari penyusun-penyusunnya. Pembuatan batako dilakukan dengan mencetak sehingga menjadi bentuk balok, silinder atau yang lainnya dengan ukuran tertentu dimana proses pengerasannya tanpa melalui pembakaran yang digunakan sebagai bahan pasangan untuk dinding. Selain itu, pembuatan batako dapat dilakukan melalui proses manual (cetak tangan) dan press mesin. Perbedaan dari keduanya dapat dilihat dari kepadatan permukaan yang dihasilkan. Batako terdiri dari berbagai bentuk dan ukuran sesuai dengan kebutuhan dalam pemasangan. Batako dapat dikualifikasikan

menjadi dua golongan yaitu batako normal dan batako ringan.

Sifat mekanis batako plastik dapat diketahui melalui pengujian sifat fisis pada papan partikel komposit. Pengujian fisis dapat berupa :

1. Densitas (*Density*)

Pengukuran densitas (*bulk density*) dari masing-masing komposisi batako ringan yang telah dibuat, diamati dengan menggunakan prinsip *Archimedes* dengan menggunakan neraca digital. Pada proses awal dilakukan penimbangan massa benda di udara (massa sampel kering) seperti halnya pada penimbangan biasa, sedangkan penimbangan massa benda di dalam air.

2. Daya serap air

Pada saat terbentuk sampel kemungkinan ada terjadinya udara yang terjebak dalam lapisan agregat atau terjadi karena dekomposisi mineral yang terbentuk akibat perubahan cuaca, maka terbentuklah lubang atau rongga kecil di dalam butiran agregat (pori). Pori dalam sampel bervariasi dan menyebar di seluruh butiran. Pori-pori mungkin menjadi reservoir air bebas didalam agregat. Persentase berat air yang mampu diserap agregat dan serat didalam air disebut daya serapan air, sedangkan banyaknya air yang terkandung dalam agregat dan serat disebut kadar air (Saragih , 2007).

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada percobaan ini antara lain :

1. Alat untuk mencacah sampah plastik



Gambar 1. Alat pencacah plastik

2. Alat untuk melelehkan dengan spesifikasi sebagai berikut:

- a. Pemutar screw: mesin
- b. Pemanas (kompor gas LPG)
- c. Cover : Plat esser 2 mm

3. Pencetakan

Kubus yang berukuran 15 x 15 x 15 cm

4. Pengepresan

Bahan yang digunakan pada percobaan ini antara lain: sampah plastik botol di Kelurahan Sungai Tiung, Kecamatan Cempaka, Kab. Banjar, Kalimantan Selatan, pasir muntlan (yang tidak terlalu banyak mengandung tanah), dan *molten adhesive*.

Prosedur Penelitian

Perencanaan campuran (*mix design*) benda uji

Penelitian ini direncanakan 3 variasi berupa komposisi (*mix design*) pasir dengan agregat. Komposisi ini didapatkan dari percobaan pendahuluan (*trial and error*) dan diambil hasil yang terbaik. Hasil terbaik berdasarkan perbandingan berdasarkan densitas (perbandingan dengan JIS A 5908-1994, komposit) dan daya serap terhadap air (perbandingan dengan SNI 03-0349-1989, bata beton untuk pasangan dinding)

Tabel 1. Perencanaan Komposisi Batako Plastik

No.	Bahan	Perbandingan
Variasi 1: Plastik dengan Lem		
1.	Plastik	1
2.	Lem	1
Variasi 2: Plastik dengan isian Pasir		
1.	Plastik	1
2.	Pasir	1
Variasi 3: Plastik dengan isian Pasir (Batako dengan layer 3 lapis)		
1.	Plastik	1
2.	Pasir	1

Hasil penelitian diuji densitas (perbandingan dengan JIS A 5908-1994, komposit) dan daya serap terhadap air (perbandingan dengan SNI 03-0349-1989, Bata Beton untuk Pasangan Dinding)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Densitas (*Density*)

Metode pengukuran densitas:

- Sampel yang telah mengalami pengeringan (*ageing*), dimasukkan dalam

drying oven dengan suhu (105 ± 5) °C, selama 1 jam.

- Kemudian timbang massa sampel kering (batako ringan), ms dengan menggunakan neraca digital.
- Sampel yang telah ditimbang, kemudian direndam di dalam air selama 1 jam, bertujuan untuk mengoptimalkan penetrasi air terhadap sampel uji. Setelah proses penetrasi tercapai, seluruh permukaan sampel dilap dengan kain flanel dan dicatat massa sampel setelah direndam di dalam air, mb.
- Gantung sampel, pastikan tepat pada posisi tengah dan tidak menyentuh alas beker gelas yang berisi air, di mana massa sampel berikut penggantung di dalam air adalah mg.
- Selanjutnya sampel dilepas dari tali penggantung dan catat massa tali penggantung, mk.

Pengukuran densitas (*bulk density*) dari masing-masing komposisi batako plastik.

Tabel 2. Hasil Pengujian Densitas

Komposisi campuran	Densitas (gram/cm ³)
Batako konvensional	2,23
Batako botol plastik + Lem	0,86
Batako botol plastik + Pasir	1,12
Batako botol plastik + Pasir (Sebanyak 3 layer)	1,19

Berdasarkan Tabel 2, dapat dilihat bahwa batako botol plastik + lem, maka termasuk dalam klasifikasi batako ringan struktur (*structural lightweight concrete*). Sedangkan, batako botol plastik + pasir dapat

dikategorikan sebagai beton ringan dengan kekuatan menengah (*moderate-strength lightweight concrete*). Hal ini berdasarkan hasil penelitian sebelumnya (Simbolon, 2009), nilai densitas untuk batako dengan penambahan 60% *styrofoam* memiliki nilai densitas 1,09-1,2 gram/cm³ termasuk sebagai beton ringan dengan kekuatan menengah (*moderate-strength lightweight concrete*). Pada batako botol plastik + pasir (Sebanyak 3 layer) juga termasuk termasuk sebagai beton ringan dengan kekuatan menengah (*moderate-strength lightweight concrete*), dikarenakan memiliki hasil densitas sebesar 1,19 yang berarti masih termasuk dalam rentang 1,09-1,2 gram/cm³.

Daya Serap Air

Salah satu sifat fisis yang menunjukkan kandungan air batako plastik dalam keadaan setimbang dengan lingkungannya adalah daya serap air.

$$\text{Daya Serap Air} = \frac{M_b - M_k}{M_k} \times 100\%$$

Dimana :

M_b = massa awal

M_k = massa akhir

Berdasarkan Tabel 3 dapat dilihat bahwa daya serap tertinggi terdapat pada batako konvensional sedangkan terendah terdapat pada batako botol plastik + Pasir (Sebanyak 3 layer), hal ini disebabkan adanya layer yang membuat air mengalami kesulitan untuk memasuki batako botol plastik. Selain itu, void yang biasanya terjadi malah tertutup dengan adanya layer.

Tabel 3. Hasil Pengujian Penyerapan Air

No	Komposisi campuran	Berat Benda uji (perendaman 12 jam, dikeringkan selama 1 jam)	
		Sebelum (g)	Sesudah (g)
1	Batako konvensional	601	607
Hasil		1,16%	
2	Batako botol plastik + Lem	371	371,7
Hasil		0,18%	
3	Batako botol plastik + Pasir	580	582
Hasil		0,34%	
4	Batako botol plastik + Pasir (Sebanyak 3 layer)	580,5	580,8
Hasil		0,05%	

Daya serap terbaik lainnya yakni pada Batako botol plastik + Lem, dimana lem selain berfungsi sebagai adhesive juga dapat berfungsi dalam menutup void-void yang biasa terjadi pada pembuatan batako. Nilai persentase serapan air ini memenuhi syarat dari SNI 03-0349-1989 tentang bata beton (batako), dimana nilai serapan air lebih kecil dari syarat penyerapan air maksimum 25 % untuk batako mutu I.

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil analisis pada penelitian pengaruh penggunaan pasir, lem maupun bentuk layer untuk batako plastik di uji terhadap sifat mekanis batako plastik dapat diperoleh kesimpulan sebagai berikut:

1. Batako plastik dengan variasi limbah botol plastik:lem =1:1 memiliki nilai densitas sebesar 0,86 g/cm³; Batako plastik dengan

variasi limbah botol plastik:pasir = 1:1 (tanpa layer) memiliki nilai densitas sebesar 1,12 g/cm³; Batako plastik dengan variasi limbah botol plastik:pasir = 1:1 (dengan 3 layer) memiliki nilai densitas sebesar 1,19 g/cm³.

2. Daya serap air untuk batako konvensional = 1,16%; batako plastik dengan variasi limbah botol plastik:lem = 0,18%; Batako plastik dengan variasi limbah botol plastik:pasir = 0,34%; Batako plastik dengan variasi limbah botol plastik:pasir = 0,05%.

DAFTAR PUSTAKA

- Akçaözgöçlü, S., Atis, C.D., Akçaözgöçlü, K., 2009, An investigation on the use of shredded waste PET bottles as aggregate in lightweight concrete, Elsevier Publ.:Waste Management, pp. 285–290.
- Anonim, 2019, <http://www.petresin.org/>
- Anonim, 2013, The Facts about PET, Brussels: European Federation of Bottled Waters AISBL. Retrieved January 12, 2017.
- Departemen Pekerjaan Umum. 1989, SK SNI-S-04-1989-F (Spesifikasi Bahan Bangunan Bagian A (Bahan Bangunan Bukan Logam)), LPMB: Bandung.
- Departemen Pekerjaan Umum. 1989, SNI 03-0349-1989 Bata Beton untuk Pasangan Dinding, Balitbang, Jakarta.
- Heinz, F., Koesmartadi, C.H., 1999, Ilmu Bahan Bangunan, Yogyakarta: Penerbit Kanisius.
- JIS A 5908-1994, Komposit.
- Kementerian Lingkungan Hidup, 2014, Direktorat Jenderal Pengelolaan Sampah, Limbah dan B3, Jakarta.
- Kognole, R.S., Shipkule, K., Patil, M., Patil, L., Survase, U., 2019, Utilization of Plastic waste for Making Plastic Bricks, International Journal of Trend in Scientific Research and Development (IJTSRD), www.ijtsrd.com, e-ISSN: 2456 – 6470, Vol. 3 (4), pp. 878-880.
- Ni`mah, L. Manurung, F.B., Pramita, E., 2018, Lightweight Concrete Production by Gypsum from Waste Materials of Clamshell and Eggshell, J Journal of Applied Environmental and Biological Sciences www.textroad.com, ISSN: 2090-4274, 8(1)125-133.
- Ni`mah, L., Ma`ruf, M.A., Ach. Kusairi, S., 2018, Characteristics of Particle Board Composite of Natural Fiber from *Musa Acuminata L.* That Was Increased in Abstract Position with Resin Polymer Matrix, J Journal of Applied Environmental and Biological Sciences www.textroad.com, ISSN: 2090-4274, 8(6) 36-43.
- Purwonugroho, S., W., Parulian, H., 2018, Pengolahan Limbah Plastik Jenis High Density Polyethylene (Hdpe) Dan Polypropylene (Pp) Dengan Metode Mix Plastic Coated Aggregate Untuk Meningkatkan Kualitas Aspal Beton, Skripsi, Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Insitut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya.
- Rahman, M.F. & Nursyamsi, 2016, Pengaruh Penambahan Serbuk Kaca Pada Batako Sebagai Bahan Pembuat Dinding, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Saragih, D.N., 2007, Pembuatan dan Karakterisasi Genteng Beton yang Dibuat dari Pulp Serat Daun Nenas-Semen Portland Pozolan, Skripsi, FMIPA, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- SNI 03-0349-1989, Bata Beton untuk Pasangan Dinding
- Simbolon, T, 2009, Pembuatan dan Karakterisasi Batako Ringan Yang Terbuat dari Styofom-Semen, Thesis, Universitas Sumatera Utara, Medan.

**UJI NILAI GIZI DAN KAPASITAS ANTIOKSIDAN MINUMAN LOLOH CEMCEM
(SPONDIAS PINNATA (L.F) KURZ.) DESA BEBALANG, KABUPATEN BANGLI, BALI**

Nutritional Value Test And Antioxidant Capacity In Loloh Cemcem Plant (Spondias Pinnata (L.F) Kurz., Desa Bebalang, Kecamatan Bangli, Kabupaten Bangli, Bali

I Wayan Tanjung Aryasa¹⁾, Ni Putu Rahayu Artini²⁾, Putu Gede Ayu Erika Juliari A.S³⁾
^{1,2,3)} Program Studi Teknologi Laboratorium Medik, Fakultas Ilmu-Ilmu Kesehatan, UNBI
 Denpasar, Bali

¹⁾e-mail: tanjung.aryasa@gmail.com

DOI: 10.20527/jstk.v15i2.10345

Submitted: March 20, 2021; *Revised version accepted for publication:* July 23, 2021

Available online: August 9, 2021

ABSTRAK

Masyarakat Bali sudah tidak asing lagi dengan minuman penuh khasiat yang bernama Loloh Cemcem. Minuman khas desa Penglipuran, Bangli ini merupakan minuman sejenis jamu yang kini sudah tersohor di seluruh wilayah luar Bangli. Daun cemcem adalah tanaman herbal yang diolah sebagai bahan baku untuk membuat loloh cemcem. Prosesnya dimulai dari memetik daun cemcem, mencuci, kemudian dimasukan ke dalam mesin penggilingan selanjutnya disaring untuk mendapatkan sarinya. Loloh cemcem memiliki rasa asam, manis, asin dan sedikit pahit. Penelitian ini untuk melihat nilai gizi dan kapasitas antioksidan dari loloh cemcem. Penentuan kadar protein menggunakan metode Kjeldahl, penentuan kadar karbohidrat menggunakan metode anthrone, penentuan kadar lemak menggunakan metode titrasi, penentuan vitamin C menggunakan metode spektrofotometri UV-Vis. Penentuan kapasitas antioksidan menggunakan metode DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl). Hasil penelitian menunjukkan loloh cemcem 1 dan loloh cemcem 2 mempunyai kadar protein sebesar 0,7631% dan 0,7647%, untuk kadar karbohidrat sebesar 4,2779% dan 3,1700%, kadar lemak sebesar 0,0087% dan 0,0017%, kadar vitamin C sebesar 26,7932 mg/100 g dan 27,0748 mg/100 g. Kapasitas antioksidan sebesar 23,50 mg/L GAEAC (*Gallic Acid Equivalent Antioxidant Capacity*) dan 25,38 mg/L GAEAC (*Gallic Acid Equivalent Antioxidant Capacity*).

Kata Kunci: Loloh cemcem, karbohidrat, protein, lemak, vitamin C dan antioksidan.

ABSTRACT

*Balinese people are no stranger to a drink full of benefits called Loloh Cemcem. This drink, which is typical of Penglipuran village, Bangli, is a type of herbal drink that is now well-known throughout the region outside Bangli. Cemcem leaves are herbal plants that are processed as raw materials to make loloh cemcem. The process starts from picking the cemcem leaves, washing them, then putting them in a milling machine, and then filtering them to get the juice. Loloh cemcem has a sour, sweet, salty, and slightly bitter taste. This research is to see the nutritional value and antioxidant capacity of loloh cemcem. Determination of protein content using the Kjeldahl method, determination of carbohydrate content using the anthrone method, determination of fat content using the titration method, determination of vitamin C using the UV-Vis spectrophotometry method. Determination of antioxidant capacity using the DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl) method. The results showed that loloh cemcem 1 and loloh cemcem 2 had a protein content of 0.7631% and 0.7647%, for the carbohydrate content of 4.2779% and 3.1700%, fat content of 0.0087% and 0.0017%, vitamin C levels were 26.7932 mg/100 g and 27.0748 mg/100 g. The antioxidant capacity is 23.50 mg/L GAEAC (*Gallic Acid Equivalent Antioxidant Capacity*) and 25.38 mg/L GAEAC (*Gallic Acid Equivalent Antioxidant Capacity*).*

Keywords: Loloh cemcem, carbohydrate, protein, fat, vitamin C, and antioxidant.

PENDAHULUAN

Masyarakat Bali sudah tak asing lagi dengan minuman penuh khasiat yang bernama Loloh Cemcem. Minuman khas desa Penglipuran, Bangli ini merupakan minuman sejenis jamu yang kini sudah tersohor di seluruh wilayah luar Bangli. Daun cemcem adalah tanaman herbal yang diolah sebagai bahan baku untuk membuat loloh cemcem. Prosesnya dimulai dari memetik daun cemcem, mencuci, kemudian dimasukkan ke dalam mesin penggilingan selanjutnya disaring untuk mendapatkan sarinya. Loloh cemcem sebagai minuman tradisional Bali dipercaya masyarakat dapat menjaga Kesehatan, bahkan diyakini sangat berkhasiat untuk menyembuhkan penyakit-penyakit panas dalam.

Loloh cemcem memiliki rasa asam, manis, asin dan sedikit pahit. Rasa asam dari loloh cemcem didapat dari komposisi tamarin alias buah asam. Rasa manis dan asin didapat dari komposisi gula juga garam, sedangkan rasa pahit didapat dari daun cemcem. Minuman yang berbahan dasar dari daun cemcem atau yang biasa disebut dengan daun klocing ini memiliki khasiat yang baik untuk sistem pencernaan dan menurunkan tekanan darah. Minuman tradisional ini memiliki aroma khas tumbuhan dan memberi banyak khasiat karena dibuat dari bahan alami. Penelitian yang pernah dilakukan terkait dengan loloh cemcem dengan judul "Perubahan Fisiko-Kimiawi dan Mikrobiologis Minuman Tradisional Bali (Loloh) selama Penyimpanan" dengan hasil penelitian yang

diperoleh yaitu penyimpanan loloh cemcem pada suhu kamar (28–30 °C) selama 24 jam memberikan pengaruh nyata terhadap total mikroba, total kapang/khamir. Loloh cemcem memiliki masa simpan maksimal 12 jam pada suhu kamar (28–30°C) dengan karakteristik loloh cemcem yaitu pH 2,95, TSS 5,67° Brix, Total Vitamin C 19,35 mg/100g, total asam 0,24%, total mikroba 6,48 log Cfu/mL, total kapang 5,01 log Cfu/mL. Penyimpanan loloh tibah pada suhu kamar (28– 30 °C) selama 24 jam memberikan pengaruh nyata terhadap total mikroba dan total kapang/khamir. Loloh tibah memiliki masa simpan maksimal 12 jam pada suhu kamar (28–30 °C) dengan karakteristik loloh tibah yaitu pH 3,34, TSS 4,21° Brix, Total Vitamin C 10,20 mg/100g, total asam 0,13%, total mikroba 6,68 log Cfu/mL, total kapang 5,86 log Cfu/mL dan setelah periode tersebut, loloh cemcem dan loloh tibah tidak layak lagi dikonsumsi (Pratiwi dkk., 2019).

Daun cemcem memiliki sebutan yang berbeda-beda dengan nama daun klocing (daerah Penglipuran), daun kedondong hutan (Indonesia), dan daun kecemcem. Adapun daun cemcem memiliki klasifikasi menurut Plantamor (2021) sebagai berikut: Kingdom: Plantae (tumbuhan), Subkingdom: Tracheobionta (tumbuhan berpembuluh), Super divisi: Spermatophyta (menghasilkan biji), Devisi: Magnoliophyta (tumbuhan berbunga), Kelas Magnoliopsida (berkeping dua/dikotil), Sub kelas: Rosidae, Ordo: Sapindales, Famili: Anacardiaceae, Genus: Spondias, Spesies: Spondias pinnata (L.F.) kurz. Daun cemcem (Spondias pinnata (Lf)

kurz) memiliki potensi sebagai produk antioksidan alami karena mengandung komponen bioaktif seperti steroids, flavonoid, dan triterpenoid (Ariantari dan Yowani, 2012). Daun cemcem sering dimanfaatkan sebagai minuman tradisional yang berguna untuk meningkatkan nafsu makan dan juga dapat dimanfaatkan sebagai bumbu tambahan dalam pengolahan makanan (Ariati, 2012).

Berdasarkan uraian di atas peneliti ingin mengkaji tentang nilai gizi loloh cemcem Desa Bebalang, Kecamatan Bangli di Kabupaten Bangli yang belum diuji, sehingga sangat perlu dilakukan uji kualitas loloh cemcem tersebut berupa nilai gizi dan kapasitas antioksidan tersebut dilakukan untuk mengetahui apakah loloh tersebut memiliki nilai gizi yang diperlukan oleh tubuh dan kapasitas antioksidan. Nilai gizi pada makanan atau minuman sangat penting diketahui dikarenakan nilai gizi dapat memberikan informasi tentang zat gizi yang terdapat pada makanan atau minuman dimana zat gizi berguna menghasilkan energi, membangun dan memelihara jaringan, serta mengatur proses-proses kehidupan (Almatsier, 2006). Antioksidan merupakan senyawa atau molekul yang dapat mencegah terjadinya proses oksidasi yang disebabkan oleh radikal bebas (Partayasa dkk., 2017) sehingga bagi masyarakat yang mengkonsumsi loloh cemcem bisa mengetahui manfaat dari segi kesehatan dan meningkatkan nilai ekonomis dari loloh cemcem untuk pedagang loloh cemcem.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat dan bahan yang digunakan pada penelitian yaitu tabung reaksi, penjepit, seperangkat alat Kjeldahl (KjelMaster K-375), spektrofotometer UV-Vis (Genesys™ 140/150 Vis/UV-Vis Spectrophotometers), labu lemak, gelas beker, labu ukur, pipet tetes, pipet volume, statif dan klem, pendingin tegak, buret, labu erlenmeyer, lumpang dan alu, alat refluks, aluminium foil, corong gelas, kertas saring, pembakar spritus, kertas timbang, kaki tiga, neraca analitik, oven, kertas buram, desikator, alat destilasi, larutan Benedict, Luff, NaOH, asam asetat, Kalium Iodida (KI), Na₂S₂O₃ (Sigma), HCl pekat (Sigma), biuret, H₂SO₄ pekat (Sigma), logam zink, tablet Kjeldahl, selenium reagent mixture, aquades, NaOH 0,1 N, Pb(CH₃COO)₂, Na₂C₂O₄, glukosa, *anthrone*, indikator *Phenolphthalein* (PP), petroleum eter dan sampel penelitian (minuman loloh cemcem).

Prosedur Penelitian

Penyiapan sampel

Sampel penelitian dalam bentuk cair (minuman dalam botol) yang diambil sebanyak 2 produk dari pedagang di Kecamatan Bangli, Kabupaten Bangli yang biasa diperjualbelikan di daerah tersebut.

Penentuan kadar protein

Sebanyak 1,0 mL sampel loloh cemcem dimasukkan ke labu Kjeldahl dan ditambahkan 1 butir tablet Kjeldahl. Sebanyak 10,0 mL larutan asam sulfat pekat dimasukkan ke dalam sampel. Sampel didestruksi (dipanaskan) semua bahan dalam labu

Kjeldahl dan hingga cairan menjadi jernih, kemudian diencerkan dengan 25,0 mL dalam aquades dan didinginkan pada suhu kamar. Hasil filtrat diambil sebanyak 10,0 mL untuk ditentukan kadar nitrogen total dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada

$$\% \text{ Protein} = \frac{N \times \text{faktor pengenceran} \times 6,25 \times \text{Jumlah mL sampel}}{\text{berat sampel}} \times 100\% \quad \dots(1)$$

Penentuan kadar karbohidrat

Sampel lolah cemcem diambil sebanyak 1,0 mL dan dilarutkan dalam 5,0 mL HCl pekat, kemudian dilakukan penyaringan pada labu takar 10,0 mL sampai memperoleh filtrat. Hasil Filtrat penyaringan yang diperoleh tadi kemudian diencerkan dengan menggunakan aquades sampai tanda batas, selanjutnya diambil 1,0 mL, kemudian ditambahkan

$$\% \text{ Karbohidrat} = \frac{\text{berat glukosa (ppm)} \times 0,91 \times \text{Jumlah mL sampel}}{\text{berat sampel}} \times 100\% \quad \dots(2)$$

Penentuan kadar lemak

Penentuan kadar lemak pada sampel yaitu diambil sampel sebanyak 10,0 g dan dimasukkan ke erlemeyer kemudian ditambahkan 50,0 ml larutan alkohol sebesar 95%. Sampel dipanaskan sampai mendidih

$$\% \text{ Lemak} = \frac{\text{ml KOH} + N \text{ KOH} + \text{Berat Molekul KOH}}{\text{berat sampel}} \times 100\% \quad \dots(3)$$

Penentuan kadar vitamin C

Penetapan kadar vitamin C pada sampel lolah cemcem dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis. Pertama kali larutan baku induk vitamin C dipersiapkan dengan cara menimbang asam askorbat sebanyak 50,0 mg kemudian dimasukkan ke

panjang gelombang 410 nm. Perlakuan ini dilakukan sebanyak dua kali (duplo) dan dihitung kadar protein dengan rumus (Aprianto dkk., 1988) pada Persamaan 1.

pereaksi antrone sebanyak 5,0 mL dan dilakukan pemanasan selama 12 menit, didinginkan sampai mencapai suhu kamar dan diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 490 nm, dengan pengulangan perlakuan sebanyak dua kali (duplo). Kadar karbohidrat dihitung dengan rumus (Faozan, 2013) pada Persamaan 2.

kurang lebih 10 menit dan sambil dikocok perlahan-lahan, didinginkan dan ditambahkan 3 tetes indikator PP 1%. Larutan dititrasi dengan KOH 0,05 N sampai berubah warna merah muda. Kadar karbohidrat dihitung dengan rumus pada Persamaan 3.

dalam labu ukur 250,0 ml dan dilarutkan dengan aquades sampai tepat pada tanda batas (Wardani, 2012), kemudian dilakukan penentuan panjang gelombang maksimum larutan vitamin C dengan mengukur serapan pada panjang gelombang 200-600 nm. Kurva kalibrasi dibuat dengan membuat seri kadar

vitamin C dengan konsentrasi 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; dan 12,0 ppm kemudian diukur pada panjang gelombang maksimum yang telah didapat pada saat pengukuran panjang gelombang maksimum. Hasil pengukuran akan diperoleh persamaan regresi yang digunakan untuk menentukan kadar vitamin C. Persiapan pengukuran kadar vitamin C untuk sampel lolah cemcem yaitu diambil 10,0 mL lolah cemcem, kemudian dilarutkan dalam labu takar 25,0 mL dengan etanol 96% sampai tanda batas. 1,0 mL lolah cemcem dipipet, kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 10,0 mL, ditambahkan 4,0 mL H₂SO₄ 5%, dicukupkan volumenya hingga tanda batas dengan ammonium molibdat 5%, dikocok hingga homogen lalu diinkubasi 30 menit kemudian diukur serapannya pada panjang gelombang 570 nm (dilakukan replikasi 3 kali). Kadar vitamin C pada lolah cemcem diperoleh dengan memasukkan nilai absorban sampel pada persamaan regresi dan dihitung menggunakan rumus pada Persamaan 4.

$$\text{Kadar (mg/100g)} = \frac{C.V.Fp}{W} \quad \dots(4)$$

Keterangan:

C = Konsentrasi larutan sampel setelah pengenceran (mg/ml)

V = Volume sampel (mL)

Fp = Faktor pengenceran

W = Berat sampel (g)

Penentuan kapasitas antioksidan dan IC₅₀

Kurva standar asam askorbat dibuat

dengan berbagai macam konsentrasi (0-100 mg/L). Perlakuan pada sampel dilakukan dengan mengambil sebanyak 0,1 mL sampel yang diencerkan dengan metanol p.a (pro analisis) hingga mencapai volume 5,0 ml dalam labu takar, divorteks dan disentrifuge dengan kecepatan 3000 rpm selama 15 menit. Standar serta supernatan kemudian dipipet 0,5 ml, dilanjutkan ditambahkan 3,5 ml DPPH (2,2- diphenyl-1-picrilhydrazyl) dan 0,1 ml (dalam pelarut metanol p.a) pada tabung reaksi, setelah itu divorteks Kembali dan diinkubasi pada temperatur 25°C selama kurang lebih 30 menit untuk memisahkan waktu pada DPPH untuk bereaksi dengan atom hidrogen yang didonorkan oleh antioksidan dari sampel, serta diukur absorbansinya pada panjang gelombang 517 nm. Kapasitas antioksidan dihitung dengan memakai rumus persamaan regresi linier $y = ax + b$. Energi reduksi radikal dari lolah cemcem diukur dan direaksikan dengan radikal bebas DPPH 0,1 ml, sehingga diperoleh nilai hambat radikal (IC 50%) dengan menyamakan selisih absorbansi serta kontrol dikalikan 100% pada panjang gelombang 517 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil Penelitian

Hasil uji identifikasi untuk senyawa makro molekul yaitu protein, karbohidrat dan lemak pada 2 sampel lolah cemcem dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Uji Identifikasi Kadar Protein, Kabohidrat, dan Lemak Pada Lolah Cemcem

No.	Kode Sampel	Kadar Protein (%bb)	Kadar Lemak (%bb)	Kadar Karbohidrat (%bb)
1.	Sampel 1	0,7631	0,0087	4,2779
2.	Sampel 2	0,7647	0,0017	3,1700

Hasil uji indentifikasi untuk kadar vitamin C, kapasitas antioksidan dan IC₅₀ pada 2 sampel lolah cemcem dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil Uji Identifikasi Kadar Vitamin C, Kapasitas Antioksidan dan IC 50 Pada Lolah Cemcem

No.	Kode Sampel	Vitamin C (mg/100 g)	IC ₅₀ (ppm)	Kapasitas Antioksidan (mg/L GAEAC)
1.	Sampel 1	26,7932	471,9440	23,50
2.	Sampel 2	27,0748	322,2943	25,38

Pembahasan

Tabel 1 menunjukkan hasil penentuan kadar protein, karbohidrat dan lemak yang telah diidentifikasi. Penentuan kadar protein digunakan metode yang paling sering digunakan untuk penentuan protein makanan dan minuman didasarkan pada analisis kandungan nitrogen total dalam sampel. Contoh metode tersebut metode Kjeldahl (Kjeldahl, 1983), dalam metode tersebut, total nitrogen dalam sampel dibebaskan pada suhu tinggi. Dalam metode Kjeldahl, nitrogen dilepaskan menjadi asam kuat dan kandungannya diukur setelah netralisasi dan titrasi. Metode Kjeldahl dipilih sebagai contoh prinsip analisis dalam penelitian ini karena masih diakui sebagai metode resmi untuk penentuan protein makanan oleh AOAC (Latimer, 2016). Setelah penentuan nitrogen, kandungan protein kasar dihitung menggunakan faktor konversi. Faktor konversi asli, dan masih sering digunakan, 6,25 didasarkan pada asumsi bahwa kandungan nitrogen umum dalam protein makanan

adalah 16% dan bahwa semua nitrogen dalam makanan terikat dengan protein. Dari 2 sampel lolah cemcem adalah untuk lolah cemcem 1 memiliki kadar sebesar 0,7631% dan lolah cemcem 2 sebesar 0,7647%. Melihat 2 hasil kadar protein dari lolah cemcem tidak jauh berbeda. Kadar protein lolah cemcem nilainya lebih besar dibandingkan dengan kadar protein pada ekstrak buah naga merah dengan maserasi air yaitu 0,10% pada penelitian Oktaviani dkk (2015).

Karbohidrat adalah sumber energi utama yang dibutuhkan oleh tubuh manusia (Caffall *et al.*, 2009). Salah satu sumber karbohidrat adalah serat. Karbohidrat adalah alkohol polihidroksi dengan gugus karbonil yang berpotensi aktif yang dapat berupa aldehida atau kelompok keto. Karbohidrat dapat diklasifikasikan pada dasar atom karbon yang ada dalam karbohidrat. Karbohidrat diklasifikasikan menjadi empat jenis monosakarida, disakarida, oligosakarida, polisakarida. Penentuan kadar karbohidrat

penelitian ini menggunakan metode anthrone. Tabel 1 dapat dilihat nilai kadar karbohidrat pada lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 nilainya adalah 4,2779% dan 3,1700%. Dari hasil penelitian tersebut 2 sampel lolah cemcem tersebut memiliki kandungan karbohidrat yang cukup jauh berbeda. Hal ini disebabkan oleh proses pengolahan pada saat pembuatan lolah cemcem. Kadar karbohidrat lolah cemcem bila dibandingkan dengan kadar karbohidrat dari penelitian oleh Sudartini dkk (2019) yaitu 8,873% (daun chaya segar), 5,451% (daun chaya rebus) dan 5,223% (daun chaya kukus), dimana nilainya lebih kecil.

Lemak, minyak atau lipid yaitu suatu makromolekul yang terdiri dari sejumlah besar senyawa organik termasuk asam lemak, monoasilgliserol, diasilgliserol, triasilgliserol (TG), fosfolipid (FL), eikosanoid, resolvin, dokosanoid, sterol, sterol ester, karotenoid, vitamin A dan E, alkohol berlemak, hidrokarbon dan ester lilin. Secara klasik, lipid didefinisikan sebagai zat yang larut dalam pelarut organik. Ini merupakan definisi yang luas dan dapat mencakup sejumlah senyawa organik non-lipid (Fahy *et al.*, 2005). Definisi baru secara kimiawi dan mendefinisikan lipid sebagai molekul hidrofobik kecil atau molekul *amphipathic* (atau *amphiphilic*), yang mungkin berasal dari seluruhnya atau sebagian oleh kondensasi dari unit tioester dan/atau isoprena. Pada tabel 1 dapat dilihat kadar lemak untuk lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 yaitu 0,0087% dan 0,0017%. Dari hasil tersebut terlihat perbedaan yang cukup besar dari nilai kadar lemak tersebut. Tapi

dilihat dari nilainya cukup kecil untuk kadar lemak bila dibandingkan kadar lemak pada ekstrak buah naga merah dengan maserasi air yaitu 0,25% pada penelitian Oktaviani dkk (2015). Berkurangnya kadar lemak pada lolah cemcem dikarenakan pada pembuatannya melalui proses perebusan, hal ini disebabkan karena sifat lemak yang tidak tahan panas karena selama proses perebusan atau pemasakan lemak dapat mencair bahkan menguap (*volatile*) menjadi komponen lain seperti flavor (Sundari dkk, 2005).

Vitamin C adalah vitamin yang paling tidak stabil di antara vitamin lainnya. Vitamin C mudah larut dalam air, rusak dalam pemanasan, mudah teroksidasi udara, dan mudah rusak oleh alkali. Fungsinya sebagai antioksidan, menjaga dan meningkatkan kesehatan kapiler, kesehatan gigi dan gusi. Ini membantu penyerapan zat besi dan menghambat produksi dari nitrosamin, zat pemicu kanker (Asmara, 2016). Pada Tabel 2 dapat dilihat nilai kadar vitamin C untuk lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 yaitu 26,7932 mg/100 g dan 27,0748 mg/100 g. Dari hasil tersebut terlihat nilai kadar vitamin C dari lolah cemcem bisa dimanfaatkan sebagai sumber vitamin C dimana kebutuhan vitamin C berbeda-beda setiap hari tergantung umur yaitu 30 mg untuk bayi yang berumur kurang dari satu tahun, 35 mg untuk bayi berumur 1-3 tahun, 50 mg untuk anak-anak berumur 4-6 tahun, 60 mg untuk anak-anak berumur 7-12 tahun, 100 mg untuk wanita hamil dan 150 mg untuk wanita menyusui (Harvey, 1980).

Antioksidan adalah zat yang dapat melindungi sel dari kerusakan yang

disebabkan oleh molekul yang tidak stabil yang dikenal sebagai Radikal bebas. Antioksidan berinteraksi dengan dan menstabilkan secara gratis radikal dan dapat mencegah beberapa kerusakan bebas radikal mungkin menyebabkan. Kerusakan radikal bebas dapat menyebabkan kanker. Contoh antioksidan antara lain beta-karoten, likopen, vitamin C, E, A dan lainnya zat (Sies, 1997). Hasil penelitian kapasitas antioksidan lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 adalah 23,50 mg/L GAEAC dan 25,38 mg/L GAEAC. Dari nilai yang diperoleh antara lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 tidak ada perbedaan yang mencolok. Nilai kapasitas antioksidan itu dipengaruhi oleh nilai IC_{50} , dimana nilai IC_{50} dapat dilihat pada tabel 2 untuk lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 yaitu 471,9440 ppm dan 322,2943 ppm. Menurut Molyneux (2004) menjelaskan bahwa semakin kecil nilai IC_{50} berarti aktivitas antioksidannya semakin tinggi. Dimana IC_{50} merupakan konsentrasi larutan substrat atau sampel yang mampu mereduksi aktivitas DPPH sebesar 50% atau IC_{50} dapat dikatakan bilangan yang menunjukkan konsentrasi ekstrak (ppm) yang mampu menghambat proses oksidasi sebesar 50%. Semakin kecil nilai IC_{50} berarti semakin tinggi aktivitas antioksidan. Dan dilihat dari data nilai kapasitas antioksidan dan nilai IC_{50} sesuai dengan penjelasan oleh Molyneux (2004), nilai IC_{50} untuk lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 termasuk pada golongan dengan antioksidan sangat lemah menurut Molyneux (2004) yang menyatakan bahwa suatu senyawa digolongkan secara spesifik dimana suatu senyawa dikatakan sebagai

antioksidan sangat kuat jika nilai IC_{50} kurang dari 50 ppm ($IC_{50} < 50$ ppm), kuat (50 ppm $< IC_{50} < 100$ ppm), sedang (100 ppm $< IC_{50} < 150$ ppm), lemah (150 ppm $< IC_{50} < 200$ ppm), dan sangat lemah ($IC_{50} > 200$ ppm). Dan bila dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan Harti dkk (2018), dimana nilai IC_{50} dari 99,33 ppm hingga 147,8 ppm sangat jauh berbeda dengan nilai IC_{50} untuk lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 yaitu 471,9440 ppm dan 322,2943 ppm.

KESIMPULAN

Lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 dari penelitian yang telah dilakukan memiliki kandungan makro molekul berupa karbohidrat sebesar 4,2779% dan 3,1700% , protein sebesar 0,7631% dan 0,7647% dan lemak sebesar 0,0087% dan 0,0017%. Lolah cemcem 1 dan lolah cemcem 2 yang memiliki aktivitas antioksidan (IC_{50}) yang sangat lemah dengan nilai sebesar 471,9440 ppm dan 322,2943 ppm.

UCAPAN TERIMAKASIH

Peneliti menyampaikan terima kasih kepada LP2M UNBI Bali atas kepercayaan yang diberikan untuk melaksanakan penelitian sampai selesai.

DAFTAR PUSTAKA

- Almatsier, S. 2006. Prinsip Dasar Ilmu Gizi. Jakarta: Gramedia Pustaka Utama.
- Ariati, N.K., 2012. Aktivitas Bakterisida Ekstrak Cem-cem (*Spondias pinnata* (L) Kurz) terhadap Bakteri *Erwinia Chrysanthemi* Penyebab Penyakit

- Busuk Lunak Lidah Buaya. *Jurnal Kimia*, 6(1), pp.88-92.
- Ariantari, N.P., dan S.C. Yowani. 2012. Potensi Senyawa Aktif Dari Ekstrak Daun Kedondong Hutan (*Spondias pinnata* (L.f) Kurz.) Sebagai Antituberkulosis. Laporan Penelitian Hibah Unggulan Udayana, LPPM Universitas Udayana. Denpasar.
- Asmara, A.P., 2016. Analysis of Vitamin C Level Contained in Mango Gadung (*Mangifera indica* L) With Varied Retention Time. *Elkawnie: Journal of Islamic Science and Technology*, 2(1), pp.37-50.
- Caffall, K.H. and Mohnen, D., 2009. The structure, function, and biosynthesis of plant cell wall pectic polysaccharides. *Carbohydrate research*, 344(14), pp.1879-1900.
- Fahy, E., Subramaniam, S., Brown, H.A., Glass, C.K., Merrill, A.H., Murphy, R.C., Raetz, C.R.,
- Russell, D.W., Seyama, Y., Shaw, W. and Shimizu, T., 2005. A comprehensive classification system for lipids1. *Journal of lipid research*, 46(5), pp.839-861.
- Faozan, M. 2013. *Ekstraksi dan karakterisasi pati biji durian*. Skripsi. Palu: Universitas Tadulako.
- Harti, L.B., Kurniasari, F.N., Dasilva, K., Waziroh, E. and Cempaka, A.R., 2018. Aktivitas Antioksidan pada Minuman Fungsional Berbasis Jahe dan Kacang-Kacangan sebagai Antiemetik. *Indonesian Journal of Human Nutrition*, 5(1), pp.11-17.
- Harvey, 1980. Remington Pharmaceutical Science, 16th ed., Merck Publishing Co, Pennsylvania
- Hou, D. and Lowary, T.L., 2009. Recent advances in the synthesis of 2-deoxyglycosides. *Carbohydrate research*, 344(15), pp.1911-1940.
- Kjeldahl, J.G.C.T., 1883. Neue methode zur bestimmung des stickstoffs in organischen körpern. *Zeitschrift für analytische Chemie*, 22(1), pp.366-382.
- Lamid, A., Almasyhuri, A. and Sundari, D., 2015. Pengaruh proses pemasakan terhadap komposisi zat gizi bahan pangan sumber protein. *Media Penelitian dan Pengembangan Kesehatan*, 25(4), p.20747.
- Latimer, G.W. 2016. Official Methods of Analysis of AOAC International; AOAC International: Gaithersburg, MD, USA, 2016.
- Molyneux, P., 2004. The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity. *Songklanakarin J. sci. technol*, 26(2), pp.211-219.
- Oktaviani, E.P., 2014. Kualitas dan aktivitas antioksidan minuman probiotik dengan variasi ekstrak buah naga merah (*Hylocereus polyrhizus*). *Jurnal Teknobiologi*, pp.1-15.
- Partayasa, I.N., Kadir, S. and Rahim, A., 2017. Kapasitas Antioksidan Suplemen Pada Berbagai Berat Ekstrak Bubuk Pod Husk Kakao. *AGROTEKBIS: E-JURNAL ILMU PERTANIAN*, 5(1), pp.9-17.
- Plantamor Situs Dunia Tumbuhan. (2021). *Spondias, Pinnata*. <http://plantamor.com/>. Diakses pada tanggal 17 Juli 2021.
- Pratiwi, I.D.P.K., Suter, I.K., Widpradnyadewi, P.A.S. and Wiadnyani, A.A.I.S., 2019. Perubahan fisiko-kimiawi dan mikrobiologis minuman tradisional bali (loloh) selama penyimpanan. *Agritech*, 39(1), pp.70-77.
- Sudartini, T., A'yunin, N.A.Q. and Undang, U., 2019. Karakterisasi Nilai Gizi Daun Chaya (*Cnidioscolus chayamansa*) Sebagai Sayuran Hijau Yang Mudah Dibudidayakan. *Media Pertanian*, 4(1).
- Sies, H., 1997. Oxidative stress: oxidants and antioxidants. *Experimental Physiology: Translation and Integration*, 82(2), pp.291-295.
- Wardani, L.A., Ichsan, E.A.W., Cahyana, A.H. and Yulizar, Y., 2012. Validasi metode analisis dan penentuan kadar vitamin c pada minuman buah kemasan dengan spektrofotometri uv-visible.

KAJIAN VARIASI KONSENTRASI NaOH DALAM EKSTRAKSI SILIKA DARI LIMBAH SEKAM PADI BANJAR JENIS PANDAK

Study of Variations NaOH Concentration in Silica Extraction from Banjar Rice Husk Waste Type Pandak

Dwi Rasy Mujiyanti^{1,2*}, Dahlena Ariyani^{1,2}, Nurul Paujiah²

¹Program Studi Kimia FMIPA Universitas Lambung Mangkurat

²Laboratorium Kimia Anorganik, Laboratorium FMIPA Universitas Lambung Mangkurat
Jl. A. Yani Km. 35,8 Banjarbaru 70714 Kalimantan Selatan

*Korespondensi: drmujiyanti@ulm.ac.id

DOI: 10.20527/jstk.v15i2.10373

Submitted: March 27, 2021; Revised version accepted for publication: July 23, 2021

Available online: August 9, 2021

ABSTRAK

Kajian variasi konsentrasi NaOH dalam ekstraksi silika dari limbah sekam padi Banjar jenis Pandak telah dilakukan. Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan data ilmiah dari pengaruh variasi konsentrasi NaOH terhadap kemurnian silika serta hasil karakterisasi berdasarkan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dan *X-Ray Fluorescence* (XRF). Sekam padi dilakukan proses pembakaran untuk menghasilkan abu sekam padi Pandak dan dilanjutkan proses ekstraksi dengan variasi konsentrasi NaOH 1,0 M; 1,5 M; 2,0M; 2,5M; 3,0M. Hasil penelitian menunjukkan pembakaran sekam padi Pandak menghasilkan rendemen abu sebesar 22,14% dengan hasil ekstraksi silika tertinggi pada konsentrasi NaOH 3,0M seberat 6,1377gram dengan rendemen sebesar 61,3764%. Data FTIR menunjukkan bahwa abu dan silika dari sekam padi Pandak memiliki gugus dominan yaitu gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si), sedangkan data XRF menunjukkan senyawa silika memiliki persentase tertinggi sebesar 48,600% pada konsentrasi NaOH 2,0M.

Kata kunci: abu sekam padi Pandak, ekstraksi, silika.

ABSTRACT

The study of NaOH concentration variation in silica extraction from Banjar rice husk waste type "Pandak". This study aims to obtain scientific data from the influence of variations in NaOH concentration on silica purity as well as characterization results based on Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and X-Ray Fluorescence (XRF). The research method was carried out using husks originating from Kurau Village, Tanah Laut Regency by going through the combustion process to produce Pandak rice husk ash and continued the extraction process with a variation of NaOH concentration of 1.0 M; 1.5 M; 2.0M; 2.5M; 3.0M. The combustion result of Pandak rice husk obtained ash with a yield of 22.14% with the highest silica extraction yield at NaOH concentration of 3.0M weighing 6.1377 grams with a yield of 61.3764%. Then for the results of characterization of function group identification based on FTIR shows that ash and silica from Pandak rice husk has a dominant group namely silanol (Si-OH) and siloxane (Si-O-Si) clusters, while for composition characterization using XRF silica compound has the highest percentage of 48.600% obtained at NaOH concentration of 2.0M.

Keywords: Pandak rice husk ash, extraction, silica.

PENDAHULUAN

Padi merupakan komoditas pertanian utama di berbagai daerah di Indonesia, salah satunya berada di Provinsi Kalimantan Selatan. Padi yang dihasilkan ada beraneka macam varietas, dan padi jenis Pandak adalah salah satunya. Salah satu keunikan lokal ini adalah memiliki umur yang panjang, yang hanya satu kali dalam setahun untuk pola tanamnya (Khairullah *et al.*, 2008). Keunggulan dari varietas lokal ini yaitu kemudahan dalam membudi daya, harga jual yang tinggi, dan karakteristik beras atau nasi yang disukai oleh masyarakat (Wahdah & Langai, 2010). Produksi 100% padi yang dipanen menghasilkan 72% beras, 20% sekam padi dan sisanya dedak (Warsito *et al.*, 2006).

Sekam yang tidak dioptimalkan pemanfaatannya akan menyebabkan permasalahan baru yaitu menumpuknya limbah padat sekam dan proses degradasinya berlangsung secara lambat. Komponen sekam padi sendiri terdiri dari lapisan keras yang membungkus kariopsis butir gabah yang disebut *lemma* dan *palea* yang saling bertautan dan juga terdiri atas 34-44% selulosa, 23-30% lignin, 13-39% abu, dan 8-15% air. Berdasarkan komponen tersebut diketahui bahwa sekam yang melalui proses pembakaran akan menghasilkan abu sekam yang mengandung kadar silika yang relatif tinggi yaitu sebesar 86,90-97,30% dan sejumlah kecil alkali dan logam pengotor.

Pemanfaatan silika ini cukup luas dalam kegiatan industri maupun kehidupan sehari-

hari, yaitu sebagai penyerap kadar air dan pengatur kelembapan bahan suatu produk. Oleh karena itu silika dari limbah sekam padi memiliki potensi sebagai sumber silika terbarukan dan sekaligus mampu meningkatkan nilai tambah dari limbah sekam padi (Agung *et al.*, 2013). Metode yang digunakan untuk mendapatkan silika adalah dengan menggunakan ekstraksi alkali yang didasarkan pada tingginya kelarutan silika yang cukup tinggi dalam pelarut basa seperti NaOH. Menurut Kalapathy *et al.* (2000) kelarutan silika dari abu sekam padi sangat rendah pada pH<10 dan akan meningkat pada pH>10, oleh karena itu ekstraksi silika dari abu sekam padi dilakukan dengan menggunakan pelarut alkali untuk mendapatkan pengendapan silika yang akan dilanjutkan dengan proses penetralan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh variasi konsentrasi NaOH terhadap kemurnian silika dari limbah sekam padi Banjar jenis "Pandak" yang berada di Desa Kurau, Kabupaten Tanah Laut. Serta hasil karakterisasi silika yang diperoleh berdasarkan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR) dan *X-Ray Fluorescence* (XRF).

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah ayakan 240 *mesh* merk *Retsch*, botol semprot, buret, cawan porselen, erlenmeyer, *furnace* merk *Ney Vulcan* Tipe D-550, gelas kimia, kaca arloji, neraca analitik OHAUS model PIONEER, neraca analitik

model LIBERTINI, oven merk *Memmert*, pH indikator universal, pipet tetes, pipet ukur, statif, *stirring hot plate* merk Stuart Tipe CB 302, sudip, termometer, label penanda, X-Ray Fluorescence (XRF) merk Rigaku Tipe NEX DE, dan *Fourier Transform Infrared* (FTIR) merk (*Bruker Spectrometer*) Tipe Alpha II.

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah akuades, H₂SO₄ (p.a Merck), kertas Whatman no. 42, NaOH padat (Mr = 40,00 g/mol) (p.a Merck), NH₄OH dan sekam padi jenis "Pandak".

Prosedur Kerja

Preparasi sekam padi

Proses awal, membersihkan kotoran atau debu dan tanah yang ada dalam sekam menggunakan air bersih, direndam dalam air panas selama 2 jam, kemudian disaring dan dicuci kembali sebanyak tiga kali menggunakan air panas.. Sekam yang sudah bersih dikeringkan di bawah sinar matahari, dan pengeringan dengan oven pada suhu 110°C selama 3 jam (Pratomo *et al.* 2013).

Pengabuan sekam padi

Sekam yang kering dimasukkan ke dalam cawan porselen, diabukan pada suhu awal 200°C selama 1 jam dengan *furnace*. Proses selanjutnya, pembakaran sekam pada 600°C selama 4 jam untuk terbentuk abu berwarna putih. (Apriliani, 2016). Abu yang dihasilkan kemudian digerus dan diayak menggunakan ayakan 240 *mesh*.

Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi

Proses pemurnian dilakukan dengan cara mengekstraksi abu sekam padi yang diperoleh dengan memasukkan abu sebanyak 10 gram dan pada masing-masing gelas kimia (A, B, C, D, E) ukuran 250 mL. Masing-masing gelas kimia ditambahkan dengan 80 mL NaOH secara berurutan dengan konsentrasi berturut-turut yaitu 1,0M; 1,5M; 2,0M; 2,5M; 3,0M, kemudian dipanaskan menggunakan *stirring hot plate* pada suhu 90-95°C selama 1 jam sambil diaduk menggunakan magnetik *stirrer*. Larutan ampuran tersebut kemudian disaring menggunakan kertas Whatman no. 42 dan residu yang dihasilkan dicuci dengan akuades hangat sebanyak 20 mL. Filtrat yang diperoleh didiamkan 24 jam pada suhu ruang. Hasil filtrat ini disebut larutan natrium silikat (Na₂SiO₃).

Proses selanjutnya larutan natrium silikat dititrasi dengan H₂SO₄ 5,0M tetes demi tetes sampai terbentuk gelatin hingga pH 2 dan ditambah larutan NH₄OH 1,66M sampai pH 7 dengan pengadukan konstan pada suhu ruang menggunakan magnetik *stirrer* serta dilakukan pada suhu ruang. Silika yang terbentuk didiamkan pada suhu ruang selama 24 jam, kemudian disaring dan dicuci dengan akuades hangat dan dikeringkan dalam oven pada suhu 100°C selama 5 jam. Silika kering yang diperoleh kemudian ditimbang dan dihitung persentasi rendemennya (Arif, 2011).

Karakterisasi silika

Analisis Gugus Fungsi

Sampel abu dan silika dari sekam padi Pandak dianalisis dengan menggunakan

Fourier Transform Infrared (FTIR) pada bilangan gelombang 500-4000 cm^{-1} .

Analisis Komposisi Sampel Silika

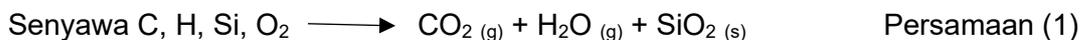
Sampel akan dianalisis dengan menggunakan *X-Ray Fluorescence* (XRF) untuk mengetahui kandungan unsur-unsur yang terdapat di dalam sampel.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Bahan baku adalah sekam padi jenis Pandak yang berasal dari Desa Kurau, Kabupaten Tanah Laut, Kalimantan Selatan. Tahapan awal yang dilakukan adalah preparasi sampel. Sekam padi dibersihkan dari tanah maupun kotoran dengan menggunakan air panas. Sekam yang bersih, dikeringkan di bawah sinar matahari dan dilanjutkan dengan pengeringan

menggunakan oven pada suhu 110°C selama 3 jam agar air yang tersisa hilang sepenuhnya.

Sekam yang telah kering selanjutnya diabukan dengan cara dipanaskan pada suhu awal 200°C selama 1 jam, kemudian suhu dinaikkan menjadi 600°C selama 4 jam. Menurut Nuryono (2004), suhu 600°C adalah suhu optimum untuk pengabuan abu sekam padi. Hal ini dikarenakan suhu pengabuan suhu 500°C masih terdeteksi karbon yang belum teroksidasi sempurna sehingga kadar silika dalam abu masih relatif rendah. Sedangkan, pengabuan di atas 700°C akan mengalami kesulitan proses destruksi karena abu memiliki karakteristik kristal yang tinggi. Menurut Sriyanto dan Darwanta (2017) reaksi yang terjadi pada proses pengabuan ditunjukkan pada Persamaan 1.



Hasil pengabuan sekam padi Pandak mengalami penurunan massa dari sekam seberat 124,86 gram dan diperoleh abu sebanyak 27,65 gram dengan rendemen sebesar 22,14% seperti yang disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Massa abu sekam padi Pandak

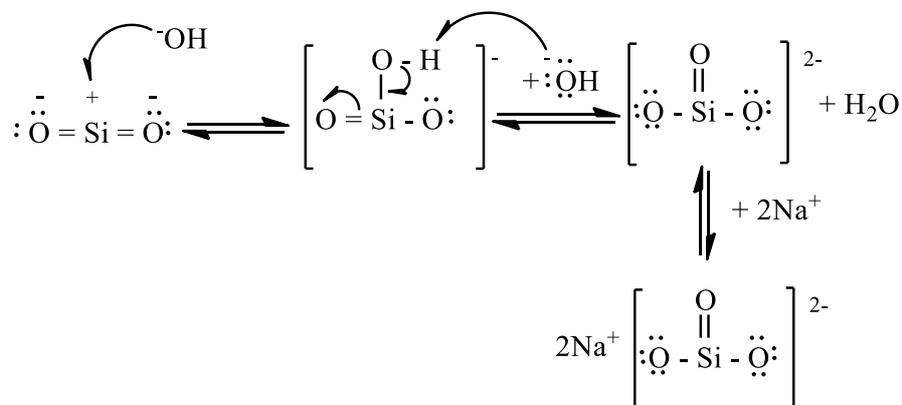
No.	Cawan	Sekam	Abu
		(gram)	
1	A	25,82	5,66
2	B	25,76	5,66
3	C	22,32	4,99
4	D	25,57	5,72
5	E	25,39	5,62
Rata-rata		124,86	27,65



Abu yang diperoleh kemudiam digerus dan diayak dengan ayakan 240 *mesh* untuk menyeragamkan ukuran. Proses selanjutnya destruksi dengan NaOH dengan variasi konsentrasi 1,0M; 1,5M; 2,0M; 2,5M; 3,0M (gambar 2) pada pemanasan $90-95^{\circ}\text{C}$ dan diaduk selama 1 jam dengan magnetik *stirrer* yang bertujuan mendistribusikan suhu agar merata dan mempercepat peleburannya. Proses peleburan bertujuan untuk mengubah SiO_2 menjadi ion silikat sesuai dengan Persamaan (2) dan (3)

Peleburan pada keadaan temperatur yang tinggi akan mengakibatkan NaOH terdisosiasi sempurna membentuk ion Na^+

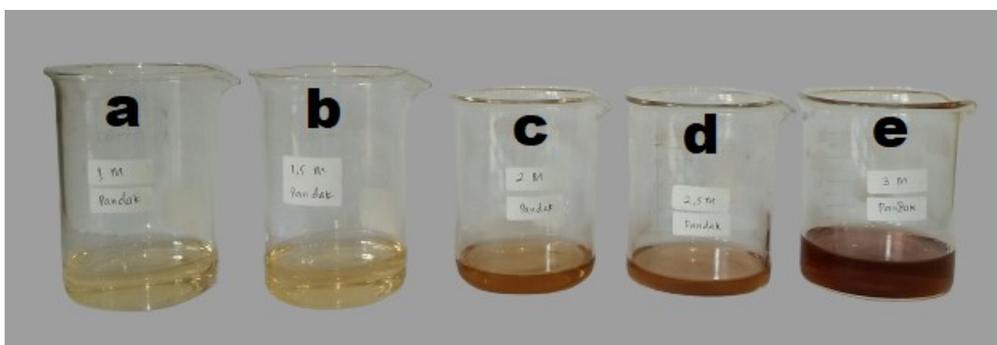
dan OH^- . Mekanisme reaksi yang diperkirakan terjadi pada saat pembentukan Na_2SiO_3 ditampilkan dalam Gambar 1.



Gambar 1. Mekanisme reaksi pembentukan natrium silikat (Astuti, 2004)

Larutan Na_2SiO_3 yang dihasilkan mengandung anion silikat ($\equiv\text{Si-O}^-$) sebagai gugus reaktif dengan ion natrium sebagai penyeimbang muatan (Dewi, 2005). Larutan yang terbentuk disaring dengan kertas saring *Whatman* No. 42 untuk memisahkan residu

dengan filtrat. Penambahan akuades hangat sebanyak 20 mL bertujuan agar silikat pada larutan terdisosiasi menjadi ion Na^+ dan SiO_3^{2-} dan dibiarkan selama 18 jam untuk mengoptimalkan pelarutan natrium silikat.



Gambar 2. Proses destruksi silika menggunakan NaOH (a) 1,0M; (b) 1,5M; (c) 2,0M; (d) 2,5M; (e) 3,0M

Berdasarkan Gambar 2 destruksi basah dengan variasi konsentrasi NaOH juga silika hasil destruksi menghasilkan intensitas warna yang semakin pekat (intensitas warna naik) seiring bertambahnya konsentrasi NaOH yang digunakan. yang terbentuk Hal ini disebabkan karena adanya zat yang tidak diinginkan (pengotor) yang terkandung di dalam sekam

padi, diantaranya karbon, natrium, kalium, besi, dan lain-lain (Nugraha *et al.*, 2001, Hariyati, 2017). Pembuatan silika dari larutan Na_2SiO_3 yang sudah didiamkan dilakukan dengan penambahan asam. Pada penelitian ini larutan asam yang digunakan adalah H_2SO_4 5,0M. Larutan Na_2SiO_3 larutan H_2SO_4 per tetes sampai pH 2 sambil diaduk dengan

pengaduk magnetik pada suhu ruang. Tujuan penambahan asam ini untuk menurunkan kadar pengotor berupa oksida-oksida logam



Pembentukan silika dari penambahan asam menghasilkan silika dengan berwarna putih kecoklatan, sehingga dilanjutkan dengan penambahan larutan NH_4OH 1,66M tetes demi tetes sampai pH 7. Larutan NH_4OH bertujuan untuk menaikkan pH dari asam ke netral, sehingga garam mengalami ionisasi menjadi NH_4^+ dan OH^- untuk menetralkan ion H^+ yang berlebih dalam larutan dengan keadaan yang sangat asam dan dilanjutkan proses pematangan selama 18 jam. Endapan silika yang terbentuk kemudian dicuci dengan akuades hangat dan dikeringkan di dalam oven pada suhu 100°C selama 5 jam. Penggunaan akuades hangat lebih efektif dikarenakan pencucian pada suhu lebih tinggi, rapat massa akuades akan lebih kecil. Selain itu, akuades hangat cenderung lebih besar melarutkan pengotor dibandingkan akuades

seperti Na_2O , K_2O dan CaO (Mujiyanti *et al.*, 2010). Reaksi yang terjadi pada proses pengasaman ditunjukkan pada Persamaan 4.

dingin, sehingga silika murni dapat diperoleh dengan baik. Silika yang diperoleh dari setiap variasi konsentrasi NaOH —dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Serbuk silika hasil variasi konsentrasi NaOH : (a) 1,0M (b) 1,5M; (c) 2,0M; (d) 2,5M; (e) 3,0M

Hasil pemisahan silika dari abu sekam padi melalui destruksi menggunakan NaOH dengan konsentrasi yang bervariasi menghasilkan kadar silika yang berbeda seperti yang disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Rendemen silika yang dihasilkan dari variasi konsentrasi NaOH

No	Konsentrasi NaOH	Berat abu (gram)	Berat Silika (gram)	Kadar (%)
1	1,0 M	10,0000	3,6778	36,7780
2	1,5 M	10,0001	4,7727	47,7265
3	2,0 M	10,0002	3,3498	33,4973
4	2,5 M	10,0000	2,5695	25,6950
5	3,0M	10,0001	6,1377	61,3764

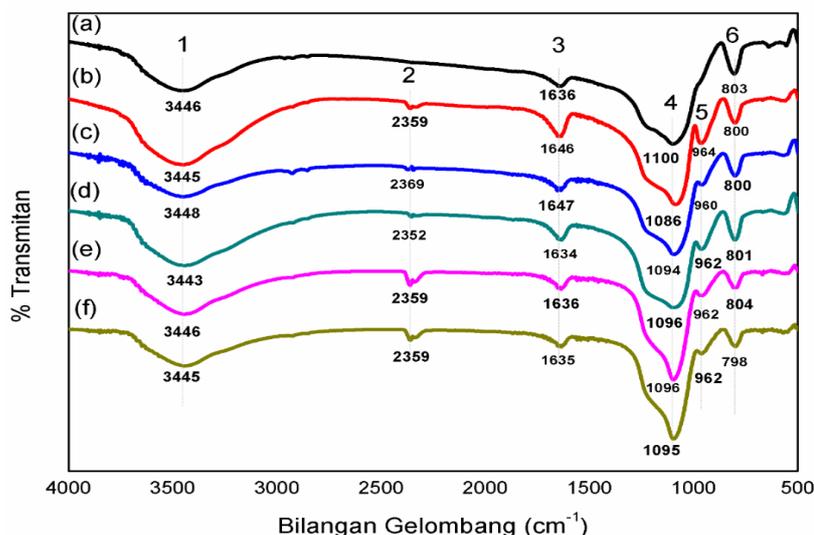
Data pada Tabel 2 menunjukkan bahwa kadar silika terbanyak diperoleh pada konsentrasi NaOH 3,0M sebesar 6,1377 gram dengan rendemen sebesar 61,3764%.

Analisis Gugus Fungsi menggunakan FTIR

Hasil karakterisasi silika yang dihasilkan disajikan pada Gambar 4. Berdasarkan spektra pada Gambar 4 yang menggambarkan adanya gugus fungsi dalam

sampel abu sekam padi Pandak dan pada sampel silika hasil perlakuan variasi konsentrasi NaOH yang pola serapannya

adalah gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si).



Gambar 4. Spektrogram FTIR untuk (a) abu sekam padi Pandak, silika (b) 1,0M; (c) 1,5M; (d) 2,0M; (e) 2,5M; (f) 3,0M.

Pada Gambar 4, terlihat beberapa gugus fungsi karakteristik dari silika, diantaranya vibrasi ulur -OH dari (Si-OH) silanol dengan kisaran bilangan gelombang 2800-3750 cm^{-1} dan gugus fungsi vibrasi tekuk Si-O dari (Si-O-Si) siloksan pada bilangan gelombang 2318-2469 cm^{-1} . Pada bilangan gelombang 1632-1649 cm^{-1} menunjukkan gugus fungsi dengan vibrasi tekuk -OH dari (Si-OH) dan gugus fungsi pada bilangan gelombang 1000-1100 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur asimetri Si-O dari (Si-O-Si) siloksan. Selanjutnya pada bilangan gelombang 956-964 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi vibrasi ulur simetri Si-O dari (Si-OH) silanol dan bilangan gelombang 620-900 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus fungsi dari vibrasi ulur simetri Si-O dari (Si-O-Si) siloksan. Gugus-gugus fungsi karakteristik tersebut terlihat baik dari sampel abu sekam padi Pandak dan silika hasil variasi

konsentrasi NaOH 1,0M; 1,5M; 2,0M; 2,5M; 3,0M.

Hasil spektrogram FTIR pada Gambar 4 menggambarkan bahwa adanya gugus fungsi yang muncul setelah perlakuan variasi konsentrasi NaOH pada abu. Daerah serapan tekukan Si-O pada gugus siloksan mengalami deformasi dari abu ke silika dengan bilangan gelombang 2352-2369 cm^{-1} yang pada sampel abu puncak tidak terlihat, sedangkan setelah perlakuan variasi konsentrasi NaOH menunjukkan adanya penampakan puncak (Sembiring, 2017). Adanya gugus Si-O-Si disebabkan terjadinya reaksi kondensasi dimana spesies anion silikat akan menggantikan -OH pada silanol (Si-OH) sehingga terbentuk Si-O-Si (Mujiyanti *et al.*, 2010). Gugus fungsi pada vibrasi dengan bilangan gelombang 960-964 cm^{-1} menunjukkan terbentuknya gugus simetri pada Si-O dari silanol untuk sampel hasil dari

variasi konsentrasi NaOH, sedangkan pada abu sekam padi Pandak tidak terlihat puncak tersebut. Faktor munculnya gugus fungsi pada bilangan tersebut dikarenakan adanya pengaruh tingkat kemurnian dari pembentukan senyawa natrium silikat dari peleburan abu dengan NaOH (Adziimaa et al., 2013). Spektra FTIR dari sekam padi Pandak menunjukkan bahwa abu dan silika hasil

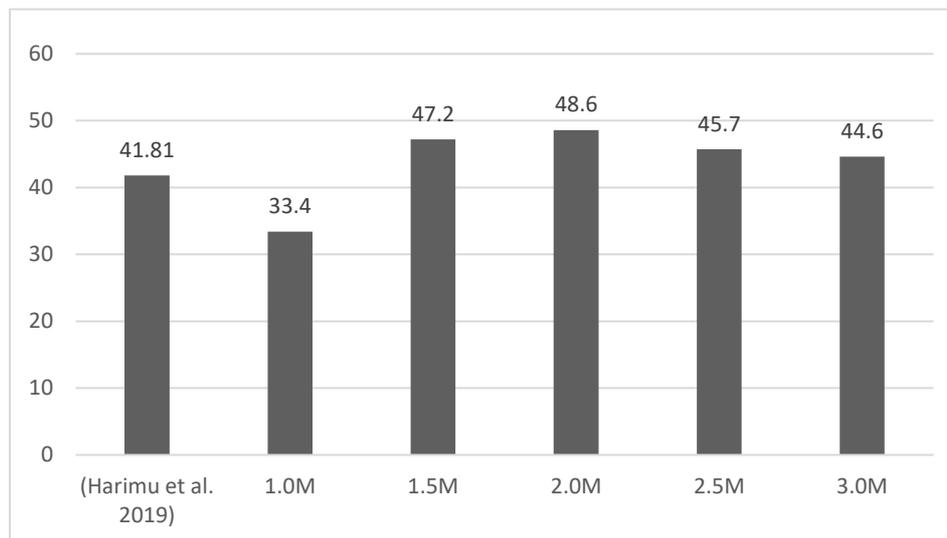
variasi konsentrasi NaOH memiliki gugus dominan yaitu gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si).

Analisis Komposisi Sampel Silika X-Ray Fluorescence (XRF)

Karakterisasi silika yang dihasilkan menggunakan XRF disajikan pada Tabel 3 dan Gambar 5.

Tabel 3. Data analisis XRF silika dari variasi konsentrasi

Senyawa	Acuan (%) (Harimu <i>et al.</i> , 2019)	Konsentrasi NaOH (%)				
		1,0M	1,5M	2,0M	2,5M	3,0M
Na ₂ O	2,577	-	-	-	-	-
MgO	0,393	-	-	-	-	-
Al ₂ O ₃	0,770	0,451	0,747	-	-	-
SiO ₂	41,810	33,400	47,200	48,600	45,700	44,600
P ₂ O ₅	0,769	1,670	2,220	2,200	2,200	2,140
K ₂ O	0,404	-	-	-	-	-
CaO	0,180	0,068	0,101	0,368	0,082	0,267
TiO ₂	0,012	-	-	0,052	-	-
Fe ₂ O ₃	0,040	0,002	0,002	0,023	0,003	0,017



Gambar 5. Perbandingan hasil komposisi SiO₂ dari variasi konsentrasi NaOH

Berdasarkan Tabel 3 dan Gambar 5 didapatkan bahwa sebagian besar senyawa yang terkandung dalam sampel tidak

terdeteksi. Hal ini dipengaruhi oleh proses pencucian dengan H₂O yang bertujuan untuk menghilangkan senyawa pengotor yang

terbentuk selama proses perlakuan (Izzati *et al.*, 2013). Penelitian yang telah dilakukan oleh Harimu *et al.* (2019) pada konsentrasi NaOH 3,0M didapatkan persentase 41,810% dengan menggunakan sampel abu sekam padi dari Desa Mataiwoi, Sulawesi Tenggara. Hasil silika dari abu sekam padi Pandak dengan variasi konsentrasi NaOH didapatkan persentase optimum pada konsentrasi 2,0M sebesar 48,60 %. Adanya perbedaan konsentrasi NaOH dan persentase silika yang dihasilkan dikarenakan bedanya jenis abu sekam yang serta karakteristik jenis tanah dari tiap wilayah mempengaruhi pertumbuhan tanaman pertanian (Tufaila & Syamsu, 2014). Menurut penelitian dan pengembangan lahan rawa yang dilakukan Haryono *et al.* (2013) diketahui bahwa lahan rawa pasang surut dari Desa Kurau merupakan golongan tanah gambut karena mempunyai tanah dengan pH kisaran 4,0-4,5 dan juga memiliki tipologi lahan dengan kadar aluminium dan besi yang cukup tinggi.

Persentase silika sekam padi Pandak dari variasi konsentrasi NaOH pada kondisi 1,0M menunjukkan jumlah silika yang diikat menjadi natrium silikat relatif lebih kecil yaitu sebesar 33,400%, dan sebaliknya pada konsentrasi NaOH 3,0M menyebabkan kadar silika menjadi menurun. Hal ini disebabkan karena pada abu sekam padi Pandak yang terikat dengan NaOH pada kondisi konsentrasi yang tinggi viskositasnya mengalami penambahan sehingga mengurangi aktivitas ion di dalam larutan, sehingga jumlah ikatan yang terbentuk antara

NaOH dan SiO₂ dalam abu sekam padi Pandak berkurang (Harimu *et al.*, 2019).

KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa hasil ekstraksi silika diperoleh kadar silika terbanyak pada konsentrasi NaOH 3,0M yaitu sebesar 6,1377 gram dengan rendemen sebesar 61,3764%. Hasil identifikasi gugus fungsi berdasarkan FTIR menunjukkan bahwa abu dan silika dari sekam padi Pandak memiliki gugus dominan yaitu gugus silanol (Si-OH) dan siloksan (Si-O-Si) pada bilangan gelombang 2800-3750 cm⁻¹ dan 1000-1100 cm⁻¹. Sedangkan untuk karakterisasi komposisi menggunakan XRF senyawa silika memiliki persentase tertinggi yaitu sebesar 48,600% yang diperoleh pada konsentrasi NaOH 2,0M.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis haturkan kepada semua pihak yang terlibat dalam penelitian ini dari hibah Penelitian Dosen Wajib Meneliti ULM Tahun 2020 dan dibiayai Oleh DIPA Universitas Lambung Mangkurat Tahun Anggaran 2020 Nomor : 023.17.2.6777518/2020 Tanggal 16 Maret 2020.

DAFTAR PUSTAKA

Agung, G.F., Hanafie, M.R., & Mardina, P. 2013. Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi dengan Pelarut KOH. *Konversi*. 2(1):28-31.

- Anam, C., Sirojudin K., & Sofyan. F. 2007. Analisis Gugus Fungsi pada Sampel Uji, Bensin dan Spiritus menggunakan Metode Spektroskopi FTIR. *Berkala Fisika*. **10**: 79-85.
- Apriliyani, N. 2016. *Jenis Pelarut dan Waktu Pemeraman pada Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi Varietas Ciherang*. Skripsi, Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Arif, M.F. 2011. *Sintesis dan Karakterisasi Nanosilika Dari Abu Sekam Padi Dengan Proses Sol-Gel*. Skripsi, FMIPA Unlam. Banjarbaru.
- Astuti, W. 2004. *Analisis Model Mekanisme Reaksi Pada Proses Pembuatan Na_2SiO_3 Dari Abu Sekam Padi dan Larutan Soda Api Secara Sinambung*. Prosiding Seminar Nasional Hasil Penelitian MIPA. Semarang.
- Dewi, L. 2005. *Termodinamika Adsorpsi Zn(II) dan Cd(III) pada Adsorben Hibrida Amino-Silika Hasil Pengolahan dari Abu Sekam Padi*. Skripsi. FMIPA UGM, Yogyakarta.
- Harimu, L., Rudi, L., Haetami, A., Santoso, G.A.P., & Asriyanti. 2019. Studi Variasi Konsentrasi NaOH dan H_2SO_4 untuk Memurnikan Silika dari Abu Sekam Padi sebagai Adsorben Ion Logam Pb^{2+} dan Cu^{2+} . *Indo. J. Chem. Res.* **6**(2): 81-87.
- Hariyati, N.H.E. 2017. *Sintesis dan Karakterisasi Nanosilika dari Abu Sekam Padi Menggunakan Metode Sol-Gel dengan Penambahan Polivinil Alkohol (PVA)*. Skripsi, FMIPA Unlam. Banjarbaru.
- Haryono, Noor, M., Syahbuddin, H., & Sarwani, M. 2013. *Lahan rawa penelitian dan pengembangan*. IAARD Press. Jakarta.
- Hayati, D., Pardoyo & Azmiyawati, C. 2017. Pengaruh Variasi Jenis Asam terhadap Karakter Nanosilika yang Disintesis dari Abu Sekam Padi. *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*. **20** (1):1-4.
- Izzati, H.N., Nisak, F., Munasir. 2013. Sintesis dan Karakterisasi Kekristalan Nanosilika Berbasis Pasir Bancar. *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia*. **02**(03):19-22.
- Kalapathy, U., Proctor, A., & Shultz, J. 2000. An Improved Method for Production of Silica from Rice Hull Ash. *Bioresource Technology*. **73**: 257-262.
- Khairullah, I., William, E., & Nurtirtayani. 2008. *Potensi Genetik Plasma Nutfah Tanaman Pangan di Lahan Rawa*. Balai Penelitian Pertanian Lahan Rawa.
- Mujiyanti, D.R., Astuti, M.D., & Umaningrum, D. 2010. *Pembuatan Silika Amorf dari Limbah Sekam Padi Gambut Kabupaten Banjar Kalimantan Selatan*. Laporan Penelitian DIPA. FMIPA Universitas Lambung Mangkurat. Banjarbaru.
- Nuryono, Narsito, Tasmilah & Sriyanti, 2004. *Selektivitas Silika Gel Termodifikasi Gugus Tiol untuk Adsorpsi Kadmium (II) dan Tembaga (II)*. Seminar Nasional MIPA diselenggarakan oleh FMIPA UNDIP. Yogyakarta.
- Permatasari N., Suchaya, T.N., & Nandiyanto., A.B.D. 2016. Review: Agricultural Wastes as a Source of Silica Material. *Indonesian Journal of Science & Technology*. **1** (1):82-106.
- Pratomo, I., Wardhani, S, & Purwonugroho, D. 2013. Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel. *Kimia Student Journal*. **2**(1): 358-364.
- Sholikha, I., Friyatmoko, W.K., Utami, E.D.S. Listiyanti & Widyaningsih, D. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Limbah Abu Sekam Padi (*Oryza Sativa*) dengan Variasi Konsentrasi Pengasaman. *Pelita-jurnal penelitian mahasiswa UNY*. **5**(2).
- Sriyanto & Darwanta. 2017. Kajian Pengaruh Jenis Asam pada Pemurnian Abu Sekam Padi. *AVOGADRO Jurnal Kimia*. **1**(1):30-33.
- Sudiarta, I.W., Diantariani, N.P., & Suarya, P. 2013. Modifikasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi dengan Ligan Difenilkarbazon. *JURNAL KIMIA*. **7**(1):57-63.
- Suyanta & Kuncaka, A. 2011. Utilization of Rice Husk as Raw Material in Synthesis of Mesoporous Silicates MCM-41. *Indo. J. Chem.* **11**(3):279-284.
- Trivana, L., Sugiarta, S., & Rohaeti, E. 2015. Sintesis dan Karakterisasi Natrium Silikat (Na_2SiO_3) dari Sekam Padi. *Jurnal Sains dan Teknologi Lingkungan*. **7**(2): 66-75.

- Tufaila, M. & Alam, S. 2014. Karakteristik Tanah dan Evaluasi Lahan untuk Pengembangan Tanaman Padi Sawah di Kecamatan Oheo Kabupaten Konawe Utara. *AGRIPLUS*. **24**(02):ISSN 0854-0128.
- Wahdah, R., Langai, B.F., & Sitaresmi, T. 2012. Keragaman Karakter Varietas Lokal Padi Pasang Surut Kalimantan Selatan. *Penelitian Pertanian Tanaman Pangan*. **31**(3): 158-165.
- Warsito, Sri., Sariatun, & Taslimah. 2006. *Pengaruh Penambahan Surfaktan Cetyltrimethylammonium Bromide (N-Ctmabr) pada Sintesis Zeolit Y*. Skripsi, Universitas Diponegoro.

ANALISIS PROKSIMAT DAN FITOKIMIA BUAH PEDADA (*Sonneratia ovata* Back.)

Proxymate and Phytochemical Analysis Pedada Fruit (Sonneratia ovata Back.)

Maria Dewi Astuti, Mahrita Wulandari, Kholifatu Rosyidah, Radna Nurmasari

Program Studi Kimia FMIPA
Universitas Lambung Mangkurat
Jalan A Yani Km 36 Banjarbaru Kalimantan Selatan
¹e-mail: mdastuti@ulm.ac.id

DOI: 10.20527/jstk.v15i2.10728

Submitted: May 28, 2021; Revised version accepted for publication: July 23, 2021

Available online: August 9, 2021

ABSTRAK

Penelitian tentang analisis proksimat dan fitokimia buah pedada (*Sonneratia ovata* Back.) telah dilakukan. Tumbuhan pedada (*S. ovata* Back.) telah digunakan sebagai bahan pangan ataupun sebagai bahan obat tradisional oleh masyarakat di Kotabaru, Kalimantan Selatan. Hal ini berkaitan erat dengan zat gizi dan fitokimia dari buah tersebut. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kadar proksimat dan kandungan fitokimia pada buah *S. ovata* Back.. Penetapan kadar proksimat meliputi kadar air, abu, protein, lemak, dan karbohidrat. Analisis fitokimia meliputi skrining fitokimia dan penetapan kadar saponin berdasarkan metode gravimetri dan flavonoid berdasarkan metode spektrofotometri. Hasil penelitian menunjukkan buah pedada (*S. ovata* Back.) memiliki kadar air 64,28%, abu 1,04%, lemak 1,80%, protein 9,33%, dan karbohidrat 2,19%. Skrining fitokimia menunjukkan buah pedada mengandung flavonoid, saponin, karotenoid, dan steroid. Kadar saponin total sebesar 0,99% dan kadar flavonoid total sebesar 4,6154 mgQE/g.

Kata Kunci: pedada, *Sonneratia ovata* Back., proksimat, buah, fitokimia.

ABSTRACT

Research on proximate and phytochemical analysis of pedada fruit (*Sonneratia ovata* Back.) has been carried out. Pedada fruit (*S. ovata* Back.) has been used as a food ingredient or as an ingredient in traditional medicine by people in Kotabaru, South Kalimantan. This is closely related to the nutrients and phytochemicals of the fruit. This study aims to determine the proximate content and phytochemical content of *S. ovata* Back.. Determination of proximate content includes moisture, ash, protein, fat, and carbohydrate. Phytochemical analysis includes phytochemical screening and determination of saponin levels based on the gravimetric method and flavonoids based on the spectrophotometric method. The results showed that pedada fruit (*S. ovata* Back.) had 64.28% moisture content, 1.04% ash, 1.80% fat, 9.33% protein, and 2.19% carbohydrate. Phytochemical screening showed pedada fruit contains flavonoids, saponins, carotenoids, and steroids. Total saponin content is 0.99% and total flavonoid content is 4,6154 mgQE/g.

Keywords: pedada, *Sonneratia ovata* Back., proximate, fruit, phytochemicals.

PENDAHULUAN

Tumbuhan menghasilkan berbagai metabolit dalam metabolismenya, baik dari metabolisme primer atau sekunder. Metabolit-metabolit ini telah menjadi sumber bahan pangan ataupun dimanfaatkan sebagai

bahan dalam menjaga kesehatan atau mengobati berbagai penyakit. Karbohidrat, lemak, protein merupakan metabolit primer yang umum terdapat pada berbagai tumbuhan dan memiliki nilai gizi saat dikonsumsi. Beberapa metabolit sekunder seperti alkaloid,

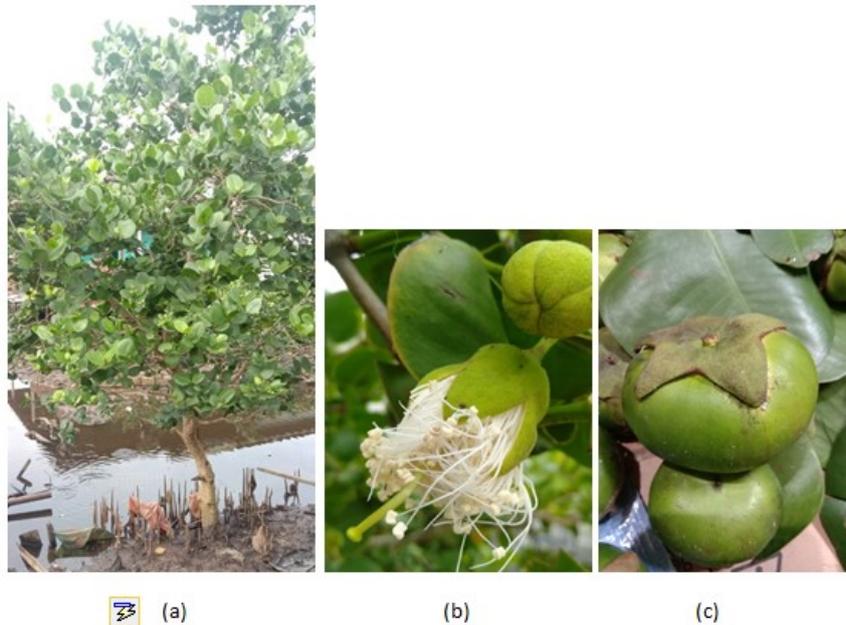
terpenoid, steroid, flavonoid, kuinon, karotenoid, santon, tanin, dan lain-lain telah diketahui memiliki berbagai bioaktivitas, seperti antibakteri, antifungi, antikanker, antioksidan, dan lain-lain.

Genus *Sonneratia* termasuk dalam family Lythraceae merupakan salah satu tumbuhan mangrove yang tumbuh di pesisir pantai dan daerah rawa-rawa yang terpengaruh oleh pasang surut air laut. Genus ini terdiri dari 9 spesies, yaitu *S. apetala*, *S. urama*, *S. caseolaris*, *S. gulngai*, *S. hainanensi*, *S. griffithii*, *S. lanceolata*, *S. alba*, dan *S. ovata* (Duke, 2006). Tumbuhan ini dikenal dengan nama pedada. Nama lainnya yaitu rambai (Banjar), bogem (Jawa), berembang (Malaysia), dan lain-lain. *S. ovata* Back. banyak ditemukan tumbuh di daerah pesisir pantai Kotabaru, Kalimantan Selatan.

Berbagai bagian tumbuhan *Sonneratia* sp, seperti buah, kulit kayu, dan daun telah dimanfaatkan oleh masyarakat dalam pengobatan tradisional seperti untuk pengobatan asma, untuk menurunkan panas, pengobatan ambeien, keseleo, bisul, hepatitis, dan menghentikan pendarahan (Nguyen *et al.*, 2015). Soeroyo *et al.*, (1989) melaporkan bubur buah pedada digunakan untuk mengatasi kejang-kejang atau salah urat, ekstrak air buah untuk mengobati batuk, dan air buahnya yang telah difermentasi dipakai untuk menghentikan pendarahan. Buah muda *S. alba* dijadikan bahan olahan seperti sirup atau jus, dan atau dibuat menjadi tepung dan menjadi bahan baku pembuatan wajik atau kue (Santoso *et al.*, 2005). Secara

tradisional masyarakat Kalimantan Selatan menggunakan buah dan daun tumbuhan pedada (*S.ovata* Back.) sebagai ramuan bedak dingin. Buah *S.ovata* Back seringkali dimakan langsung sebagai bahan rujak atau ditambahkan pada sambal cabe oleh masyarakat setempat.

Beberapa penelitian fitokimia terhadap beberapa tumbuhan genus *Sonneratia* telah dilakukan beberapa peneliti. Skrining fitokimia terhadap buah pedada merah (*S.caseolaris*) menunjukkan adanya senyawa alkaloid, flavonoid, fenolik, tanin, saponin, dan steroid (Niken *et al.*, 2019). Srinegri *et al.*, (2019) telah menguji fitokimia dari berbagai bagian tumbuhan *S. caseolaris*, yaitu bagian kulit, daun, batang, dan akar. Daun *S. caseolaris* diketahui memiliki aktivitas antioksidan (Herwinda *et al.*, 2013), dan akarnya memiliki aktivitas antimikroba dan antioksidan (Simlai *et al.*, 2014). Gazali *et al.* (2020) melaporkan ekstrak metanol daun *S. alba* mengandung flavonoid, steroid, fenolik, dan tanin. Penggunaan tumbuhan pedada (*S. ovata* Back.) sebagai bahan pangan ataupun sebagai bahan obat tradisional oleh masyarakat di Kotabaru, Kalimantan Selatan berkaitan erat dengan zat gizi dan fitokimia dari buah tersebut tetapi belum ada informasi terkait tentang hal tersebut. Oleh karena itu maka dilakukan analisis proksimat dan fitokimia dari buah pedada (*S. ovata* Back.) yang berasal dari Kotabaru, Kalimantan Selatan. Bagian tumbuhan pedada (*S. ovata* Back.) dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pohon (a), bunga (b), buah (c) *Sonneratia ovata* Back.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis Shimadzu, corong pisah, cawan porselin, kertas saring Whatman, oven, neraca analitik, *magnetic stirrer*, *hot plate*, penangas air, buret, statif dan peralatan gelas pada umumnya (gelas ukur, Erlenmeyer, gelas kimia, labu takar) merk Pyrex. Bahan yang digunakan adalah buah pedada (*S. ovata* Back.) yang diambil dari Desa Pantai Kabupaten Kotabaru, ferri klorida, air suling, HCl, H₂SO₄, kloroform, asam asetat glasial, amoniak, reagen Mayer, reagen Wagner, reagen Dragendorf, Benedict, eter, NH₄OH, fenol, metanol, etanol, *n*-butanol, NaCl, asam asetat, kuersetin, AlCl₃, KMnO₄.2H₂O, dan indikator asam indigo sulfonat LP.

Prosedur Penelitian

Persiapan sampel tumbuhan.

Sampel tumbuhan telah dideterminasi di Laboratorium Biologi FKIP Universitas Muhammadiyah Surakarta. Buah pedada (*S. ovata* Back.) mentah dikumpulkan dan diiris tipis. Sampel dikeringanginkan dan dibuat menjadi serbuk dengan blender dan siap dianalisis lebih lanjut.

Analisis Proksimat.

Analisis kadar proksimat yaitu air, abu, lemak, protein ditentukan berdasarkan AOAC (2005), dan kadar karbohidrat metode Luff Schroll (SNI 01-2891-1992). Penetapan kadar air dilakukan terhadap sampel buah segar, sedangkan parameter lainnya dilakukan pada buah pedada yang telah dikeringanginkan.

Pembuatan Ekstrak

Serbuk sampel sebanyak 300g

dimaserasi dengan metanol selama 24 jam, kemudian disaring. Ampasnya dimaserasi kembali dengan metanol (diulang sebanyak 2x). Filtratnya dikumpulkan dan dipisahkan dengan *rotaryevaporator* dan dilanjutkan pemanasan di atas *waterbath* hingga kering, disebut ekstrak metanol dan diperoleh sebanyak 19,99 g dengan nilai rendemen 6,66%.

Skrining fitokimia (Ajayi et al., 2011)

Uji Tanin. Sebanyak 1 gram sampel bubuk dididihkan dengan 20 mL air suling selama 5 menit di penangas air dan disaring selagi panas. Sebanyak 1 mL filtrat yang telah dingin diencerkan hingga volumenya menjadi 5 mL dan ditambahkan larutan FeCl_3 10% sebanyak 2-3 tetes. Terbentuknya endapan berwarna hijau kebiruan atau endapan berwarna hijau kecoklatan menandakan adanya tanin.

Uji saponin. Sebanyak 1 gram sampel bubuk ditambahkan dengan 10 mL air suling lalu dididihkan di atas penangas air selama 10 menit. Campuran disaring selagi hangat dan dibiarkan dingin. Sebanyak 2,5 mL filtrat diencerkan hingga volumenya menjadi 10 mL dengan air suling dan dikocok dengan kuat selama 2 menit. Terbentuknya busa yang banyak menandakan adanya saponin dalam filtrat.

Uji phlobatanin. Sampel dididihkan dengan menggunakan larutan HCl 1%. Terbentuknya endapan merah menandakan adanya phlobatanin.

Uji terpenoid. Sebanyak 5 mL ekstrak sampel dicampurkan dengan 2 mL larutan

kloroform. Sebanyak 3 mL H_2SO_4 kemudian ditambahkan agar campuran membentuk lapisan. Terbentuknya endapan berwarna coklat kemerahan menandakan adanya terpenoid.

Uji flavonoid. Sebanyak 1 gram sampel bubuk digerus dengan 10 mL metanol lalu disaring. Filtrat yang diperoleh sebanyak 1 mL ditambah dengan serbuk Mg dan beberapa tetes HCl pekat. Apabila terbentuk warna kuning, jingga, dan merah menunjukkan keberadaan flavonoid.

Uji glikosida jantung. Ekstrak sampel sebanyak 5 mL ditambahkan 2 mL larutan asam asetat glasial yang mengandung 1 tetes larutan FeCl_3 . Kemudian sebanyak 1 mL asam sulfat ditambahkan pada larutan. Apabila terdapat cincin berwarna coklat pada permukaan menunjukkan terdapat kardenolida (glikosida jantung). Di bawah cincin coklat mungkin akan terdapat cincin ungu. Sedangkan pada lapisan lapisan asam asetat, perlahan-lahan terbentuk lapisan berwarna kehijau-hijauan di bawah cincin yang berwarna ungu.

Uji antrakuinon gabungan. Sebanyak 1 gram sampel bubuk dididihkan selama 5 menit dengan 2 mL larutan HCl 10%. Campuran disaring selagi panas. Filtrat yang telah dingin dipartisi terhadap volume yang sama dengan menggunakan kloroform. Lapisan kloroform dipindahkan ke tabung reaksi dan ditambahkan larutan amoniak 10% dengan volume yang sama. Larutan dikocok dan dibiarkan terpisah. Terbentuknya larutan berwarna merah muda menandakan adanya antrakuinon.

Uji antrakuinon bebas. Sebanyak 5 mL kloroform ditambahkan ke dalam 0,5 gram sampel. Campuran dikocok selama 5 menit kemudian disaring. Filtranya ditambah dengan larutan amoniak 10% dengan volume yang sama. Terbentuknya larutan berwarna merah muda cerah dalam lapisan berair menandakan adanya antrakuinon bebas.

Uji karotenoid. Sebanyak 1 gram sampel diekstraksi dengan 10 mL larutan kloroform dalam tabung uji dan dikocok dengan kuat. Campuran yang dihasilkan kemudian disaring dan ditambahkan larutan H₂SO₄ 85%. Terbentuknya larutan berwarna biru pada permukaan menandakan adanya karotenoid.

Uji alkaloid. Sebanyak 1 gram sampel bubuk dididihkan dengan menggunakan air suling dan 10 mL asam HCl di atas penangas air dan disaring. Larutan amoniak ditambahkan untuk menyesuaikan pH filtrat hingga menjadi 6-7. Kemudian masing-masing sebanyak 0,5 mL filtrat dimasukkan pada 3 tabung reaksi dan ditambahkan pereaksi reagen Mayer (tabung reaksi 1), reagen Wagner (tabung reaksi 2) dan reagen Dragendrof (tabung reaksi 3). Adanya alkaloid ditandai dengan terdapatnya endapan putih (tabung reaksi 1), endapan coklat (tabung reaksi 2), dan endapan jingga muda (tabung reaksi 3).

Penetapan kadar saponin (Mir et al., 2013). Sampel bubuk sebanyak 20 gram ditimbang dalam gelas kimia 500 mL, lalu ditambahkan 200 mL larutan etanol 20%. Campuran dipanaskan di atas *waterbath* selama 4 jam dengan pengadukan yang terus

menerus pada suhu 55°C. Campuran disaring dan residunya diekstraksi kembali dengan etanol 20% sebanyak 200 mL. Ekstrak etanol ini dipanaskan di atas penangas air pada suhu 90 °C hingga volumenya berkurang menjadi 40 mL. Ekstrak etanol pekat kemudian dipartisi dengan 20 mL larutan etil eter, lalu didiamkan hingga terbentuk 2 lapisan. Lapisan air dipisahkan dan lapisan eternya dibuang. Proses pemurnian dilakukan berulang dengan larutan n-butanol. Sebanyak 60 mL ekstrak n-butanol yang diperoleh dicuci sebanyak dua kali dengan menggunakan 10 mL larutan NaCl 5%. Sisa larutan dipanaskan di atas penangas air selanjutnya dikeringkan di dalam oven hingga beratnya konstan.

Kadar saponin dihitung dengan menggunakan rumus:

$$\text{Kadar Saponin (\%)} = \frac{X_2 - X_1}{A} \times 100\%$$

- X1 = Berat kertas saring (g)
- X2 = Berat kertas saring + endapan saponin (g)
- A = Berat sampel (g)

Penetapan kadar flavonoid total (Lee et al., 2016). Ekstrak metanol buah sebanyak 0,05 gram dilarutkan dalam 10 mL metanol. Sebanyak 2 mL larutan ekstrak metanol dimasukkan ke dalam tabung reaksi lalu ditambah dengan 2 mL larutan AlCl₃ 2%. Larutan dikocok dengan vortex selama 5 detik. Larutan didiamkan dalam kondisi gelap selama 10 menit. Absorbansi larutan sampel diukur pada panjang gelombang 415 nm. Larutan standar kuersetin dibuat pada konsentrasi 10,15, 20, 25, dan 30 ppm. Selanjutnya diperlakukan sama seperti larutan sampel (ekstrak metanol). Kurva standar

kuersetin merupakan hubungan antara konsentrasi kuersetin (ppm) dengan absorbansi.

Kadar flavonoid total dihitung berdasarkan persamaan regresi linier dari kurva standar kuersetin $Y = ax + b$ lalu dikonversi dalam satuan mgQE/g.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil analisis proksimat buah pedada (*S. ovata* Back.) disajikan pada Tabel 1.

Tabel 1. Data proksimat buah pedada (*S. ovata* Back.)

Parameter	Kadar (%)
Kadar air	64,28
Kadar abu	1,04
Lemak	1,80
Protein	9,33
Karbohidrat	2,19

Air merupakan komponen terbesar dalam buah *S. ovata* Back. segar, dengan kadar air sebesar 64,28% (bb). Winarno (2004) menyatakan bahwa air bisa mengakibatkan perubahan sifat-sifat fisik dan kimia sehingga dapat mempengaruhi tekstur, cita rasa, kenampakan, dan masa simpan bahan. Parameter lainnya yaitu kadar abu sebesar 1,04%, lemak 1,80%, protein 9,33%, dan karbohidrat 2,19%.

Hamsah (2013) telah melaporkan kadar proksimat pada spesies lain dari tumbuhan pedada yaitu *S. caseolaris*. Buah tumbuhan ini memiliki kadar air 79,86%, kadar abu 7,08%, kadar protein 6,24%, kadar lemak 1,42%, dan kadar karbohidrat 65,12%. Data kadar proksimat antara tumbuhan *Sonneratia* ini berbeda. Selain disebabkan oleh spesies tumbuhan yang berbeda walaupun masih

dalam genus yang sama, kuantitas senyawa kimia dalam satu spesies tumbuhan juga dipengaruhi oleh perbedaan tempat tumbuh, iklim dan lain-lain (Supardjo, 2010). Akan tetapi, ada perbedaan nilai yang cukup besar pada kadar karbohidrat. Hal ini dapat terjadi karena perbedaan metode yang digunakan dalam pengukuran kadar karbohidrat tersebut. Penelitian ini menggunakan penetapan karbohidrat berdasarkan metode Lupp Schrool sedangkan Hamsah (2013) berdasarkan pada metode *By Difference*.

Tabel 2 menunjukkan hasil analisis fitokimia buah pedada (*S. ovata* Back.). Hasil analisis tersebut menunjukkan adanya golongan senyawa-senyawa saponin, flavonoid, karotenoid, dan steroid. Hasil pengujian skrining fitokimia menunjukkan hasil yang negatif terhadap pengujian golongan tanin, phlobotanin, antrakuinon bebas, antrakuinon gabungan, alkaloid, glikosida jantung, dan triterpenoid.

Senyawa fitokimia golongan saponin, steroid, dan flavonoid pada buah pedada (*S. ovata* Back.) juga teridentifikasi pada buah *S. caseolaris* (Niken (2019) dan *S. alba* (Papatungan *et al.*, 2017). Senyawa golongan steroid pada kulit batang tumbuhan *S. ovata* yang telah berhasil diisolasi yaitu stigmasterol dan β -sitosterol (Nurmalasari *et al.*, 2016). Senyawa-senyawa tersebut adalah senyawa mayor dari golongan fitosterol, dan pada tumbuhan sering ditemukan pada membran sel. Senyawa flavonoid telah diisolasi dari daun tumbuhan *S. caseolaris* yaitu luteolin dan luteolin 7-O- β - glikosida (Sadhu *et al.*, 2006). Mervat & Hanan (2009); Cook and

Sammam (1996) menyatakan bahwa flavonoid memiliki aktivitas sebagai antioksidan dengan mekanisme pembentukan kelat (*chelating*) atau *scavenging*. Saponin merupakan surfaktan alami dan dapat memberikan efek toksik atau menyebabkan sel lisis pada membran sel protozoa (Cheeke, 2000). Karotenoid termasuk golongan tetraterpenoid yang memiliki aktivitas antioksidan seperti yang dilaporkan oleh Abu bakar *et al.*, (2020) pada tumbuhan *S.*

caseolaris. Salah satu karotenoid yang terdapat pada tumbuhan *Sonneratia* (*S. apetala*) adalah astaxantin (Banerjee *et al.*, 2017). Berdasarkan pengetahuan kemotaksonomi tumbuhan maka sangat mungkin pada spesies *S. ovata* Back. ini akan ditemukan senyawa-senyawa kimia yang sama seperti yang telah berhasil diisolasi dan diidentifikasi pada spesies *Sonneratia* yang lain, yaitu *S. caseolaris*, *S. alba*, dan *S. apetala*.

Tabel 2. Data skrining fitokimia buah pedada (*S. ovata* Back.)

Fitokimia		Hasil
Tanin	Tidak menghasilkan endapan hitam kebiruan. Larutan berwarna kuning bening	-
Phlobotanin	Tidak menghasilkan endapan merah bata	-
Saponin	Menghasilkan busa	+
Flavonoid	Larutan berwarna kuning	+
Karotenoid	Menghasilkan warna biru di lapisan atas	+
Antrakuinon bebas	Tidak menghasilkan warna merah muda cerah di lapisan atas. Larutan terbentuk 2 lapisan. Lapisan air tidak berwarna dan lapisan kloroform berwarna hijau.	-
Alkaloid	Tidak terbentuk endapan putih (dengan pereaksi Mayer), endapan jingga (dengan pereaksi Dragendorf) dan endapan coklat (dengan pereaksi Wagner)..	-
Antrakuinon gabungan	Tidak menghasilkan warna merah muda. Larutan berwarna coklat.	-
Glikosida jantung	Tidak terbentuk cincin coklat	-
Triterpenoid	Tidak menghasilkan endapan coklat kemerahan. Larutan berwarna hijau keruh	-
Steroid	Larutan berwarna hijau	+

Keterangan: + = ada
- = tidak ada

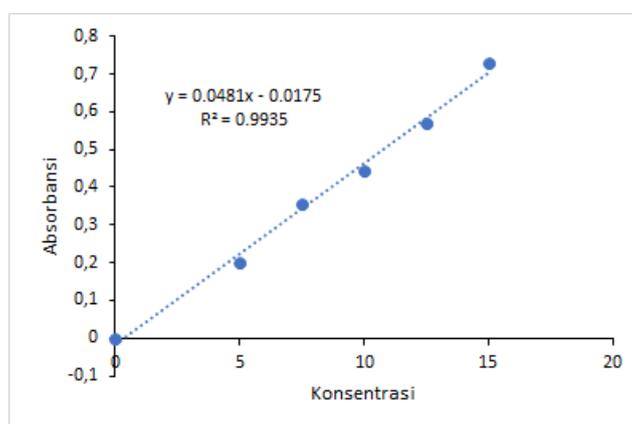
Berdasarkan Tabel 2 yang menunjukkan hasil uji positif untuk senyawa golongan saponin dan flavonoid maka selanjutnya dilakukan penetapan kadar saponin total dan flavonoid total pada buah *S. ovata* Back. Saponin total ditentukan berdasarkan metode gravimetri. Saponin merupakan glikosida dari triterpenoid atau steroid sehingga memiliki

kelarutan yang besar di dalam pelarut polar. Dalam hal ini sebagai pengekstrak saponin dari serbuk buah *S. ovata* Back. digunakan etanol 20%. Selanjutnya ekstrak etanol 20% ini diekstraksi cair-cair dengan dietil eter untuk menghilangkan komponen non polar yang mungkin ikut terekstraksi. Saponin yang terdapat di dalam lapisan air diambil dengan

n-butanol secara ekstraksi cair-cair. Ekstrak n-butanol dicuci dengan NaCl 5%, lalu ekstrak n-butanol diuapkan dan dikeringkan dalam oven hingga bobot konstan. Kadar saponin total pada buah *S. ovata* Back. diperoleh sebesar 0,99% (b/b) atau sama dengan 9,9 mg/g. Simlai *et al.*, (2014) melaporkan bahwa kadar saponin total yang terdapat pada kulit batang *S. caseolaris* sebesar 8 mg/g.

Penetapan kadar flavonoid total dilakukan secara spektrofotometri. Sebagai

pengkompleks flavonoid digunakan $AlCl_3$ yang dapat menyebabkan pergeseran panjang gelombang maksimum flavonoid (efek batokromik). Pengukuran absorbansi pada penetapan kadar flavonoid total dengan larutan standar kuersetin diukur pada panjang gelombang 415 nm (Lee *et al.*, 2016). Kuersetin merupakan senyawa flavonoid mayor golongan flavonol yang banyak ditemukan pada buah, daun, dan sayur.



Gambar 2. Kurva standar kuersetin

Gambar 2 merupakan kurva standar kuersetin dengan persamaan $0,0481x - 0,0175$, $R^2 = 0,9935$. Berdasarkan persamaan tersebut maka dengan memasukkan nilai absorbansi sampel uji buah *S. ovata* Back. ($A = 0,5375$) maka diperoleh kadar flavonoid total yang selanjutnya dikonversi ke dalam satuan mgQE/g. Kadar flavonoid total pada buah *S. ovata* Back. sebesar 4,6154 mgQE/g. Kadar flavonoid total pada buah *S. ovata* Back. lebih kecil jika dibandingkan dengan kadar flavonoid total dari tumbuhan genus *Sonneratia* yang lain yaitu buah *S. caseolaris* sebesar 5,6 mgQE/g dan kulit batang *S.*

caseolaris sebesar 90,04 mgEQ/g (Simlai *et al.*, 2014). Perbedaan kadar senyawa di dalam tumbuhan dapat terjadi karena jenis/spesies tumbuhan yang berbeda walaupun masih dalam satu genus, tempat tumbuh tanaman atau bagian tumbuhan yang diteliti.

KESIMPULAN

Buah pedada *S. ovata* Back. yang diambil dari Kotabaru mengandung zat gizi protein 9,33%, lemak 1,80%, dan karbohidrat 2,19%, senyawa fitokimia yaitu flavonoid, saponin, karotenoid, steroid dengan kadar

saponin total 0,99% dan flavonoid total 4,6154 mgQE/g.

UCAPAN TERIMA KASIH

Kepada Program Penelitian Dosen Wajib Meneliti Dana DIPA Universitas Lambung Mangkurat Tahun Anggaran 2020 Nomor Nomor : 023.17.2.6777518/2020 tanggal 16 Maret 2020.

DAFTAR PUSTAKA

- Abu Bakar, F. I., M.F. Abu Bakar, S.H.A. Hassan, S.B. Sanusi, F. Kormin, S.F. Sabran & F.Z.M. Fuzi. 2020. Comparison of phytochemicals, antioxidant and anti-cholinesterase activity of unripe and ripe fruit of *Sonneratia caseolaris*. *Food Research* **4** (2) : 507 – 514
- Ajayi, I.A., O. Ajibade & R.A. Oderinde. 2011. Preliminary Phytochemical Analysis of Some Plant Seeds. *Research Journal of Chemical Sciences*. **1**(3): 58-62
- Banerjee, K., G.R. Chowdory, & A. Mitra. 2017. Astaxanthin Level of Dominant Mangrove Floral Species in Indian Sundarbans. *MOJ Biorg Org Chem* **1**(1): 00005
- Cheeke, P.R. 2000. Actual and potential applications of *Yucca schidigera* and *Quillaja saponaria* saponins in human and animal nutrition. *J Anim Sci*;77:
- Cook, N.C. & Sammam, S. 1996. Flavonoids-chemistry, metabolism, cardioprotective effects, and dietary sources. *Nutr Biochem* **7**:66-76.
- Duke, N.C. 2006. *Australia's Mangroves. The Authoritative Guide to Australia's Mangrove Plants*. University of Queensland, Brisbane
- Gazali, M., Nurjanah, N. Ukhty, M. Nurdin, Zuriat. 2020. Skrining Senyawa Bioaktif Daun Perepat (*Sonneratia alba* J.E. Smith) Sebagai Antioksidan Asal Pesisir Kuala Bubon Aceh Barat. *Jurnal Pengolahan Hasil Perikanan Indonesia*. **23** (2): 402-411.
- Hamsah. 2013. Karakterisasi Sifat Fisikokimia Tepung Buah Pedada (*Sonneratia caseolaris*). *Skripsi*. PS Ilmu dan Teknologi Pangan Fakultas Pertanian Universitas Hasanuddin Makassar.
- Herwinda S & Amir M, M. 2013. Aktivitas Ekstrak dan Fraksi Daun Pidada Merah (*Sonneratia caseolaris* L) sebagai Antioksidan. *Prosiding Seminar Nasional Kimia 2013*, ISBN : 978-602-19421-0-9
- Lee, J.T.J., A. Dely., M. Ramanayake., I. Adasuriyya & I.R. Ginjom. 2016. Phenolic contents and antioxidant activities of *Sonneratia caseolaris*. *Prosiding 2nd International Conference on Sustainable program agriculture and food (ICSAF)*, Semarang.
- Mervat, M.M.E., A.A.T. Hanan. Antioxidant activities, total anthocyanins, phenolics and flavonoids contents of some sweet potato genotypes under stress of different concentrations of sucrose and sorbitol. *Aus J Basic Appl Sci* 2009;3:3609-16
- Mir, M.A., S.S. Sawhney & M.M.S. Jassal. 2013. Quantitative and Qualitative Analysis of Phytochemicals of *Taraxacum officinale*. *Journal of Pharmacy and Pharmacology*. **2**(1): 1-5.
- Nguyen, T.H.T., H. V.T. Pham, N. K. T Pham, N. D. P. Quach, K. Pudhom, P. E. Hansen, K.P. P. Nguyen. 2015. Chemical Constituents from *Sonneratia ovata* Backer and their in vitro Cytotoxicity and Acetylcholinesterase Inhibitory Activities. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters* **25**: 2366-2371
- Nurmalasari, F., T. Ersam, & S. Fatmawati. 2016. Isolasi Senyawa Antioksidan dari Kulit Batang *Sonneratia ovata* Backer. *Jurnal Sains dan Seni ITS*. **5**(2): 1490-153.
- Niken, I. L. E. Putri, F. R. Gusti. 2019. Uji Senyawa Fitokimia Buah Pedada Merah (*Sonneratia caseolaris*) di Kawasan Hutan Mangrove Mangguang Kota Pariaman. *Jurnal Kesehatan Sainatika Meditory* **1** (2): 44-49.
- Paputungan, Z., D. Wonggo & B.E. Kaseger.

2017. Uji Fitokimia dan Aktifitas Antioksidan Buah Mangrove *Sonneratia alba* di Desa Nunuk Kecamatan Pinolosian Kabupaten Bolaang Mangondow Selatan. *Jurnal Media Teknologi Hasil Perikanan*. **5**(3): 96-102.
- Santoso, N., B.C. Nurcahya, A.F. Siregar, dan I. Farida. 2005. *Resep makanan berbahan baku mangrove dan pemanfaatan nipah*. LPP Mangrove, Bogor.
- Sadhu, S & F. Ahmed, T. Ohtsuki & M. Ishibashi. 2006. Flavonoids from *Sonneratia caseolaris*. *Journal of Natural Medicines*. **60**: 264-265.
- Simlai, A., A. Rai, S. Mishra, K. Mukherjee, A. Roy. 2014. Antimicrobial And Antioxidative Activities In The bark Extracts of *Sonneratia caseolaris*, A Mangrove Plant. *EXCLI Journal* **13**:997-1010
- Srinengri, L., H. Arryati, dan Yuniarti. 2019. Identifikasi Kandungan Fitokimia Tumbuhan Pidada (*Sonneratia caseolaris*) dari Hutan Mangrove. *Jurnal Sylva Scientiae* **2** (4): 605-611
- Suparjo. 2010. Analisis Bahan Pakan Secara Kimiawi: Analisis Proksimat dan Analisis Serat. Universitas Jambi, Jambi.
- Winarno, F.G. 2004. *Kimia Pangan dan Gizi*. Gramedia, Jakarta.

PEMANFAATAN SELULOSA DARI KULIT UMBUT ROTAN (*Calamussp*) SEBAGAI ADSORBEN METILEN BIRU

The Utilization of Cellulose from Rattan Umbut Skin (Calamussp) as Adsorbant of Methylene Blue

Nyahu¹, Whendy Trissan², Karelius³

¹Prodi Agroteknologi Universitas Palangka Raya, Kampus UPR Jl. H. Timang, Palangka Raya

²Prodi Pendidikan Teknik Bangunan Universitas Palangka Raya, Kampus UPR Jl. H. Timang, Palangka Raya

³Prodi Kimia FMIPA Universitas Palangka Raya, Kampus UPR Jl. H. Timang, Palangka Raya
e-mail: karelius@chem.upr.ac.id

DOI: 10.20527/jstk.v15i2.8266

Submitted: April 01, 2020; Revised version accepted for publication: July 28, 2021

Available online: August 9, 2021

ABSTRAK

Kulit umbut rotan (*Calamussp*) merupakan bahan berlignoselulosa. Kandungan selulosa yang cukup tinggi pada kulit umbut rotan, menjadikan selulosa kulit umbut rotan dapat dipertimbangkan sebagai sumber adsorben metilen biru. Tujuan penelitian ini adalah menentukan pH dan waktu kontak optimum, kinetika adsorpsi, dan kesetimbangan adsorpsi dari selulosa kulit umbut rotan asal Kalimantan Tengah terhadap metilen biru. Persiapan sampel kulit umbut rotan dimulai dari pemotongan, pengeringan, penghalusan, dan pengayakan 60 mesh hingga diperoleh sampel kulit umbut rotan yang selanjutnya akan dilakukan isolasi selulosa menggunakan pelarut NaOH 20% panas. Tahap terakhir adalah uji adsorpsi terhadap metilen biru oleh serbuk kulit umbut rotan dan selulosa kulit umbut rotan. Hasil penelitian menunjukkan proses adsorpsi serbuk selulosa kulit umbut rotan terhadap metilen biru mencapai optimum pada pH 8, dengan waktu optimum 40 menit. Kajian kinetika dan kesetimbangan adsorpsi menunjukkan bahwa adsorpsi metilen biru oleh selulosa kulit umbut rotan mengikuti kinetika orde dua semu dengan pola *isotherm Langmuir*.

Kata kunci : kulit umbut rotan, selulosa, adsorpsi, metilen biru

ABSTRACT

The skin of rattan umbut (*Calamussp*) is a lignocellulose material. Cellulose content is quite high in the rattan umbut skin, making the cellulose of rattan umbut skin can be considered as a source of methylene blue adsorbent. The objectives of this study were to determine optimum pH and contact time, adsorption kinetics, and adsorption equilibrium on rattan umbut skin from Central Kalimantan against methylene blue. Preparation of rattan umbut skin samples were started from cutting, drying, refining, and 60 mesh sieving to obtain rattan umbut skin samples, then carried out cellulose isolation using heat solvent of 20% NaOH. The last step was the adsorption test for methylene blue by rattan umbut skin powder and cellulose of rattan umbut skin. This research show that adsorption process of cellulose powder of the rattan umbut skin against methylene blue was optimum at pH 8, withan optimum time of 40 minutes. The study of adsorption kinetic and equilibrium showed that the adsorption of methylene blue by cellulose of umbut rattan skin followed pseudo second order kinetics with Langmuir isotherm pattern.

Keyword : cellulose, rattanumbutskin, methyleneblue

PENDAHULUAN

Industri tekstil merupakan satu dari sekian kegiatan industri yang cukup dominan berkembang di Indonesia. Produk-produk tekstil Indonesia sangat potensial, tak hanya untuk pasar dalam negeri namun juga di luar negeri. Salah satu yang perlu diperhatikan pada industri tekstil adalah limbah hasil produksinya dapat mencemari lingkungan khususnya pencemaran terhadap air. Limbah industri tekstil didominasi oleh pencemaran zat warna karena penggunaan zat warna baik yang alami maupun sintetis dalam proses produksinya. Pada kenyataannya, proses pewarnaan tekstil berada dalam rentang 100 sampai 120 ppm sekitar 50% zat warna akan terserap dan sisanya akan didaur ulang atau dibuang sebagai limbah (Mulyatna, 2003). Zat warna sintetis umumnya dibuat dari senyawa azo dan turunannya dari gugus benzen. Gugus benzen sangat sulit didegradasi dan membutuhkan waktu degradasi yang lama (Mamoto et al., 2013); (Karelius, 2017). Salah satu contoh zat warna yang banyak digunakan pada industri tekstil adalah metilen biru. Metilen biru dikenal sebagai senyawa hidrokarbon aromatik yang beracun dan termasuk kedalam zat warna kationik dengan daya adsorpsi yang sangat kuat (Day dan Underwood, 2002). Senyawa ini memiliki warna yang komplementer berupa warna biru yang memiliki spectrum cahaya pada panjang gelombang daerah visible yaitu terletak diantara 500 – 700 nm (Day dan Underwood, 2002). Dalam proses pewarnaan, metilen biru diketahui hanya tergunakan sekitar 5%

sedangkan 95% sisanya akan dibuang kealiran air sebagai limbah (Purwamargapratala et al., 2013).

Berbagai metode pengolahan limbah zat warna yang telah dikembangkan antara lain adalah pemisahan menggunakan membran, oksidasi, koagulasi, degradasi, penukar ion dan adsorpsi. Metode adsorpsi dianggap sebagai metode yang paling menguntungkan karena prosesnya sederhana, memiliki efektifitas dan kapasitas adsorpsi tinggi, selektif, biaya operasional rendah dan tidak memberikan efek samping berupa zat beracun (Volesky, 2005). Metode adsorpsi yang umum digunakan adalah metode batch dan dinamis (Hadiwidodo, 2008). Metode batch untuk adsorpsi metilen biru telah banyak diteliti, antara lain menggunakan adsorben kaolin dan zeolite (Rida et al., 2013), komposit lempung magnetit (Sadiana, 2017); (Sadiana, 2018) dan magnetit terlapis asam humat (Kustomo dan Santosa, 2019).

Jenis adsorben yang banyak diteliti sebagai adsorben alternatif agar mampu bersaing dengan adsorben komersial seperti karbon aktif adalah biosorben. Biosorben merupakan adsorben yang berasal dari bahan-bahan alami (Magriotis, 2014) dan (Nurhasni, 2018). Senyawa yang ada dalam bahan alami yang berperan dalam proses adsorpsi yaitu selulosa, lignin, dan hemiselulosa. Adsorben selulosa, lignin dan hemiselulosa memiliki monomer yang berbeda sehingga kemampuan untuk mengadsorpsi zat warna juga berbeda. Selulosa merupakan salah satu senyawa yang terdapat pada bahan alam dengan kandungan

yang lebih banyak dibandingkan lignin dan hemiselulosa. Menurut (Cooney, 1998), selulosa mempunyai karakter hidrofilik serta mempunyai gugus alkohol primer dan sekunder yang keduanya mampu mengadakan reaksi dengan zat warna reaktif, hal ini didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Huda dan Yulitaningtyas (2018) yang menunjukkan bahwa selulosa dapat mengadsorpsi zat warna metilen biru secara efektif.

Umbut rotan (rotan muda) merupakan salah satu bahan pangan (sayur dan lalapan) yang populer di Kalimantan Tengah. Cara untuk mendapatkan umbut rotan adalah mengupas bagian kulit luarnya yang keras. Kulit umbut rotan ini kemudian hanya menjadi limbah yang tidak berguna. Limbah kulit umbut rotan ini memiliki potensi menjadi adsorben karena mengandung selulosa yang cukup tinggi sehingga dapat dijadikan adsorben, yang dalam penelitian ini diaplikasikan untuk menyerap zat warna metilen biru.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Beberapa peralatan utama yang digunakan untuk penelitian ini antara lain : alat-alat gelas (*pyrex*), hot plate, neraca analitik (Mettler Toledo AL-204), pH-meter (Bench AD 1030), ayakan 60 mesh, shaker (Stuart SSM1), lumping porselin, oven (Memmert UN 55 53L), desikator (Duran), pengaduk magnet, kertas saring, dan spektrometer UV-Vis (B-ONE UV-Vis 100 DA).

Bahan-bahan utama yang dipergunakan pada penelitian ini antara lain : Kulit umbut rotan (*Calamussp*), zat warna metilen biru, NaOH, HCl 37%, etanol 95%, dan akuades.

Prosedur Kerja

Persiapan sampel kulit umbut rotan (*Calamussp*)

Sampel kulit umbut rotan (*Calamussp*) asal Kalimantan Tengah diambil bagian batang dan dipotong-potong dengan ukuran \pm 3 cm, kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari. Kulit umbut rotan kering yang diperoleh dihancurkan dengan menggunakan blender dan diayak hingga lolos saringan 60 mesh.

Isolasi selulosa kulit umbut rotan (*Calamussp*)

Serbuk kulit umbut rotan (*Calamussp*) yang diperoleh dari proses *pretreatment* kemudian direndam dalam larutan NaOH 20%, dipanaskan pada temperatur 80°C sambil diaduk selama 5 jam, kemudian suspensi disaring dan dicuci menggunakan etanol 95% dan akuades sampai pH netral. Selulosa hasil preparasi dikeringkan pada temperatur 60°C dan diayak kembali hingga lolos saringan 60 mesh.

Uji adsorpsi selulosa kulit umbut rotan dan serbuk kulit umbut rotan terhadap zat warna

Uji adsorpsi serbuk kulit umbut rotan (U-KUR) dan selulosa kulit umbut rotan (S-KUR) terhadap zat warna metilen biru dilakukan dengan menggunakan system *batch* melalui 3 tahapan, yaitu penentuan pH optimum, waktu kontak optimum dan kapasitas adsorpsi.

Penentuan pH optimum

Sebanyak 0,1 gram sampel U-KUR dan S-KUR masing-masing digunakan untuk mengadsorpsi 50 mL larutan metilen biru 50 ppm dengan pH awal 7, 8, 9, 10, 11, dan 12. Proses dilakukan menggunakan shaker selama 3 jam pada temperatur kamar. Konsentrasi metilen biru yang tidak teradsorpsi diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

Penentuan waktu kontak optimum

Sebanyak 0,1 gram sampel U-KUR dan S-KUR masing-masing digunakan untuk mengadsorpsi 50 mL larutan metilen biru 50 ppm pada pH optimum dengan variasi waktu kontak 5, 10, 20, 40, 60, 90, 180, dan 420 menit pada temperatur kamar. Konsentrasi metilen biru yang tidak teradsorpsi diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

Penentuan kapasitas adsorpsi

Sebanyak 0,1 gram sampel SU-KUR dan S-KUR masing-masing digunakan untuk mengadsorpsi 50 mL larutan metilen biru pada pH dan waktu kontak optimum dengan variasi konsentrasi 10, 20, 30, 40 dan 50 ppm pada temperatur kamar. Konsentrasi metilen biru yang tidak teradsorpsi diukur dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Persiapan Sampel Kulit Umbut Rotan (*Calamussp*)

Sampel kulit umbut rotan dipersiapkan sebelum digunakan pada tahap isolasi selulosa. Persiapan sampel dilakukan dengan pemotongan kulit umbut rotan bagian batang dengan ukuran sekitar 3 cm, kemudian dikeringkan dibawah sinar matahari agar kandungan airnya berkurang sehingga mempermudah proses selanjutnya. Potongan kulit umbut rotan yang telah kering dihancurkan dengan menggunakan blender dan diayak hingga lolos ayakan 60 mesh untuk mendapatkan keseragaman ukuran butiran serbuk kulit umbut rotan (U-KUR).

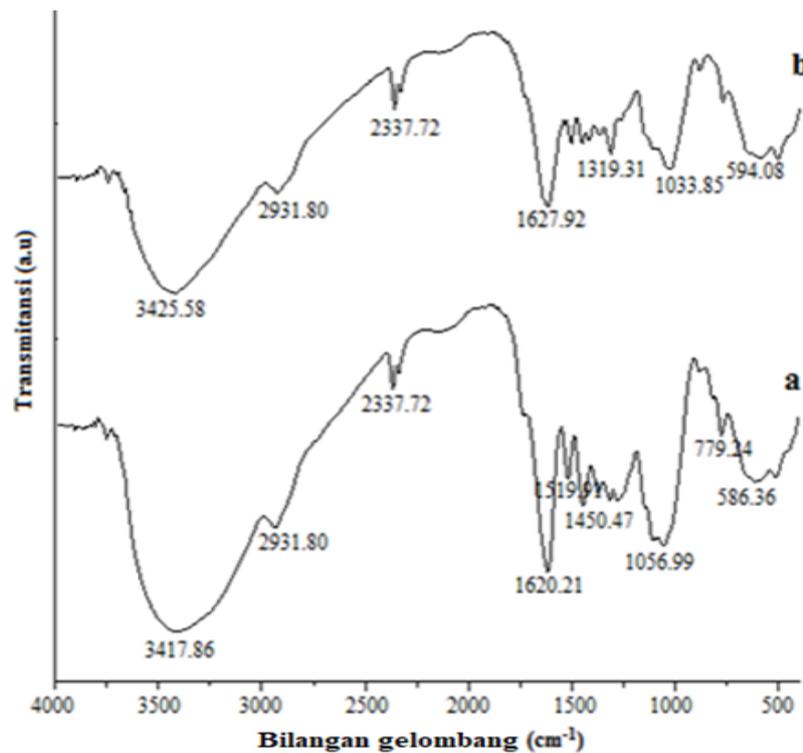
Isolasi Selulosa Kulit Umbut Rotan

Kulit umbut rotan merupakan bahan berligno selulosa yang mengandung komponen-komponen kimia seperti selulosa, hemiselulosa dan lignin. Untuk memisahkan selulosa dari komponen-komponen kimia yang lain dapat menggunakan pelarut NaOH panas, karena larutan ini dapat merusak struktur lignin pada bagian kristalin dan amorf serta memisahkan sebagian hemiselulosa. Pelarut NaOH dapat menyerang dan merusak struktur lignin pada bagian kristalin dan amorf serta memisahkan sebagian hemiselulosa. Ion OH^- dari NaOH akan memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin sedangkan ion Na^+ akan berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat. Garam fenolat ini bersifat mudah larut. Setelah proses perendaman, sampel disaring untuk membuang lignin yang terlarut dalam larutan tersebut kemudian sampel ini dicuci menggunakan etanol 95% dan akuades untuk membersihkan larutan yang masih menempel pada sampel dan pH

sampel menjadi netral. Sampel yang sudah dicuci kemudian dikeringkan pada temperatur 60°C untuk mengurangi kadar air yang terdapat dalam sampel dan diayak kembali hingga lolos saringan 60 mesh untuk mendapatkan keseragaman ukuran sampel.

Sampel U-KUR dan S-KUR selanjutnya dianalisis dengan *Fouriertransforminfrared*

(FTIR) untuk memberikan informasi yang cukup jelas mengenai gugus fungsi senyawa penyusun sampel dan perubahan yang terjadi setelah proses isolasi. Adapun spectrum inframerah dari U-KUR dan S-KUR asal Kalimantan Tengah ditampilkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Spektra FTIR (a) U-KUR dan (b) S-KUR

Berdasarkan spektrum FTIR dari U-KUR asal Kalimantan Tengah yang ditunjukkan pada gambar 1a memperlihatkan adanya beberapa puncak-puncak serapan yang cukup tajam, yaitu pada bilangan gelombang 3417,86 cm^{-1} ; 2931,80 cm^{-1} ; 2337,72 cm^{-1} ; 1620,21 cm^{-1} ; 1519,90 cm^{-1} ; 1450,47 cm^{-1} ; 1056,99 cm^{-1} . Puncak serapan yang muncul pada bilangan gelombang 3417,86 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur O-H. Serapan cukup tajam juga terjadi pada bilangan gelombang 2931,80 cm^{-1} yang menunjukkan

adanya vibrasi ulur dari C-H. Sedangkan, pada puncak serapan 2337,72 cm^{-1} diindikasikan merupakan serapan vibrasi dari kombinasi C-H dan O-H *stretching* (Wiley dan Sons, 2004). Selanjutnya, pada bilangan gelombang 1620,21 cm^{-1} dan 1450,47 cm^{-1} secara berturut-turut adalah vibrasi ulur dari -COOH dan C=C aromatik, dan pada bilangan gelombang 1056,99 cm^{-1} menunjukkan adanya serapan khas dari struktur molekul selulosa, yaitu gugus C-O (ikatan β -1,4-glikosida) (Wiley dan Sons, 2004).

Gambar 1b menunjukkan spektrum FTIR dari S-KUR hasil isolasi dengan serapan puncak-puncak vibrasi yang cukup tajam pada daerah bilangan gelombang $3425,58\text{ cm}^{-1}$; $2931,80\text{ cm}^{-1}$; $2337,72\text{ cm}^{-1}$; $1627,92\text{ cm}^{-1}$; $1319,31\text{ cm}^{-1}$; $1033,85\text{ cm}^{-1}$. Spektrum FTIR yang ditampilkan pada Gambar 5a dan 5b menunjukkan adanya perbedaan pola serapan, seperti pada bilangan gelombang $3417,86\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya vibrasi ulur O-H mengalami pergeseran ke arah bilangan gelombang $3425,58\text{ cm}^{-1}$. Pergeseran ke arah bilangan gelombang yang lebih besar ini mengindikasikan bahwa vibrasi ulur O-H dalam keadaan yang lebih bebas (tidak terpengaruh oleh ikatan hidrogen). Hal ini tentu saja disebabkan oleh berkurangnya molekul atau senyawa yang dapat berikatan hydrogen dengan gugus -OH milik selulosa.

Perbedaan lainnya yang cukup signifikan terjadi pada bilangan gelombang $1450,47\text{ cm}^{-1}$ yang hilang pada spektrum FTIR S-KUR yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari C=C pada cincin aromatik. Menurut Fengeldan Gerd (1995) pita serapan ini merupakan pita serapan yang paling karakteristik terhadap lignin. Hal ini menandakan bahwa proses isolasi selulosa yang digunakan pada penelitian ini cukup berhasil untuk mengurangi bahkan menghilangkan lignin pada sampel kulit umbut rotan.

Uji Adsorpsi pada Metilen Biru

Uji adsorpsi terhadap metilen biru dilakukan dengan kajian pengaruh pH, kinetika adsorpsi dan kesetimbangan adsorpsi terhadap U-KUR dan S-KUR.

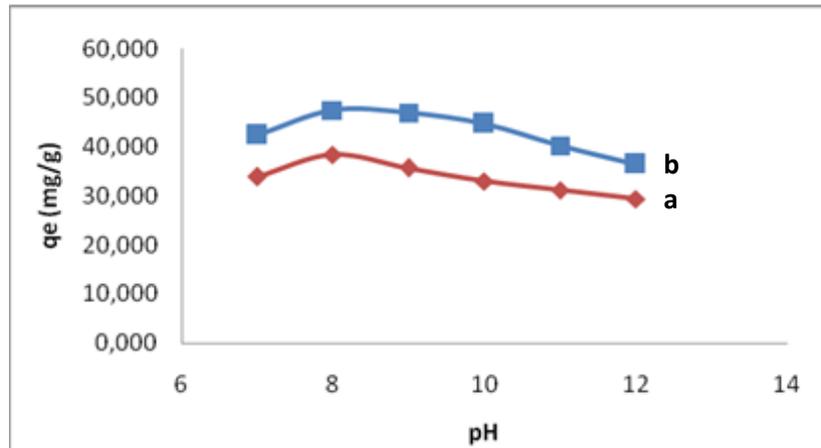
Penentuan pH optimum

Penentuan pH optimum merupakan salah satu parameter penting dalam mengontrol proses adsorpsi. Harga pH larutan dapat mempengaruhi muatan permukaan adsorben dan spesiesi adsorbat. Kajian pengaruh pH pada serbuk kulit umbut rotan dan selulosa kulit umbut rotan dilakukan pada beberapa variasi pH yaitu 7, 8, 9, 10, 11 dan 12. Hasil kajian pengaruh pH terhadap adsorpsi metilen biru pada kedua jenis adsorben dapat dilihat pada Gambar 2.

Pola adsorpsi dari kedua jenis adsorben menunjukkan kemiripan seperti terlihat pada Gambar 2. Terlihat bahwa adsorpsi baik oleh U-KUR (a) dan S-KUR (b) meningkat pada pH 8 masing-masing sebesar $4,62$ dan $5,07\text{ mg/g}$ dan kemudian menurun sampai pH 12 sebesar $4,44$ dan $5,88\text{ mg/g}$. Kemampuan U-KUR dan S-KUR untuk mengadsorpsi metilen biru tampaknya lebih besar pada pH yang cukup basa yaitu pH 8. Hal ini terjadi karena adanya penambahan muatan negatif (gugus -OH terdeprotonasi menjadi -O^-) pada permukaan adsorben sehingga menyebabkan adsorben cenderung bermuatan negatif yang mengakibatkan peningkatan interaksi elektrostatik antara adsorben yang bermuatan negatif dengan metilen biru yang bermuatan positif (Zhang *et al.*, 2011; Dini *et al.*, 2014). Namun, jika keadaan terlalu basa ($\text{pH} > 8$), kehadiran ion hidroksil (OH^-) yang berlebihan justru akan mengurangi peluang metilen biru berinteraksi dengan adsorben karena adanya kompetisi antara ion hidroksil (OH^-) dan situs aktif

adsorben (-O⁻) berikatan dengan metilen biru. Oleh karenanya, kemampuan adsorpsi U-KUR dan S-KUR terhadap metilen biru

cenderung mengalami penurunan pada pH > 8.

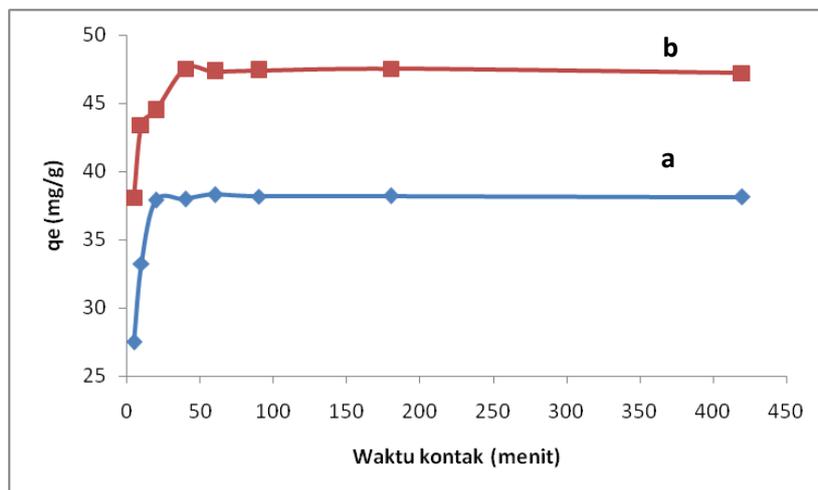


Gambar 2. Pengaruh pH terhadap kemampuan adsorpsi (a) U-KUR dan (b) S-KUR pada metilen biru

Waktu kontak optimum

Parameter lain yang perlu dipelajari pada proses adsorpsi adalah waktu kontak

adsorpsi. Hasil adsorpsi terhadap pengaruh waktu kontak dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Pengaruh waktu kontak terhadap kemampuan adsorpsi (a) U-KUR dan (b) S-KUR pada metilen biru

Pola adsorpsi metilen biru untuk kedua jenis adsorben pada beberapa variasi waktu adsorpsi memperlihatkan adanya kemiripan seperti terlihat pada Gambar 3. Adsorpsi

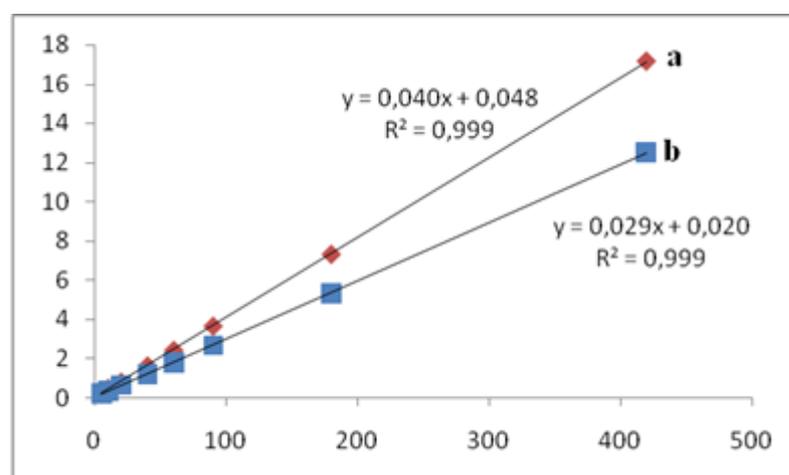
metilen biru dalam jumlah yang relatif banyak terjadi pada menit-menit awal baik pada U-KUR dan S-KUR. Hasil penelitian juga menunjukkan bahwa waktu kesetimbangan S-

KUR relatif lebih cepat jika dibandingkan dengan U-KUR. S-KUR telah mencapai kesetimbangan pada waktu 40 menit sedangkan pada U-KUR tercapai pada waktu 60 menit. Sesuai dengan konsep, bahwa semakin lama waktu adsorpsi yang diperlukan antara adsorben dengan zat terlarut maka akan semakin banyak zat yang teradsorpsi, tetapi jumlah zat terlarut yang diadsorpsi akan mencapai nilai batas pada waktu tertentu dimana adsorben tidak mampu lagi mengadsorpsi karena terjadi kejenuhan pada permukaan adsorben tersebut. Pada saat itu U-KUR dan S-KUR sudah mencapai kesetimbangan antara laju adsorpsi dengan desorpsi.

Kinetika adsorpsi

Kinetika adsorpsi U-KUR dan S-KUR terhadap metilen biru berhubungan konstanta

laju adsorpsi (k), yang memberikan gambaran mengenai seberapa cepat proses adsorpsi mencapai kesetimbangan. Hasil penelitian dari waktu kontak optimum selanjutnya diuji dengan menggunakan model kinetika adsorpsi yang didasarkan pada rumusan kinetika adsorpsi orde satu semu menurut Lagergren (1989) dan kinetika adsorpsi orde dua semu menurut McKay dan Ho (1999). Model kinetika ini dipilih karena ketiga model cukup mewakili model kinetika proses adsorpsi yang terjadi. Hasil evaluasi terhadap parameter kinetika adsorpsi menunjukkan bahwa rumusan kinetika adsorpsi orde dua semu yang dikemukakan oleh McKay dan Ho (1999) adalah yang paling sesuai. Plot t/q_t lawan t sesuai persamaan dari rumusan kinetika orde dua semu ditampilkan pada Gambar 4.



Gambar 4. Profil Plot t/q_t lawan t untuk adsorpsi metilen biru oleh (a) U-KUR dan (b) S-KUR

Harga konstanta laju adsorpsi orde dua semu (k_2) dan koefisien korelasi (R^2) dari plot pada Gambar 4 ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Parameter kinetika orde dua semu

Material	Parameter Adsorpsi*	
	k_2 (g/mg.menit)	R^2
U-KUR	$3,42 \times 10^{-2}$	0,9999
S-KUR	$42,75 \times 10^{-3}$	0,9999

* (Ho dan McKay, 1999)

Model kinetika reaksi ini menunjukkan bahwa laju adsorpsi setara dengan kuadrat konsentrasi ion logam divalen yang diekspresikan dengan $(q_e - q_t)^2$. Hasil tersebut cukup relevan dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh Elmou barki.et.,al.(2015) dan Sadiana (2017).

Kesetimbangan adsorpsi

Kajian kesetimbangan adsorpsi ditujukan untuk menentukan pola isotherm, kapasitas adsorpsi dan energi adsorpsi. Pola isotherm ini menggambarkan hubungan antara jumlah zat yang diadsorpsi oleh adsorben dengan konsentrasi zat pada saat kesetimbangan dalam kondisi temperatur tetap. Pada penelitian ini digunakan model isotherm *Langmuir* dan isotherm *Freundlich*

untuk menyatakan mekanisme adsorpsi yang terjadi sedangkan untuk menentukan kapasitas serta energi adsorpsi dari adsorben terhadap adsorbat digunakan isotherm *Langmuir*. Bila ditinjau dari nilai R^2 (Tabel 2) maka adsorpsi pada serbuk kulit umbut rotan dan selulosa kulit umbut rotan cenderung mengikuti pola isotherm *Langmuir*, sehingga dapat diasumsikan bahwa situs aktif pada permukaan adsorben bersifat homogen yang berarti bahwa satu ion metilen biru menempati satu situs aktif dan tidak ada adsorpsi lebih lanjut yang dapat dilakukan pada situs tersebut. Semakin tinggi koefisien korelasi untuk model *Langmuir* memprediksi bahwa cakupan ion metilen biru mungkin *monolayer*.

Tabel 2. Konstanta isotherm adsorpsi U-KUR dan S-KUR terhadap metilen biru

Material	Parameter Adsorpsi Langmuir			R^2
	B (mol/g)	K (L/mol)	E (kJ/mol)	
U-KUR	$11,2 \times 10^{-5}$	78.874,30	2,80	0,987
S-KUR	$33,3 \times 10^{-5}$	262.959,98	30,92	0,987

Material	Parameter Adsorpsi Feundlich		R^2
	B	N	
U-KUR	25,39	1,70	0,999
S-KUR	1,19	1,79	0,9475

Berdasarkan pola isotherm *Langmuir* juga dapat ditentukan pula secara langsung nilai kapasitas adsorpsi (b) dari adsorben yang ditunjukkan pada Tabel 2. Pada table tersebut terlihat bahwa U-KUR dan S-KUR memiliki kapasitas adsorpsi (b) terhadap metilen biru secara berturut-turut sebesar $11,2 \times 10^{-5}$ mol/g dan $33,3 \times 10^{-5}$ mol/g. Dari hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa isolasi selulosa mampu meningkatkan kemampuan adsorpsi serbuk

kulit umbut rotan terhadap metilen biru sampai dengan dua kali lipatnya. Hal ini terjadi karena selulosa pada kulit umbut rotan memiliki situs aktif (-OH) yang lebih bebas dibandingkan dengan kulit umbut rotan yang terhalangi oleh adanya hemicelulosa dan lignin. Situs aktif (-OH) dari selulosa ini lah yang dapat digunakan untuk berinteraksi dengan metilen biru.

Penerapan persamaan isotherm *Langmuir* dapat dikembangkan untuk

menentukan energi adsorpsi menurut persamaan $E = RT \ln K$. Dari hasil perhitungan diperoleh bahwa energi yang diperlukan untuk adsorpsi metilen biru pada U-KUR dan S-KUR secara berturut-turut sebesar 2,80kJ/mol dan 30,92kJ/mol. Energi yang diperoleh menunjukkan bahwa ikatan yang terjadi antara situs-situs aktif U-KUR terhadap metilen biru merupakan ikatan elektrostatik yang lebih lemah jika dibandingkan dengan ikatan yang terjadi antara situs-situs aktif S-KUR terhadap metilen biru.

KESIMPULAN

Proses adsorpsi serbuk kulit umbut rotan (U-KUR) dan selulosa kulit umbut rotan (S-KUR) terhadap metilen biru mencapai optimum pada pH8. Proses adsorpsi S-KUR terhadap metilen biru mencapai optimum pada waktu 40 menit. Kajian kinetika dan kesetimbangan adsorpsi menunjukkan bahwa adsorpsi metilen biru oleh S-KUR mengikuti kinetika orde dua semu dengan pola isotherm *Langmuir*.

DAFTAR PUSTAKA

- Cooney, D.O., 1998. *Adsorption design for wastewater treatment*. CRC press.
- Day, R.A. dan Underwood, A. L. 2002. Analisis Kimia Kuantitatif. Erlangga. Jakarta.
- Dini, E.W.P., 2019. Degradasi metilen blue menggunakan fotokatalis ZnO-zeolit. *CHEMISTRY PROGRESS*, 7(1).
- Elmoubarki, R., Mahjoubi, F.Z., Tounsadi, H., Moustadraf, J., Abdenouri, M., Zouhri, A., El Albani, A. and Barka, N., 2015. Adsorption of textile dyes on raw and decanted Moroccan clays: kinetics, equilibrium and thermodynamics. *Water resources and industry*, 9, pp.16-29.
- Fengel, D dan Gerd, W. 1995. *Kayu, Kimia, Ultra struktur, Reaksi-reaksi*. Gajah Mada University Press. Yogyakarta.
- Hadiwidodo, M., 2008. Penggunaan abu sekam padi sebagai adsorben dalam pengolahan air limbah yang mengandung logam Cu. *Teknik*, 29(1), pp.55-63.
- Ho, Y.S. and McKay, G., 1999. Pseudo-second order model for sorption processes. *Process biochemistry*, 34(5), pp.451-465.
- Huda, T. and Yulitaningtyas, T.K., 2018. Kajian adsorpsi methylene blue menggunakan selulosa dari alang-alang. *Indonesian Journal of Chemical Analysis (IJCA)*, 1(01), pp.9-19.
- Karelius, K. and Asi, N.B., 2017. Sintesis Ferrat (FeO₄2-) dari Fe (NO₃)₂ dan NaOCl sebagai Pendegradasi Methylene Blue. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 10(1), pp.1-7.
- Kustomo, K. and Santosa, S.J., 2019. Studi Kinetika dan Adsorpsi Zat Warna Kation (Metilen Biru) dan Anion (Metil Orange) pada Magnetit Terlapis Asam Humat: Adsorption and Kinetic Studies of Cationic (Methylene Blue) and Anionic (Methyl Orange) Dyes onto Magnetite Coated with Humic Acid. *Jurnal Jejaring Matematika dan Sains*, 1(2), pp.64-69.
- Lagergren, S.K., 1898. About the theory of so-called adsorption of soluble substances. *Sven. Vetenskapsakad. Handlingar*, 24, pp.1-39.
- Magriotis, Z.M., Carvalho, M.Z., Priscila, F., Alves, F.C., Resende, R.F. and Saczk, A.A., 2014. Castor bean (*Ricinus communis* L.) presscake from biodiesel production: An efficient low cost adsorbent for removal of textile dyes. *Journal of Environmental*

- Chemical Engineering*, 2(3), pp.1731-1740.
- Mamoto, L.V., Fatimawali, F. and Citraningtyas, G., 2013. Analisis rhodamin b pada lipstik yang beredar di pasar kota manado. *Pharmacon*, 2(2).
- Mulyana, L., Pradiko, H. and Nasution, K., 2003. Pemilihan persamaan adsorpsi isotherm pada penentuan kapasitas adsorpsi kulit kacang tanah terhadap zat warna remazol golden yellow 6. *Infomatek Teknik Lingkungan, Fakultas Teknik–Universitas Pasundan*, pp.131-143.
- Nurhasni, N., Hendrawati, H. and Saniyyah, N., 2014. Sekam Padi untuk Menyerap Ion Logam Tembaga dan Timbal dalam Air Limbah. *Jurnal Kimia Valensi*, 4(1).
- Nurhasni, N., Mar'af, R. and Hendrawati, H., 2018. Pemanfaatan Kulit Kacang Tanah (*Arachis hipogaea* L.) sebagai Adsorben Zat Warna Metilen Biru. *Jurnal Kimia VALENSI*, 4(2), pp.156-167.
- Purwamargapratala, Y. and Yusuf, S., 1978. Ridwan.(2013). Degradasi metilen biru dengan komposit $TiO_2SiO_2Fe_3O_4$. In *Seminar Nasional IX SDM Teknologi Nuklir Yogyakarta*, ISSN (Vol. 176).
- Rida, K., Bouraoui, S. and Hadrine, S., 2013. Adsorption of methylene blue from aqueous solution by kaolin and zeolite. *Applied Clay Science*, 83, pp.99-105.
- Sadiana, I.M., Fatah, A.H. and Karelius, K., 2017. Synthesis of Natural Clay Magnetite Composite as Adsorbent of Methylene Blue. *Jurnal Sains dan Terapan Kimia*, 11(2), pp.90-102.
- Sadiana, I.M., Karelius, K., Agnestisia, R. and Fatah, A.H., 2018. Studies on Synthesis, Characterization, and Adsorption of Cationic Dyes from Aqueous Solutions Using Magnetic Composite Material from Natural Clay in Central Kalimantan, Indonesia. *Molekul*, 13(1), pp.63-71.
- Volesky, B dan Naja, G.2005. *Biosorption Application Strategies*. Capetown South Africa, IBS Compress Co.
- Wiley dan Sons. 2004. *Infrared Spectroscopy : Fundamentals and Applications*. ISBN. 0-470-85427-8.
- Zhang, J., Zhang, Y., Lei, Y. and Pan, C., 2011. Photocatalytic and degradation mechanisms of anatase TiO_2 : a HRTEM study. *Catalysis Science & Technology*, 1(2), pp.273-278.



**Jalan Jend. A. Yani, Km 36, Kampus Universitas Lambung Mangkurat,
Banjarbaru 73714 Kalimantan Selatan
Telp (0511) 4773112 Fax. (0511) 4773112/4782899
E-mail: info@fmipa.ulm.ac.id
Website: fmipa.ulm.ac.id**

ISSN 1411-1616



9 771411 161628