

# SEMINAR NASIONAL K I M I A UIN SUNAN GUNUNG DJATI

“Peran Sains dalam Meningkatkan  
Nilai Tambah Bahan Alam  
untuk Kesejahteraan Masyarakat”

## PROSIDING

Sabtu, 13 Oktober 2018 | 08.00  
Aula FST UIN Sunan Gunung Djati Bandung



# PROSIDING

## Seminar Nasional Kimia

### UIN Sunan Gunung Djati Bandung 2018

Tema:

“Peran Sains Dalam Meningkatkan Nilai Tambah Bahan Alam Untuk Kesejahteraan Masyarakat”



Bandung, 13 Oktober 2018  
Aula Fakultas Sains dan Teknologi

Jurusan Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Sunan Gunung Djati Bandung  
2018

---

# PROSIDING

## Seminar Nasional Kimia

### UIN Sunan Gunung Djati Bandung 2018

**"Peran Sains dalam Meningkatkan Nilai Tambah Bahan Alam untuk Kesejahteraan Masyarakat"**

Jurusan Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi  
Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati Bandung  
2018

**ISBN : 978-602-53770-0-6**

**Reviewer :**

Dr. Asep Supriadin, M.Si.  
Dr. Tety Sudiarti, M.Si.  
Dr. Dede Suhendar, M.Si.  
Soni Setiadji, M.T., M.Si.  
Nunung Kurniasih, M.Si.  
Tina Dewi Rosahdi, M.Si.  
Vina Amalia, M.Si.

**Editor :**

Eko Prabowo Hadisantoso, M.PKim.  
Tsani Adiyanti, S.Si.  
Yusuf Rohmatulloh, S.Si.  
Citra Fitriani Kusman, S.Si.  
Nisa Nur Khasanah, S.Si

**Penerbit :**

Jurusan Kimia  
Fakultas Sains dan Teknologi  
UIN Sunan Gunung Djati Bandung  
Jl. A.H. Nasution No. 105 Bandung 40614

## Kata Pengantar

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Kuasa dan Penyayang atas segala karunia dan rahmat-Nya sehingga buku Prosiding Seminar Nasional Kimia UIN Sunan Gunung Djati Bandung 2018 ini dapat tersusun. Sholawat dan salam kita sampaikan pada manusia termulia yang membimbing kita dari kegelapan menuju cahaya terang benderang, yaitu Nabi besar Muhammad SAW, kepada keluarganya, sahabatnya dan umatnya hingga akhir zaman.

Buku Prosiding ini disusun sebagai output dari kegiatan Seminar Nasional tersebut. Seminar Nasional Kimia tahun 2018 dengan tema peran “Sains dalam Meningkatkan Nilai Tambah Bahan Alam untuk Kesejahteraan Masyarakat” yang diselenggarakan oleh jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Gunung Djati Bandung.

Hingga batas akhir pengumpulan makalah lengkap yang telah ditetapkan, terkumpul 26 makalah. Ke-26 makalah tersebut telah diperiksa oleh panitia dan dinyatakan layak untuk dapat dikumpulkan dalam buku prosiding ini. Makalah-makalah tersebut berasal dari berbagai bidang ilmu kimia yang meliputi kimia analitik, kimia anorganik, kimia organik, kimia fisik dan komputasi, biokimia serta pendidikan kimia.

Pada kesempatan ini kami sebagai panitia mengucapkan terima kasih pada semua pihak yang terlibat dalam seminar dan penyusunan buku prosiding ini. Besar harapan kami bahwa output seminar ini dapat memberikan dampak positif terhadap perkembangan ilmu kimia khususnya di Indonesia. Selain itu kami juga menyampaikan maaf jika dalam penyelenggaraan seminar dan penyusunan buku prosiding terdapat hal-hal yang kurang berkenan.

Terima kasih.

## Daftar Isi

Kata Pengantar .....	i
Daftar Isi .....	ii
Sambutan Ketua Jurusan .....	v

### Makalah-makalah

Novianti Nur Fauziah, Vina Amalia, Tety Sudiarti	Studi Penurunan Kadar Zat Warna Metilen Biru Menggunakan Metode Elektrokoagulasi dengan Elektroda Aluminium	1 – 9
Najmia, Vina Amalia, Tety Sudiarti	Efektivitas Elektroda Seng (Zn), Besi (Fe), Dan Aluminium (Al) untuk Menurunkan Kadar Logam Pb dalam Air dengan Metode Elektrokoagulasi	10 – 20
Nurul Khotimah, Vina Amalia, Eko Prabowo Hadisantoso	Adsorpsi Ion Sulfat Oleh Hidroksiapatit	21 – 26
Linda Amalia R, Vina Amalia, Eko Prabowo Hadisantoso	Analisis Kadar Raksa pada Rambut Di Kawasan Sungai Muara Angke Kecamatan Panjaringan dengan Menggunakan Teknik <i>Vapor Generation Accessory-Atomic Absorbtion Spectrophotometer</i>	27 – 37
Sandi Halimah, Dede Suhendar, Gina Giftia A.D	Studi Air untuk Thaharah Berdasarkan Pengaruh Volume Air Terhadap Dinamika Kebutuhan Oksigen dan Perubahan Warna Zat Terlarut Metilen Biru	38 – 50
Naurah Nazhifah, Dede Suhendar, Vina Amalia	Studi Kadar Timbal dalam Darah Hijamah (bekam) dengan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA)	51 – 57
Tiana Dewi, Dede Suhendar, Eko Prabowo Hadisantoso	Pemanfaatan Abu Gosok, Kaleng Aluminium, dan Kaleng Timah Sebagai Bahan Utama Sintesis Faujasit yang Mengandung Besi	58 – 68
Ajeng Siti Rahayu, Dede Suhendar, Eko Prabowo Hadisantoso	Sintesis dan Karakterisasi Silikon Karbida dari Silika Abu Sekam Padi dan Karbon Serbuk Kayu pada Suhu Rendah	69 – 77
Florentina Maria Titin Supriyanti, Zackiyah, Gine Ariani	Fortifikasi Yoghurt dengan Ekstrak Daun Kelor ( <i>Moringa oleifera</i> ) Sebagai Sumber Kalium	78 – 89

Rija Lailatusy Syifa, Tina Dewi Rosahdi, Anggita Rahmi Hafsari	Pengaruh Bufer Dialisis, Suhu, dan Waktu Penyimpanan Terhadap Aktivitas $\alpha$ -amilase dari <i>Bacillus sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub></i>	90 – 94
Fitriani Nurul Hidayati, Tina Dewi Rosahdi, Anggita Rahmi Hafsari	Pengaruh pH, Suhu dan Bufer Terhadap Aktivitas $\alpha$ -Amilase dari <i>Bacillus Sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub></i>	95 – 99
Ika Natalia Mauliza Irvan Fauzi Rochman	Aktivitas Enzim Amilase Hasil Fermentasi Limbah Kain Tenun Grey Kapas oleh Jamur <i>Aspergillus niger</i>	100 – 108
Rina Budi Satiyarti, Selvia Rani Rahayu, Indarto	Pengaruh Penambahan Buah Naga Merah ( <i>Hylocereus Polyrhizus</i> ) Terhadap Kualitas Selai Kulit Pisang Kepok ( <i>Musa Paradisiaca</i> <i>Formatypica</i> )	109 – 115
Ekki Kurniawan, M Ramdhani, Rintis Manfaati, Deden Indra Dinata Anni Angraini, Iman Rahayu, Husein Bahti	Elektrolisis untuk Produksi Air Alkali dan Asam dengan Sumber Energi Modul Sel Surya	116 – 126
Muklisatum Listyawati, Fida Madayanti Warganegara, M. Abdulkadir Martoprawiro	Peran Aif Mitokondria dalam Regulasi Kematian Sel: Studi Komputasi Interaksi Menggunakan Docking	127 – 132
Fajar Gunawan, Soni Setiadji	Studi Komputasi Ekstrak Daun Teh Hitam ( <i>Camelilia sinensis</i> ) Sebagai Inhibitor Korosi dengan Metode Hartree Fock	133 – 140
Ratu Betta Rudibyani	Peningkatkan Keterampilan Berpikir Kritis Siswa Melalui Lembar Kerja Siswa Berbasis Problem Solving	141 – 150
Gebi Dwiyantri, Yayan Sunarya, Parmita Utami	Optimasi Prosedur Percobaan dan Penyiapan Lembar Kerja Siswa (LKS) Praktikum Berbasis Inkuiri Terbimbing Topik Polimer Melalui Pembuatan Slime	151 – 159
Otong Nugraha	Penerapan Pendekatan Inquiry untuk Meningkatkan Hasil Belajar Kimia Instrumen Siswa Kelas XI Analis Kimia di SMK Negeri 13 Bandung	160 – 164

Emmawaty Sofya	Efektivitas Problem Solving untuk Meningkatkan Motivasi Belajar dan Penguasaan Konsep Siswa pada Materi Stoikiometri	165 – 173
Bayu Saputra, Ryzal Perdana	Implementasi Desain Didaktis pada Pembelajaran Tata Nama Senyawa Anorganik dan Organik Sederhana	174 – 179
Fera Faridatul Habibah, Rukman Hertadi	Produksi, Karakterisasi dan Aplikasi Levan dari <i>Bacillus licheniformis</i> BK2 untuk Media Pembelajaran Bionanopartikel	180 – 189
Muhammad Iqbal, Remco Arjen Knigge, Lucas Mevius, Francesco Picchioni	Studi Pendahuluan Epoksidasi Minyak Jarak dengan Konversi Reaksi Yang Tinggi	190 – 196
Anisa Budiman, Tina Dewi Rosahdi, Asep Supriadin	Efektivitas Tepung Kulit Pisang Raja Bulu ( <i>Musa paradisiaca</i> L. <i>Var sapientum</i> ) Sebagai Media Pertumbuhan Bakteri Asam Laktat ( <i>Lactobacillus casei</i> dan <i>Lactobacillus acidophilus</i> )	197 – 205
Tia Bestiana Nur Azizah, Tina Dewi Rosahdi, Anggita Rahmi Hafsari	Identifikasi Kemampuan $\alpha$ -Amilase dari <i>Bacillus</i> sp. K <sub>2</sub> Br <sub>5</sub> dalam Mendegradasi dan Mengadsorpsi Pati Mentah	206 – 212
Urza Febrina, Ira Adiyati Rum, Rahmat Santoso	Uji Aktivitas Antioksidan dan Antibakteri Fermentasi Kacang Kedelai (Natto) Terhadap Bakteri <i>Escherichia coli</i> dan <i>Staphylococcus aureus</i>	213 – 222
Nurwanti Fatnah, Lena Rachmidar Eko Prabowo Hadisantoso	Studi Optimasi Adsorpsi Zat Warna Cibacron Red oleh Kitosan Hasil Deasetilasi Kitin Cangkang Udang Putih	223 – 230
Suganal	Karbonisasi Batubara Cara Pemanasan Langsung Dalam Rotary Kiln Skala Pilot Plant	231 – 239

## **Sambutan Ketua Jurusan**

Yth. Dekan FST UIN Sunan Gunung Djati Bandung atau yang mewakilinya

Pembicara

Pemakalah

Panitia Penyelenggara (Dosen, Staf dan Keluarga Besar Himpunan Mahasiswa Kimia)

Undangan dan Hadirin Sekalian

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Kuasa dan Penyayang atas segala karunia dan rahmat-Nya sehingga kegiatan Seminar Nasional Kimia tahun 2018 dengan tema peran Sains dalam Meningkatkan Nilai Tambah Bahan Alam untuk Kesejahteraan Masyarakat yang diselenggarakan oleh jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Gunung Djati Bandung dapat dilaksanakan.

Pada Seminar Nasional Kimia 2018 ini terdapat 3 makalah utama 58 peserta pemakalah oral, 13 peserta pemakalah poster, 9 peserta non pemakalah dari berbagai bidang ilmu kimia yang meliputi kimia analitik, kimia anorganik, kimia organik, kimia fisik dan komputasi, biokimia serta pendidikan kimia.

Indonesia merupakan salah satu penghasil bahan alam yang cukup besar hal ini ditunjang dari melimpahnya Sumber Daya Alam. Kelimpahan bahan alam di Indonesia tidak diiringi dengan pengelolaan yang baik sehingga menimbulkan berbagai permasalahan baik dalam pengembangan dan pengelolaan dalam menunjang kesejahteraan masyarakat. Maka dari itu hadirnya peran sains dapat menunjang peningkatan nilai tambah bahan alam. Peran sains dapat menumbuhkan kemampuan mendayagunakan kemajuan iptek dengan jalan meningkatkan pemanfaatan, pengembangan dan penguasaannya untuk menunjang kesejahteraan rakyat.

Besar harapan kami, dengan diselenggarakannya kegiatan ini dapat menjadikan hasil-hasil penelitian sebagai sumber informasi penting bagi kimiawan di Indonesia, maupun masyarakat luas dalam bidang peranan sains sebagai penunjang kesejahteraan masyarakat. Sebagai pimpinan jurusan, saya mengucapkan terima kasih sebesar-besarnya kepada semua pihak yang telah berpartisipasi dan telah hadir dalam kegiatan ini serta tak lupa kami sampaikan permohonan maaf jika ada yang kurang berkenan dalam pelayanan selama kegiatan seminar nasional ini berlangsung. Ketua Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi Sunan Gunung Djati Bandung

**Dr. Tety Sudiarti, M.Si.**

## **STUDI PENURUNAN KADAR ZAT WARNA METILEN BIRU MENGUNAKAN METODE ELEKTROKOAGULASI DENGAN ELEKTRODA ALUMINIUM**

**Novianti Nur Fauziah<sup>a</sup>, Vina Amalia<sup>a</sup>, Tety Sudiarti<sup>a</sup>**

*a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat  
40614, Indonesia*

e-mail: noviantinurfauziah96@gmail.com

### **ABSTRAK**

Elektrokoagulasi merupakan metode pengolahan air secara elektrokimia. Elektrokoagulasi efektif untuk menurunkan kadar zat warna yang ada di dalam limbah cair karena mempunyai efisiensi penyisihan yang cukup tinggi dengan biaya yang relatif murah. Penelitian ini dilakukan untuk mengidentifikasi pengaruh jarak elektroda, kuat arus dan waktu kontak terhadap penurunan kadar zat warna metilen biru pada proses elektrokoagulasi dengan menggunakan sepasang elektroda aluminium. Proses elektrokoagulasi yang dilakukan pada penelitian ini yaitu dengan sistem *batch*. Variasi yang digunakan pada proses elektrokoagulasi yaitu jarak elektroda (1, 2 dan 3 cm), kuat arus (1, 2, 3, 4 dan 5 A) dan waktu kontak (5, 10, 15, 20, 25 dan 30 menit). Pada penelitian ini, 200 mL larutan yang mengandung 100 mg/L zat warna metilen biru ditambahkan 20 mL larutan NaCl 1% kemudian di elektrokoagulasi dengan menggunakan sepasang elektroda aluminium dengan jarak elektroda, kuat arus dan waktu kontak yang telah ditentukan. Larutan hasil elektrokoagulasi disaring dan dianalisis kadar zat warnanya dengan menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis. Penurunan kadar zat metilen biru pada proses elektrokoagulasi dipengaruhi oleh jarak elektroda, kuat arus dan waktu kontak. Hasil penelitian menunjukkan kondisi optimum penurunan kadar zat warna metilen biru dengan metode elektrokoagulasi yaitu pada jarak elektroda 1 cm, kuat arus 5 A dan waktu kontak 30 menit dengan efisiensi penyisihan sebesar 93,48%.

**Kata kunci:** elektrokoagulasi; elektroda aluminium; metilen biru.

### **PENDAHULUAN**

Keberadaan industri di Indonesia kini semakin berkembang, seiring berkembangnya industri tersebut maka produksi limbahnya pun akan semakin meningkat. Limbah ini akan memberikan masalah pencemaran air jika tidak dilakukan pengolahan terlebih dahulu sebelum dibuang [1]. Limbah zat warna merupakan salah satu limbah industri yang paling banyak dihasilkan. Limbah zat warna bila berada di badan air akan menghalangi masuknya cahaya matahari ke dalam badan air sehingga zat warna tidak dapat terdegradasi atau terurai oleh lingkungan yang mengakibatkan lingkungan sekitar menjadi tercemar.

Salah satu zat warna yang sering digunakan secara luas baik di industri maupun di masyarakat umum yaitu metilen biru. Hal ini dikarenakan metilen biru memberikan warna yang cerah, praktis digunakan dan harganya relatif murah. Metilen biru merupakan zat warna kation yang paling umum digunakan sebagai pewarna dasar pada industri tekstil dan kertas. Banyaknya penggunaan metilen biru dalam industri mengakibatkan senyawa tersebut banyak ditemukan dalam limbah cair hasil industri. Selain dapat menurunkan kualitas air, limbah buangan metilen biru juga dapat mengakibatkan timbulnya berbagai

penyakit serius pada tubuh seperti kanker, gangguan fungsi hati dan kerusakan pada ginjal. Oleh karena itu, perlu diadakan penelitian untuk mereduksi senyawa tersebut.

Telah dilakukan beberapa penelitian untuk mereduksi zat warna dalam limbah cair industri tekstil seperti dengan menggunakan ozon yang diproduksi dengan menggunakan plasma. Namun, metode ini kurang efisien karena menggunakan sumber energi yang sangat besar, yaitu dalam jumlah kilovolt [2]. Selain itu ada juga yang menggunakan proses biologi, namun berbagai penelitian menunjukkan bahwa proses biologi tersebut kurang efektif dalam mereduksi zat warna. Hal ini dikarenakan zat warna cenderung mempunyai sifat tahan terhadap degradasi biologi (*recalcitrance*) [3]. Pada penelitian ini menggunakan proses elektrokoagulasi sebagai salah satu alternatif pengolahan limbah cair zat warna. Kelebihan dari metode ini yaitu nilai efisiensinya cukup tinggi, selain itu biaya yang diperlukan relatif murah dan mudah dalam pengoperasiannya karena alat-alat yang digunakan sederhana.

Elektrokoagulasi merupakan metode pengolahan air secara elektrokimia. Metode ini sederhana, mudah dilakukan dan menghasilkan padatan dalam jumlah sedikit. Elektrokoagulasi merupakan salah satu proses koagulasi dengan menggunakan tenaga listrik melalui proses elektrolisis untuk mengurangi atau menurunkan ion-ion logam dan partikel-partikel di dalam air. Jenis elektroda yang digunakan pada penelitian ini yaitu sepasang elektroda aluminium yang berperan sebagai sumber ion  $Al^{3+}$  di anoda dan berfungsi sebagai koagulan dalam proses koagulasi-flokulasi yang terjadi di dalam sel tersebut. Sedangkan pada katoda terjadi reaksi katodik dengan membentuk gelembung-gelembung gas hidrogen yang berfungsi untuk menaikkan flok-flok tersuspensi yang tidak dapat mengendap di dalam sel.

Proses elektrokoagulasi dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya yaitu jarak elektroda, kuat arus dan waktu kontak. Sehingga pada penelitian ini dilakukan berbagai variasi jarak elektroda (1, 2 dan 3 cm), kuat arus (1, 2, 3, 4 dan 5 A) dan waktu kontak (5, 10, 15, 20, 25 dan 30 menit) untuk mengidentifikasi pengaruh jarak elektroda, kuat arus dan waktu kontak terhadap penurunan kadar zat warna metilen biru pada proses elektrokoagulasi serta untuk mengidentifikasi kondisi optimum dari ketiga variasi tersebut dalam penurunan kadar zat warna metilen biru pada proses elektrokoagulasi.

## **BAHAN DAN METODE**

### ***Alat***

Alat-alat yang digunakan meliputi labu takar 25 mL, labu takar 100 mL, labu takar 250 mL, labu takar 500 mL, labu takar 1000 mL, pipet volume 10 mL, pipet ukur 1 mL, pipet ukur 10 mL, pipet tetes, gelas kimia 100 mL, gelas kimia 250 mL, erlenmeyer 250 mL, corong kaca, kaca arloji, batang pengaduk, plat elektroda aluminium, adaptor, kabel buaya, neraca analitik, bulb pipet, spatula dan botol semprot.

### ***Bahan***

Bahan-bahan yang digunakan meliputi zat warna metilen biru, NaCl (p.a), kertas saring Whatman No. 41 dan aqua demineral (aqua DM).

### ***Instrumentasi***

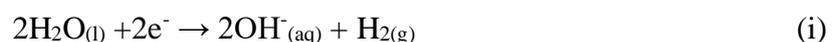
Instrumentasi yang digunakan meliputi spektrofotometer UV-Vis (Agilent Technologies, Cary 60).

### **Prosedur Penelitian**

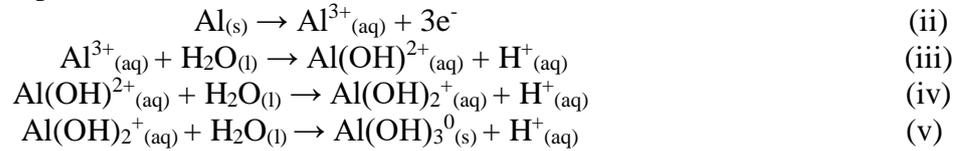
1. Pembuatan Larutan Induk Metilen Biru 100 mg/L  
Padatan zat warna metilen biru ditimbang sebanyak 0,01 gram dan dilarutkan dengan aqua DM sampai volume 100 mL dalam labu takar 100 mL lalu dihomogenkan.
2. Pembuatan Larutan Standar Metilen Biru  
Larutan induk metilen biru dengan konsentrasi 100 mg/L dipipet sebanyak 0,25; 0,5; 0,75; 1; dan 1,25 mL kemudian diencerkan dengan aqua DM dalam labu takar 25 mL sampai tanda batas sehingga diperoleh larutan standar metilen biru dengan konsentrasi 1; 2; 3; 4 dan 5 mg/L.
3. Pengujian Awal Larutan Zat Warna Metilen Biru  
Larutan metilen biru dengan konsentrasi 100 mg/L dipipet sebanyak 20 mL kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL dan ditambahkan 2 mL NaCl 1%. Setelah itu diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm sehingga didapat konsentrasi awal dari larutan metilen biru.
4. Elektrokoagulasi Zat Warna Metilen Biru dengan Variasi Jarak Elektroda  
Larutan metilen biru dengan konsentrasi 100 mg/L diambil sebanyak 200 mL kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL dan ditambahkan 20 mL NaCl 1%. Setelah itu dilakukan elektrokoagulasi menggunakan sepasang elektroda aluminium dengan jarak elektroda 1 cm dan kuat arus 1 A selama 15 menit. Hasil elektrokoagulasi disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman No. 41 dan filtrat yang didapat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm. Dilakukan percobaan yang sama dengan mengubah jarak elektroda menjadi 2 cm dan 3 cm.
5. Elektrokoagulasi Zat Warna Metilen Biru dengan Variasi Kuat Arus  
Larutan metilen biru dengan konsentrasi 100 mg/L diambil sebanyak 200 mL kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL dan ditambahkan 20 mL NaCl 1%. Setelah itu dilakukan elektrokoagulasi menggunakan sepasang elektroda aluminium dengan jarak elektroda optimum yang didapat pada percobaan 4 dan kuat arus 1 A selama 15 menit. Hasil elektrokoagulasi disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman No. 41 dan filtrat yang didapat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm. Dilakukan percobaan yang sama dengan mengubah kuat arus menjadi 2, 3, 4 dan 5 A.
6. Elektrokoagulasi Zat Warna Metilen Biru dengan Variasi Waktu Kontak  
Larutan metilen biru dengan konsentrasi 100 mg/L diambil sebanyak 200 mL kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 250 mL dan ditambahkan 20 mL NaCl 1%. Setelah itu dilakukan elektrokoagulasi dengan menggunakan sepasang elektroda aluminium dengan jarak elektroda optimum yang didapat pada percobaan 4 dan kuat arus optimum yang didapat pada percobaan 5 selama 5 menit. Hasil elektrokoagulasi disaring dengan menggunakan kertas saring Whatman No. 41 dan filtrat yang didapat diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 664 nm. Dilakukan percobaan yang sama dengan mengubah waktu kontak menjadi 10, 15, 20, 25 dan 30 menit.

### **DISKUSI**

Elektrokoagulasi merupakan metode pengolahan air secara elektrokimia. Dalam elektrokoagulasi akan terjadi proses reduksi pada katoda dan oksidasi pada anoda. Pada penelitian ini menggunakan sepasang elektroda aluminium sehingga pada katoda yang akan mengalami reduksi adalah air karena air memiliki potensial standar reduksi yang lebih besar daripada aluminium. Pada katoda air akan tereduksi sehingga menghasilkan hidroksida dan gas hidrogen seperti yang terlihat pada persamaan (i).

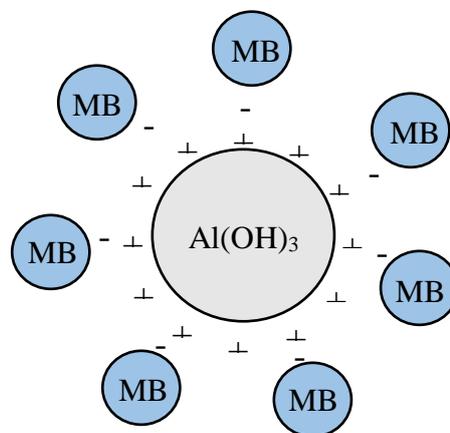


Gelembung-gelembung gas hidrogen ini berfungsi untuk menaikkan flok-flok tersuspensi yang tidak dapat mengendap di dalam sel. Sedangkan pada anoda, aluminium akan teroksidasi dan menghasilkan ion  $\text{Al}^{3+}$  seperti yang terlihat pada persamaan (ii). Ion  $\text{Al}^{3+}$  akan terhidrolisis di dalam air sehingga membentuk aluminium hidroksida yang berfungsi sebagai koagulan. Adapun persamaan reaksinya seperti yang terlihat pada persamaan (iii), (iv) dan (v).



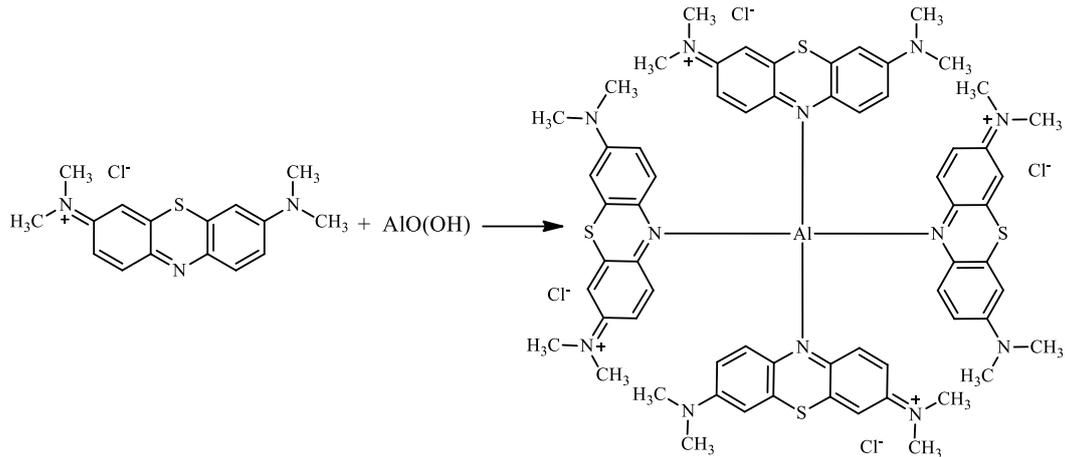
Aluminium hidroksida akan mengflokulasi dan mengkoagulasi zat warna metilen biru sehingga akan terjadi penurunan kadar zat warna tersebut. Penurunan kadar zat warna ini disebabkan karena adanya proses adsorpsi, dimana padatan tersuspensi bergabung pada permukaan koagulan dan meninggalkan larutan limbah, sehingga terjadi proses pemisahan zat padat dari limbah.

Penurunan kadar zat warna metilen biru pada proses elektrokoagulasi dapat terjadi karena adanya proses kopresipitasi zat warna metilen biru dalam endapan gelatin aluminium hidroksida dan terbentuknya kompleks zat warna metilen biru dengan aluminium hidroksida. Dalam air, aluminium hidroksida akan tersuspensi membentuk koloid yang berupa partikel besar dan stabil yang pada akhirnya mengendap sebagai endapan gelatin dan mengkopresipitasi zat warna metilen biru akibat adanya gaya Van der Waals. Aluminium hidroksida merupakan partikel koloid bermuatan positif sehingga lebih mudah menyerap metilen biru yang bermuatan negatif seperti yang terlihat pada **Gambar 1**. Adanya interaksi antara aluminium hidroksida yang bermuatan positif dengan anion dari metilen biru yang bermuatan negatif akan menghasilkan adsorpsi yang kuat.



**Gambar 1.** Usulan interaksi antara aluminium hidroksida dengan metilen biru karena adanya gaya Van der Waals

Selain akibat adanya gaya Van der Waals, penurunan kadar zat warna metilen biru juga bisa terjadi karena terbentuknya kompleks aluminium dengan zat warna metilen biru seperti yang terlihat pada **Gambar 2**. Ikatan yang terjadi antara zat warna dan aluminium merupakan ikatan kovalen koordinat dengan asumsi aluminium berperan sebagai atom pusat dan zat warna sebagai ligan [4]. Pada zat warna metilen biru, aluminium hidroksida berikatan dengan nitrogen. Adanya ikatan antara aluminium dengan nitrogen disebabkan karena nitrogen memiliki sepasang elektron bebas yang dapat disumbangkan untuk membentuk ikatan dengan  $\text{Al(III)}$ .



**Gambar 2.** Usulan reaksi metilen biru dengan aluminium hidroksida

### Pengaruh Jarak Elektroda terhadap Penurunan Kadar Zat Warna Metilen Biru pada Proses Elektrokoagulasi

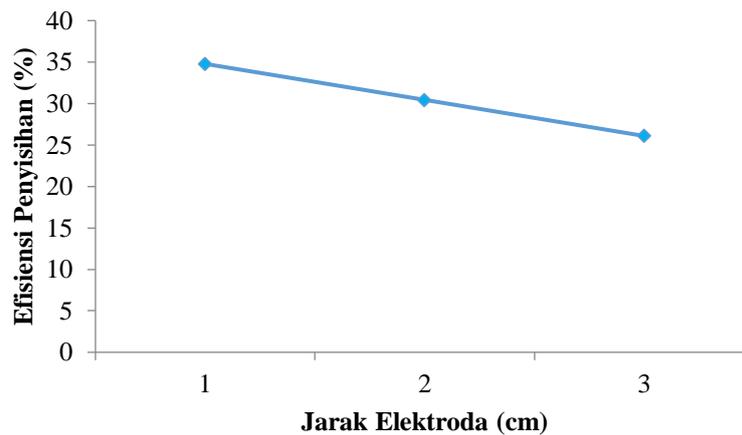
Pada penelitian ini dilakukan variasi jarak elektroda pada proses elektrokoagulasi yaitu 1, 2 dan 3 cm dengan menggunakan kuat arus 1 A dan waktu kontak 15 menit. Variasi jarak elektroda ini digunakan untuk mengetahui pengaruh jarak elektroda terhadap penurunan kadar zat warna metilen biru dengan menggunakan metode elektrokoagulasi. Data hasil elektrokoagulasi zat warna metilen biru pada variasi jarak elektroda dapat dilihat pada **Tabel 1**.

**Tabel 1.** Hasil elektrokoagulasi zat warna metilen biru pada variasi jarak elektroda

Jarak	Konsentrasi Metilen Biru	
	Sebelum Elektrokoagulasi	Sesudah Elektrokoagulasi
1 cm	92 mg/L	60 mg/L
2 cm	92 mg/L	64 mg/L
3 cm	92 mg/L	68 mg/L

Hasil dari proses elektrokoagulasi yang terdapat pada **Tabel 1** menunjukkan bahwa semakin jauh jarak elektroda yang digunakan pada saat elektrokoagulasi maka semakin sedikit penurunan kadar zat warnanya.

Pada **Gambar 3** terlihat bahwa jarak elektroda berbanding terbalik dengan efisiensi penyisihan kadar zat warna metilen biru, dimana semakin jauh jarak elektroda yang digunakan pada saat proses elektrokoagulasi maka penyisihan kadar zat warnanya semakin sedikit. Hal ini dikarenakan jarak elektroda mempengaruhi hambatan listrik yang terbentuk. Semakin jauh jarak elektroda yang digunakan maka hambatan listriknya akan semakin besar. Sedangkan semakin dekat jarak elektroda yang digunakan, maka hambatan listrik yang timbul dalam reaksi elektrolisis tersebut akan semakin kecil [5]. Pernyataan ini sesuai dengan persamaan (1).



**Gambar 3.** Kurva variasi jarak elektroda terhadap efisiensi penyisihan kadar zat warna metilen biru

Semakin kecil hambatan listrik yang timbul maka arus listrik yang mengalir akan semakin besar dan mengakibatkan proses oksidasi aluminium yang terjadi di anoda semakin cepat sehingga pembentukan koagulan juga akan semakin banyak [6]. Hal ini dapat dilihat dari berkurangnya massa elektroda aluminium pada anoda yang digunakan. Semakin kecil jarak elektroda yang digunakan, maka massa elektroda yang terpakainya akan semakin banyak karena proses oksidasi yang terjadi semakin cepat.

Pada proses elektrokoagulasi, jarak elektroda juga mempengaruhi pembentukan endapan hasil elektrokoagulasi. Ketika jarak elektroda semakin kecil, maka arus listrik akan semakin besar sehingga kelarutan anoda akan semakin meningkat yang mengakibatkan jumlah koagulan aluminium hidroksida yang terbentuk akan semakin banyak. Dengan meningkatnya jumlah koagulan yang terbentuk akan menyebabkan kadar zat warna metilen biru yang teradsorpsi semakin banyak. Semakin banyaknya zat warna metilen biru yang teradsorpsi oleh koagulan aluminium hidroksida maka akan membentuk gumpalan yang lebih besar dan membentuk flok yang lebih banyak sehingga jumlah *sludge* yang dihasilkannya pun akan lebih banyak [7].

Pada penelitian ini didapat jarak elektroda optimum dalam penurunan kadar zat warna metilen biru dengan metode elektrokoagulasi yaitu pada jarak elektroda 1 cm dengan efisiensi penyisihan sebesar 34,78%.

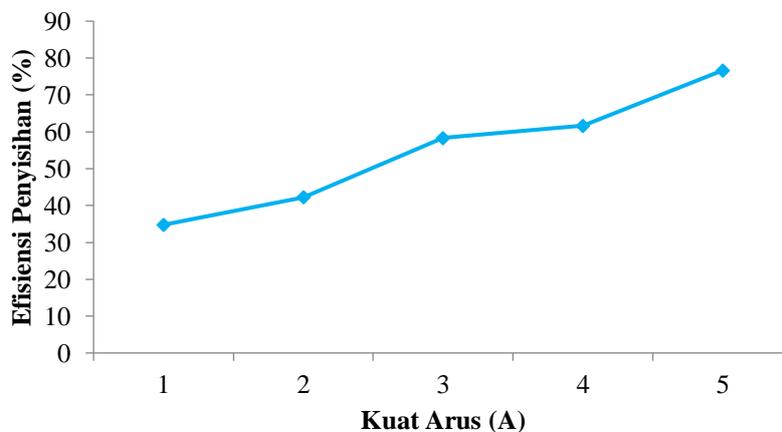
### **Pengaruh Kuat Arus terhadap Penurunan Kadar Zat Warna Metilen Biru pada Proses Elektrokoagulasi**

Pada penelitian ini dilakukan variasi kuat arus pada proses elektrokoagulasi yaitu 1, 2, 3, 4 dan 5 dengan menggunakan jarak elektroda optimum yang didapat pada percobaan sebelumnya yaitu 1 cm dan waktu kontak 15 menit. Variasi kuat arus ini digunakan untuk mengetahui pengaruh kuat arus terhadap penurunan kadar zat warna metilen biru dengan menggunakan metode elektrokoagulasi. Data hasil elektrokoagulasi zat warna metilen biru pada variasi kuat arus dapat dilihat pada **Tabel 2**.

**Tabel 2.** Hasil elektrokoagulasi zat warna metilen biru pada variasi kuat arus

Kuat Arus	Konsentrasi Metilen Biru	
	Sebelum Elektrokoagulasi	Sesudah Elektrokoagulasi
1 A	92 mg/L	60 mg/L
2 A	90 mg/L	52 mg/L
3 A	90 mg/L	37,5 mg/L
4 A	90 mg/L	34,5 mg/L
5 A	90 mg/L	21 mg/L

Hasil dari proses elektrokoagulasi yang terdapat pada **Tabel 2** menunjukkan bahwa semakin besar kuat arus yang digunakan pada saat elektrokoagulasi maka semakin banyak penurunan kadar zat warnanya.



**Gambar 4.** Kurva variasi kuat arus terhadap efisiensi penyisihan kadar zat warna metilen biru

Pada **Gambar 4** terlihat bahwa kuat arus berbanding lurus dengan efisiensi penyisihan kadar zat warna metilen biru, dimana semakin besar kuat arus yang digunakan pada saat proses elektrokoagulasi maka penyisihan kadar zat warna metilen biru akan semakin banyak. Kuat arus merupakan banyaknya muatan listrik yang mengalir pada suatu penghantar, sehingga semakin besar kuat arus yang digunakan maka elektron yang berpindah juga akan semakin banyak dan menyebabkan koagulan aluminium hidroksida yang terbentuknya juga semakin banyak. Dengan meningkatnya kuat arus, maka proses oksidasi aluminium menjadi ion  $Al^{3+}$  di anoda akan semakin cepat sehingga pembentukan koagulan aluminium hidroksida menjadi lebih banyak.

Semakin banyak koagulan aluminium hidroksida yang terbentuk menyebabkan penyisihan kadar zat warna metilen biru menjadi semakin banyak dan mengakibatkan jumlah *sludge* yang dihasilkannya pun lebih banyak. Hal ini menandakan bahwa kuat arus juga mempengaruhi pembentukan endapan hasil elektrokoagulasi. Pernyataan ini sesuai dengan persamaan (2). Pada variasi kuat arus, semakin besar kuat arus yang digunakan maka massa elektroda aluminium pada anoda yang terpakai akan semakin banyak. Hal ini dikarenakan semakin besar kuat arus yang digunakan maka aluminium yang teroksidasi menjadi ion  $Al^{3+}$  menjadi lebih banyak. Pada penelitian ini didapat kuat arus optimum dalam penurunan kadar zat warna metilen biru dengan metode elektrokoagulasi yaitu pada kuat arus 5 A dengan efisiensi penyisihan sebesar 52,17%.

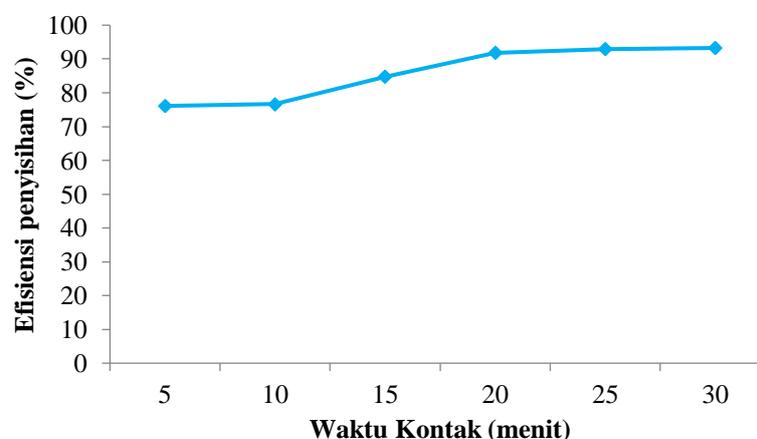
## Pengaruh Waktu Kontak terhadap Penurunan Kadar Zat Warna Metilen Biru pada Proses Elektrokoagulasi

Pada penelitian ini dilakukan variasi waktu kontak pada proses elektrokoagulasi yaitu 5, 10, 15, 20, 25 dan 30 menit dengan menggunakan jarak elektroda dan kuat arus optimum yang didapat dari percobaan sebelumnya yaitu 1 cm dan 5 A. Variasi waktu kontak ini digunakan untuk mengetahui pengaruh waktu kontak terhadap penurunan kadar zat warna metilen biru dengan menggunakan metode elektrokoagulasi. Data hasil elektrokoagulasi zat warna metilen biru pada variasi waktu kontak dapat dilihat pada **Tabel 3**.

**Tabel 3.** Hasil elektrokoagulasi zat warna metilen biru pada variasi waktu kontak

Waktu Kontak	Konsentrasi Metilen Biru	
	Sebelum Elektrokoagulasi	Sesudah Elektrokoagulasi
5 menit	90 mg/L	21,5 mg/L
10 menit	90 mg/L	21 mg/L
15 menit	92 mg/L	14 mg/L
20 menit	92 mg/L	7,5 mg/L
25 menit	92 mg/L	6,5 mg/L
30 menit	92 mg/L	6, mg/L

Hasil dari proses elektrokoagulasi yang terdapat pada **Tabel 3** menunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak yang digunakan pada proses elektrokoagulasi maka penurunan kadar zat warnanya semakin banyak. Pada **Gambar 5** terlihat bahwa waktu kontak berbanding lurus dengan efisiensi penyisihan kadar zat warna metilen biru. Semakin lama waktu kontak yang digunakan pada proses elektrokoagulasi maka penyisihan kadar zat warna metilen biru juga akan semakin banyak. Hal ini dikarenakan semakin lama waktu kontak yang digunakan pada saat proses elektrokoagulasi maka ion  $Al^{3+}$  yang dihasilkan akan semakin banyak. Hal ini terlihat dari berkurangnya massa elektroda pada anoda seiring bertambahnya waktu kontak. Semakin banyak ion  $Al^{3+}$  yang dihasilkan maka jumlah koagulan aluminium hidroksida yang terbentuknya juga akan semakin banyak. Dengan banyaknya koagulan aluminium hidroksida yang terbentuk dalam larutan maka kadar zat warna metilen biru yang teradsorpsi akan semakin banyak dan *sludge* yang dihasilkannya pun akan semakin banyak. Hal ini menandakan bahwa waktu kontak juga mempengaruhi pembentukan endapan hasil elektrokoagulasi. Pernyataan ini sesuai dengan persamaan (2).



**Gambar 5.** Kurva variasi waktu kontak terhadap efisiensi penyisihan kadar zat warna metilen biru

Pada penelitian ini didapat waktu kontak optimum dalam penurunan kadar zat warna metilen biru dengan metode elektrokoagulasi yaitu pada waktu kontak 30 menit dengan efisiensi penyisihan sebesar 93,48%.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Penurunan kadar zat warna metilen biru pada proses elektrokoagulasi dipengaruhi oleh jarak elektroda, kuat arus dan waktu kontak. Semakin jauh jarak elektroda yang digunakan pada proses elektrokoagulasi, maka penurunan kadar zat warnanya akan semakin sedikit. Sedangkan semakin besar kuat arus dan semakin lama waktu kontak yang digunakan pada proses elektrokoagulasi, maka penurunan kadar zat warnanya akan semakin banyak.
2. Kondisi optimum penurunan kadar zat warna metilen biru dengan metode elektrokoagulasi yaitu pada jarak elektroda 1 cm, kuat arus 5 A dan waktu kontak 30 menit dengan efisiensi penyisihan sebesar 93,48%.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. Suwarsa, "Penyerapan Zat Warna Tekstil BR. Red HE 7B Oleh Jerami Padi," *Jurnal Matematika dan Sains*, vol. 3, no. 1, pp. 32-40, 1998.
- [2] A. Supriyanti, "Aplikasi Lucutan Plasma Penghalang Dielektrik Berkonfigurasi Spiral Silinder Menggunakan Udara Bebas Sebagai Gas Sumber Untuk Menghasilkan Ozon," Jurusan Fisika, FMIPA, UNDIP, Semarang, 2007.
- [3] R. Manurung, R. Hasibuan dan Irvan, "Perombakan Zat Warna Azo Reaktif secara Anaerob-Aerob," Medan, 2004.
- [4] G. J. Ibannez, "Electrochemical Remediation of The Environment Fundamentals and Microscale Laboratory Experiment," *Journal of Chemical Education*, vol. 75, no. 5, pp. 634-635, Mei 1998.
- [5] E. Hendriarianti, "Pengaruh Jenis Elektroda dan Jarak Antar Elektroda Dalam Penurunan COD dan TSS Limbah Cair Laundry Menggunakan Elektrokoagulasi Konfigurasi Monopolar Aliran Kontinyu," 2004.
- [6] T. Darmawanti, S. dan D. S. Widodo, "Pengolahan Limbah Cair Industri Batik dengan Metoda Elektrokoagulasi Menggunakan Besi Bekas Sebagai Elektroda," *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi 13*, vol. 30, no. 1, pp. 18-24, 2010.
- [7] L. Riadi, W. Ferydhiwati dan L. D. S. Loeman, "Pengolahan Primer Limbah Tekstil dengan Elektrokoagulasi dan Analisa Biaya Operasi," *Reaktor*, vol. 15, pp. 73-78, Oktober 2014.

## EFEKTIVITAS ELEKTRODA SENG (Zn), BESI (Fe), DAN ALUMINIUM (Al) UNTUK MENURUNKAN KADAR LOGAM Pb DALAM AIR DENGAN METODE ELEKTROKOAGULASI

Najmia<sup>a</sup>, Vina Amalia<sup>a</sup>, Tety Sudiarti<sup>a</sup>

a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia  
e-mail: kimia@fst.uinsgd.ac.id

### ABSTRAK

Logam Pb merupakan logam yang secara ekstensif tercatat sebagai logam yang berbahaya bagi kesehatan manusia dan lingkungan, sedangkan beberapa kasus mencatat bahwa Pb banyak tersebar di lingkungan melalui limbah yang dihasilkan oleh beberapa jenis industri. Elektrokoagulasi merupakan salah satu cara efektif untuk menurunkan kadar limbah logam berat Pb. Elektrokoagulasi pada prinsipnya bekerja berdasarkan elektrolisis yang merupakan gabungan dari proses elektrokimia dan koagulasi-flokulasi. Pada penelitian elektrokoagulasi ini dilakukan dengan variasi elektroda untuk mengetahui elektroda mana yang lebih efektif dalam menurunkan limbah logam Pb. Elektroda yang digunakan adalah Al, Fe, Zn dari golongan elektroda non inert dan elektroda C dari golongan elektroda inert sebagai pembanding. Selain dengan variasi elektroda, percobaan elektrokoagulasi ini juga dilakukan dengan variasi waktu kontak 10, 20, 30, dan 40 menit. Limbah yang dielektrokoagulasi merupakan limbah buatan skala laboratorium yang dibuat dengan konsentrasi 1500 ppm. Elektrokoagulasi ini dilakukan dengan luas permukaan elektroda  $10 \times 5 \text{ cm}^2$ , kuat arus 1 A, jarak elektroda 3 cm, dan menggunakan larutan elektrolit NaCl 1 %. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa elektroda yang memiliki efektivitas penurunan kadar logam Pb tertinggi berturut-turut adalah elektroda Fe yaitu 99,90%; Zn 99,27%; Al 84,40%; dan C 79,19 %. Adapun hubungan waktu kontak terhadap penurunan konsentrasi Pb adalah semakin lama waktu kontak maka semakin banyak penurunan logam Pb.

**Kata kunci:** Elektrokoagulasi; elektroda Al; elektroda Zn; elektroda Fe; elektroda C.

### PENDAHULUAN

Industri merupakan faktor penting dalam pembangunan ekonomi negara, semakin tingginya perkembangan industri menunjukkan semakin berkembang negara tersebut. Namun disamping itu, industri juga akan menghasilkan limbah yang memiliki potensi untuk mencemari lingkungan. Beberapa industri di Indonesia melakukan usaha industri dengan menggunakan logam seperti timbal.

Pb(II) atau disebut logam timbal merupakan logam yang tercatat secara ekstensif sebagai logam berat yang sangat beracun [1]. Pada tahun 2015, *Agency for Toxic Substances and Disease Registry* (ATSDR, 2015) menempatkan Pb(II) sebagai logam berat kedua dalam daftar zat berbahaya. Pb(II) banyak digunakan dalam produksi baterai, elektroplating, cat, pigmen, gelas, pupuk, kabel, paduan, baja, dan plastik [2]. Konsentrasi Pb (II) yang tinggi biasanya ditemukan pada air limbah yang dihasilkan dari pembuatan baterai, elektroplating, dan industri pembuatan cat atau pigmen dengan masing-masing rentang konsentrasi  $1-50 \text{ mgL}^{-1}$ ,  $8-10 \text{ mgL}^{-1}$ , dan  $1-25 \text{ mgL}^{-1}$  [2]. Kadar Pb(II) yang tinggi dalam air limbah akan merugikan organisme hidup dan mampu merusak otak manusia, hati, ginjal, dan sistem reproduksi [3]. Organisasi Kesehatan Dunia (WHO) melaporkan bahwa Pb (II) menyebabkan sekitar 143 juta kematian di negara berkembang setiap tahunnya [4].

Di Indonesia kasus pencemaran Pb merupakan kasus yang sangat banyak diperbincangkan. Beberapa wilayah di Indonesia mengalami pencemaran lingkungan oleh Pb seperti kasus tercemarnya sungai di Desa Cinangka, Ciampea, Bogor, Jawa Barat pada tahun 2012, di mana jumlah Pb mencapai 10.000 ppm yang melebihi batas standar mutu dari WHO [5]. Selain itu kasus pencemaran Pb juga terjadi pada tahun 2015 pada pencemaran mainan anak dan di Danau Lido Bogor [6].

Dari beberapa kasus di atas, sehingga perlu dilakukan suatu proses penanggulangan. Semakin berkembangnya teknologi dan ilmu pengetahuan penanggulangan limbah industri khususnya limbah Pb bisa dilakukan dengan berbagai cara. Beberapa contoh penanggulangan limbah yaitu presipitasi kimia, koagulasi, elektrokoagulasi, pertukaran ion, adsorpsi, dan membran [7]. Presipitasi dan koagulasi kimiawi merupakan cara yang paling umum digunakan karena proses yang sederhana dan murah peralatan yang dibutuhkan. Namun, metode ini melibatkan sejumlah besar bahan kimia dan menghasilkan volume lumpur berbahaya yang tinggi, sehingga menghasilkan biaya operasi tambahan untuk pembuangan ke TPA yang aman dan masih menyisakan cemaran lingkungan yang lainnya [8]. Sedangkan metode pertukaran ion dan adsorpsi membutuhkan modal dan biaya operasional tinggi dan sejumlah besar bekas adsorben yang dianggap sebagai limbah berbahaya [8]. Teknologi membran pada dasarnya memiliki efisiensi yang sangat tinggi, namun biaya prosesnya juga sangat tinggi [9].

Tantangan utama untuk pengolahan limbah industri saat ini yaitu menyeimbangkan proses biaya operasional dan efisiensi pengolahan. Elektrokoagulasi merupakan metode yang paling efektif karena menghasilkan volume lumpur yang rendah dan tidak menghasilkan polutan sekunder lainnya [1].

Elektrokoagulasi merupakan suatu proses pemisahan, yang melibatkan beberapa mekanisme kimia dan fisika untuk penghilangan suatu polutan atau kontaminan [10]. Proses elektrokoagulasi merupakan gabungan dari proses elektrokimia dan proses flokulasi-koagulasi [11]. Elektrokoagulasi ini merupakan metode penanggulangan limbah yang tidak melibatkan penambahan kimia sehingga dengan metode ini tidak ada pencemaran lanjutan terhadap lingkungan. Elektrokoagulasi bisa dilakukan dengan berbagai macam elektroda seperti Ni, Al, Cu, Fe, dan Zn [1]. Al, Fe, dan Zn merupakan logam yang memiliki daya hantar listrik yang sering digunakan, serta ketiga logam ini murah dan mudah didapat.

Dengan hal ini penulis ingin melakukan penelitian tentang bagaimana pengelolaan limbah Pb dengan elektrokoagulasi terutama terfokus dengan menggunakan elektroda Zn, Al, dan Fe serta elektroda karbon sebagai elektroda pembanding serta ingin mengetahui elektroda mana yang paling efektif dan menghasilkan nilai efektifitas tertinggi dalam menurunkan limbah logam Pb.

## **BAHAN DAN METODA**

### ***Alat***

Alat-alat yang digunakan meliputi kaca arloji, labu ukur 25 mL, 50 mL, 100 mL, dan 1000 mL, corong biasa, gelas kimia 100 mL, 250 mL dan 500 mL, erlenmeyer 250 mL, gelas ukur 100 mL dan 25 mL, spatula, batang pengaduk, penggaris, neraca analitik, botol vial 15 mL dan 50 mL, pipet tetes, pipet ukur 5 mL dan 10 mL, filler, elektroda Zn, Fe, C, dan Al (tebal 0,9 mm, 0,7 mm, 0,7 mm, 0,9 mm dengan panjang 10 cm dan lebar 5 cm), *Power Supply* DC, Kabel 1 m dan penjepit buaya.

### ***Bahan***

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kertas saring Whatmann (no. 42), NaCl (for analyst, Merck®), Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> (Merck®), Ampelas (5 x 7 cm), Akua DM., Coca-cola.

### ***Prosedur Penelitian***

#### **Preparasi Sampel Limbah Logam Pb**

Sampel yang digunakan merupakan rekayasa sampel yang dibuat dalam pelarut akua DM. Sehingga sampel buatan dikondisikan seperti sampel air yang tercemar logam Pb dalam lingkungan yang sebenarnya. Pada percobaan elektrokoagulasi, sampel dibuat menggunakan  $Pb(NO_3)_2$  dengan konsentrasi 1500 ppm dengan menimbang 2,3976 gram dan dilarutkan dalam 1000 mL akua DM dalam labu ukur 1000 mL, selanjutnya dilakukan homogenisasi hingga larutan sampel menjadi homogen.

Sampel yang telah dibuat dimasukkan sebanyak 200 mL dalam gelas kimia 250 mL, kemudian ditambahkan dengan 20 mL larutan NaCl 1 % sebagai larutan elektrolitnya dan diaduk secara merata.

Selanjutnya, pasangan elektroda Al-Al dibuat dengan jarak 3 cm dan dicelupkan. Kuat arus diatur menjadi 1 A. Proses elektrokoagulasi dilakukan selama 10 menit. Selanjutnya dilakukan pula dengan cara yang sama namun dengan pengambilan sampel ulang. Masing-masing dilakukan pada variasi waktu 20, 30, dan 40 menit. Hal ini merupakan 1 tahap proses elektrokoagulasi dengan menggunakan 1 pasangan elektroda.

Selanjutnya proses elektrokoagulasi dilakukan dengan cara yang sama pula namun dengan menggunakan pasangan elektroda yang berbeda yaitu elektroda C-C, Fe-Fe, dan Zn-Zn. Proses elektrokoagulasi akan menghasilkan endapan. Endapan dalam larutan sampel difiltrasi. Filtrat yang dihasilkan akan dianalisis dengan instrument SSA pada panjang gelombang 283,3 nm untuk mengetahui konsentrasi Pb.

## **DISKUSI**

Pada penelitian ini elektrokoagulasi dilakukan dengan variasi elektroda yaitu Al, Zn, Fe, dan C sebagai pembanding serta pada variasi waktu kontak yang berbeda 10, 20, 30, dan 40 menit dengan luas permukaan elektroda  $10 \times 5 \text{ cm}^2$ , jarak elektroda 3 cm, dan kuat arus sebesar 1 A. Elektrokoagulasi dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya jenis elektroda, jarak, waktu, luas permukaan elektroda, serta kuat arus. Semakin besar kuat arus maka semakin besar pula arus listrik yang dihasilkan sehingga semakin banyak koagulan dihasilkan dan semakin besar efisiensi dalam menurunkan kadar logam dalam limbah. Sedangkan pada jarak elektroda, semakin besar jarak elektroda maka semakin kecil efisiensi penyisihan logam dalam limbah begitupun sebaliknya semakin kecil jarak antar elektroda maka semakin besar efisiensi untuk menurunkan kadar logam dalam limbah. Hal ini karena hambatan yang dihasilkan juga semakin kecil dengan adanya jarak yang semakin kecil atau semakin dekat. Selain itu, untuk mengetahui pengaruh jenis elektroda dan waktu elektrokoagulasi maka, pada bab ini akan menjelaskan pengaruh dari jenis elektroda serta elektroda mana yang paling efektif dalam menurunkan limbah logam Pb.

### **1. Elektrokoagulasi Menggunakan Elektroda Karbon**

Pada penelitian yang pertama yaitu elektrokoagulasi dengan menggunakan elektroda karbon. Karbon merupakan logam inert. Karbon merupakan salah satu logam yang murah dan mudah didapat.

Elektrokoagulasi dengan menggunakan elektroda karbon, terdapat beberapa kemungkinan reaksi yang terjadi seperti pada reaksi di bawah. Karbon merupakan elektroda inert atau elektroda yang tidak bereaksi sedangkan elektrokoagulasi merupakan proses yang bekerja dengan prinsip elektrolisis.

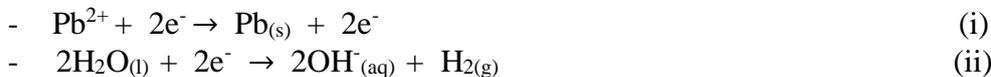
Sehingga pada penggunaan elektroda karbon ini pada katoda maupun anoda tidak ikut bereaksi, namun reaksi redoks terjadi pada larutan elektrolit dan pada air sebagai pelarutnya.

Pada larutan elektrolit NaCl maka Na akan bereaksi membentuk reaksi (i) dimana ion  $\text{Na}^+$  yang merupakan golongan IA tidak akan mengalami reduksi namun yang mengalami reduksi adalah air menjadi gas hidrogen dan ion hidroksida. Hal ini disebabkan karena potensial reduksi air lebih besar daripada potensial reduksi ion Na. Sedangkan pada reaksi anion  $\text{Cl}^-$  reaksi yang terjadi seperti pada reaksi (iv) dimana terjadi reaksi oksidasi dari -2 menjadi 0.

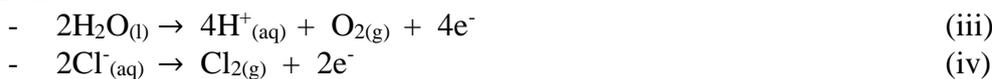
Jika kita lihat dari persamaan reaksi di atas adanya hidroksida pada persamaan reaksi (ii) yang dihasilkan dari penguraian air akan berikatan dengan logam Pb membentuk suatu flok logam hidroksidanya seperti pada persamaan (v) serta adanya gas  $\text{O}_2$  dan gas  $\text{H}_2$  yang terbentuk membuat flok menjadi mengapung dan semakin lama waktu flok akan terendapkan. Berikut reaksi-reaksi yang mungkin terjadi selama proses elektrokoagulasi.

Reaksi-reaksi yang terjadi pada anoda dan katoda sebagai berikut:

Katoda:



Anoda:



reaksi yang terjadi pada ion logam Pb



Pada penelitian ini didapatkan hasil penurunan logam Pb sesuai dengan hasil analisis SSA seperti pada **Tabel 1**.

**Tabel 1.** Konsentrasi Logam Pb dan Penurunannya pada Elektroda Karbon

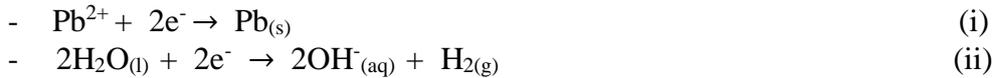
Waktu (menit)	Konsentrasi Pb (ppm)	
	Setelah Elektrokoagulasi	Jumlah Penurunan
0	1.425,3	0
10	1.034	391,3
20	865	560,3
30	520,2	905,1
40	296,6	1.128,7

Pada **Tabel 1**, menunjukkan bahwa semakin lama waktu elektrokoagulasi maka semakin banyak penurunan logam Pb pada sampel. Hal ini menunjukkan bahwa waktu merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi proses elektrokoagulasi [12].

## 2. Elektrokoagulasi Menggunakan Elektroda Aluminium

Penelitian yang kedua menggunakan elektroda aluminium. Pada proses elektrokoagulasi dengan menggunakan elektroda aluminium terdapat beberapa reaksi yang terjadi. Aluminium merupakan elektroda non inert sehingga reaksi yang terjadi pada anoda dan katoda sebagai berikut:

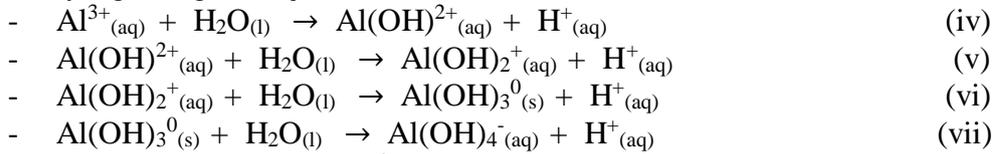
Katoda:



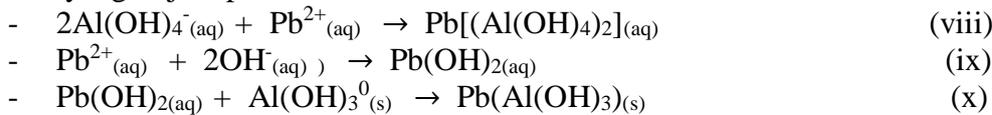
Anoda:



Reaksi yang mungkin terjadi ketika aluminium bereaksi di dalam larutan:



Reaksi yang terjadi pada ion  $\text{Pb}^{2+}$ :



Reaksi-reaksi di atas merupakan beberapa kemungkinan reaksi yang terjadi saat proses elektrokoagulasi berlangsung. Pada elektroda positif (anoda) terjadi reaksi oksidasi dimana Al dalam bentuk padatan akan teroksidasi membentuk  $\text{Al}^{3+}$  seperti pada persamaan reaksi (iii). Selanjutnya ion  $\text{Al}^{3+}$  tersebut akan berikatan dengan ion hidroksida membentuk  $\text{Al}(\text{OH})^{2+}$  seperti pada persamaan reaksi (iv). Kemudian  $\text{Al}(\text{OH})^{2+}$  akan bereaksi lebih lanjut membentuk  $\text{Al}(\text{OH})^+_{2(aq)}$  seperti pada persamaan (v). Reaksi pada tahap selanjutnya yaitu  $\text{Al}(\text{OH})^+_{2(aq)}$  bereaksi membentuk suatu koloidal  $\text{Al}(\text{OH})_3$ . Koagulan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  akan bereaksi lebih lanjut dengan hidroksida dan membentuk ion kompleks Tetrahidroksi Aluminat seperti pada persamaan (vii). Proses pembentukan koagulan dipengaruhi oleh kondisi pH larutan. Bertambahnya pH larutan selama proses elektrokoagulasi merupakan peristiwa yang umum terjadi. Dalam hal ini bertambahnya pH akan mengurangi konsentrasi aluminium hidroksida  $\text{Al}(\text{OH})_3$  namun akan menambah konsentrasi dari senyawa ion kompleks  $\text{Al}(\text{OH})^-_{4(aq)}$  yang mana nantinya akan mengurangi tingkat penyisihan pada polutan logam Pb [10].  $\text{Al}(\text{OH})_3$  merupakan koagulan yang akan mengadsorpsi Pb dengan gaya antarmolekul vander waals. Koagulan ini berwarna abu-abu keputihan. Sedangkan pada elektroda negatif (katoda) terjadi suatu reaksi katodik yaitu terbentuknya gelembung-gelembung gas dari gas hidrogen yang akan berfungsi untuk menaikkan flok-flok tersuspensi yang tidak dapat mengendap di dalam sel sehingga koagulan limbah Pb menjadi terangkat kepermukaan membentuk flok tersuspensi dan semakin lamanya waktu koagulan semakin membesar dan terjadi proses kopresipitasi sehingga pada akhirnya mengendap.

Pada elektrokoagulasi menggunakan elektroda aluminium diperoleh data hasil analisis SSA seperti ditunjukkan pada **Tabel 2**.

Data hasil dari proses elektrokoagulasi yang terdapat pada **Tabel 2** menunjukkan bahwa logam Pb mengalami penurunan seiring bertambah lamanya waktu elektrokoagulasi. Hal ini menunjukkan bahwa waktu memiliki pengaruh terhadap menurunnya konsentrasi logam Pb dan menjadi salah satu faktor yang mempengaruhi hasil elektrokoagulasi [12].

**Tabel 2.** Konsentrasi Logam Pb dan Penurunannya pada Elektroda Aluminium

Waktu (menit)	Konsentrasi Pb (ppm)	
	Setelah Elektrokoagulasi	Jumlah Penurunan
0	1.425	0
10	1.038	387
20	724	701
30	326,4	1.098,6
40	222,2	1.202,8

### 3. Elektrokoagulasi Menggunakan Elektroda Besi

Pada penelitian ketiga menggunakan elektroda besi, besi merupakan elektroda non inert yang artinya elektroda yang akan ikut bereaksi. Ada beberapa reaksi yang terjadi pada elektrokoagulasi menggunakan elektroda besi. Reaksi-reaksi yang terjadi pada anoda dan katoda sebagai berikut:

Katoda:

- $\text{Pb}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{Pb}_{(s)}$  (i)
- $2\text{H}_2\text{O}_{(l)} + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{OH}^-_{(aq)} + \text{H}_{2(g)}$  (ii)

Anoda:

- $\text{Fe}_{(s)} \rightarrow \text{Fe}^{2+}_{(aq)} + 2\text{e}^-$  (iii)

Keseluruhan reaksi yang mungkin terjadi:

- $\text{Fe}^{3+} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})^{2+}_{(aq)} + \text{H}^+_{(aq)}$  (iv)
- $\text{Fe}^{3+} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_2^+_{(aq)} + 2\text{H}^+_{(aq)}$  (v)
- $2\text{Fe}^{3+} \rightleftharpoons \text{Fe}_2(\text{OH})_2^{4+}_{(aq)} + 2\text{H}^+_{(aq)}$  (vi)
- $\text{Fe}^{3+} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_3^0_{(s)} + 3\text{H}^+_{(aq)}$  (vi)
- $\text{Fe}^{3+} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_4^-_{(aq)} + 4\text{H}^+_{(aq)}$  (vii)
- $\text{Fe}^{2+} \rightleftharpoons \text{FeOH}^+_{(aq)} + \text{H}^+_{(aq)}$  (viii)
- $\text{Fe}^{2+} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_2^0_{(aq)} + 2\text{H}^+_{(aq)}$  (ix)
- $\text{Fe}^{2+} \rightleftharpoons \text{Fe}(\text{OH})_3^-_{(aq)} + 2\text{H}^+_{(aq)}$  (x) [10].

Reaksi dengan logam Pb

- $\text{Fe}(\text{OH})_{2(s)} + \text{Pb}(\text{OH})_{2(aq)} \rightarrow \text{Pb}(\text{Fe}(\text{OH})_2)_{(s)} + \text{H}_{2(g)}$  (xi)
- $\text{Pb}[\text{Fe}(\text{OH})_2]_{(s)} \rightarrow \text{Pb}(\text{Fe}(\text{OH})_3)_{(s)}$  (xii)

Pada proses elektrokoagulasi dengan menggunakan elektroda besi ini menghasilkan reaksi-reaksi seperti di atas, reaksi di atas terbentuk sesuai dengan pH pembentukannya masing-masing. Ferro hidroksida mulai mengendap pada pH 5. meningkatnya pH juga akan meningkatkan konsentrasi hidroksida besi. Konsentrasi hidroksida besi yang tidak larut maksimum pada pH 12 dan menurun dengan peningkatan pH larutan.

Elektrokoagulasi merupakan reaksi elektrokimia dengan bantuan arus listrik searah sehingga elektron akan bergerak dari anoda ke katoda. Pada katoda terjadi reaksi tereduksinya ion logam  $\text{Pb}^{2+}$  dalam limbah membentuk logam Pb. serta dengan beberapa kemungkinan reaksi diatas maka akan terbentuk koagulan atau suatu senyawa koloidal  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ . Koagulan ini akan mengadsorpsi partikel-partikel polutan tersuspensi serta logam Pb. Dengan adanya reaksi katodik membentuk gelembung gas hidrogen akan membawa flok kepermukaan. Semakin lama waktu elektrokoagulasi maka flok akan bertambah massanya dan mengendap. Pada proses elektrokoagulasi, warna air limbah setelah dielektrokoagulasi sebelum difiltrasi berwarna biru kehijauan namun lama kelamaan flok terlihat berwarna jingga kecokelatan hal ini terjadi karena terjadi proses oksidasi  $\text{Fe}^{2+}$  menjadi  $\text{Fe}^{3+}$ . Secara

deret volta Fe merupakan logam yang mudah mengalami reduksi. Hasil data dari proses elektrokoagulasi yang dilakukan menggunakan elektroda besi hasil analisis dengan instrument SSA ditunjukkan pada **Tabel 3**.

**Tabel 3.** Konsentrasi Logam Pb dan Penurunannya pada Elektroda Besi.

Waktu (menit)	Konsentrasi Pb (ppm)	
	Setelah Elektrokoagulasi	Jumlah Penurunan
0	1.433,51	0
10	52,49	1.381,02
20	32,47	1.401,04
30	3,94	1.429,57
40	1,36	1.432,15

Dari hasil data pada **Tabel 3** di atas, kita bisa mengetahui bahwa penurunan Pb terus meningkat sejalan dengan meningkatnya pertambahan waktu atau semakin lama waktu elektrokoagulasi maka semakin besar ion logam Pb yang hilang. Hal ini menunjukkan bahwa waktu merupakan salah satu faktor yang mempengaruhi proses elektrokoagulasi [12].

Dari data di atas dapat dilihat bahwa peningkatan jumlah penurunan logam Pb memiliki selisih konsentrasi yang hampir tidak signifikan atau konsentrasi Pb pada elektrode Fe hampir berdekatan. Hal ini merupakan hasil yang jauh dari perkiraan secara literatur karena Fe merupakan logam yang mudah teroksidasi dan memiliki kemampuan membentuk koagulan yang buruk serta logam Fe mudah mengalami korosi.

#### 4. Elektrokoagulasi Menggunakan Elektroda Seng

Pada penelitian keempat menggunakan elektroda seng. Pada proses elektrokoagulasi dengan menggunakan elektroda seng terdapat beberapa reaksi yang terjadi. Reaksi-reaksi yang terjadi pada proses elektrokoagulasi dengan elektroda Zn sebagai berikut:

Anoda:



Katoda:



Keseluruhan Reaksi:



Pada reaksi di atas, terlihat bahwa terjadi reaksi pada anoda dan katoda. Elektrokoagulasi merupakan salah satu cara yang efisien untuk menurunkan logam berat. Pada anoda terjadi proses oksidasi logam Zn pada elektroda membentuk ion  $\text{Zn}^{2+}$  sedangkan pada katoda (elektroda bermuatan negatif) terjadi ionisasi air menjadi ion hidroksida dan membentuk gas hidrogen pada persamaan (ii). Adanya ion Zn yang dihasilkan dari anoda akan bergerak berikatan dengan ion hidroksida pada katoda dan membentuk koagulan seng(II) hidroksida seperti pada persamaan (iii). Koagulan ini akan menyerap atau mengadsorpsi partikel-partikel suspensi atau logam. Proses adsorpsi ini terjadi karena adanya proses kopresipitasi logam Pb dengan endapan gel seng hidroksida. Dengan bantuan gas hidrogen yang dihasilkan dari reaksi pada katoda sehingga koagulan terflotasi ke permukaan dan membentuk flok yang semakin lama waktu flok akan bergabung dan membentuk molekul yang lebih besar dan mengendap. Seng merupakan logam yang menarik untuk dijadikan elektroda pada elektrokoagulasi

dan memiliki reaktivitas yang spontan serta memiliki kemampuan yang cepat dalam menurunkan limbah logam [1].

Hasil data dari proses elektrokoagulasi yang dilakukan menggunakan elektroda seng yang diuji dengan instrument SSA ditunjukkan pada **Tabel 4**.

**Tabel 4.** Konsentrasi Logam Pb dan Penurunannya pada Elektroda Seng.

Waktu (menit)	Konsentrasi (ppm)	
	Pb	Penurunan
0	1.461,69	0
10	102,44	1.359,25
20	33,82	1.427,87
30	20,02	1.441,67
40	10,54	1.451,15

Data hasil dari proses elektrokoagulasi yang terdapat pada **Tabel 4** menunjukkan bahwa logam Pb mengalami penurunan seiring bertambah lamanya waktu elektrokoagulasi. Hal ini menunjukkan bahwa waktu memiliki pengaruh terhadap menurunnya konsentrasi logam Pb dan menjadi salah satu faktor yang mempengaruhi hasil elektrokoagulasi [12].

### 5. Perbandingan Hasil Elektrokoagulasi Menggunakan Elektroda Al, Zn, dan Fe

Dalam elektrokoagulasi, salah satu faktor yang dapat mempengaruhi hasil elektrokoagulasi adalah jenis elektroda. Suatu elektroda masing-masing memiliki kemampuan untuk membentuk koagulan. Salah satu faktor elektroda bisa dikatakan memiliki kemampuan untuk membentuk koagulan yaitu dari berat ekuivalen logam elektroda. Semakin besar berat ekuivalen dari suatu elektroda maka semakin besar pula kemampuan elektroda untuk membentuk koagulan [13]. Selain itu, tingkat kelarutan suatu koagulan juga mempengaruhi kemampuan suatu elektroda untuk mengadsorpsi suatu polutan atau logam Pb. Dari ketiga koagulan ini  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ,  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , dan  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  Memiliki nilai kelarutan masing-masing  $1,3 \times 10^{-33}$ ;  $4 \times 10^{-38}$ ; dan  $1 \times 10^{-17}$ .

Dari data  $K_{sp}$  ini bisa disimpulkan bahwa semakin kecil  $K_{sp}$  maka semakin besar kemungkinan kemampuan logam untuk membentuk koagulan. Efisiensi terbesar dalam menurunkan logam Pb diperoleh saat elektrokoagulasi dengan elektroda Fe yang memiliki efisiensi 99,90 % serta Zn sebesar 99,27 % dan aluminium 84,40 %. Aluminium merupakan elektroda yang memiliki efisiensi terkecil dari ketiga elektroda ini.

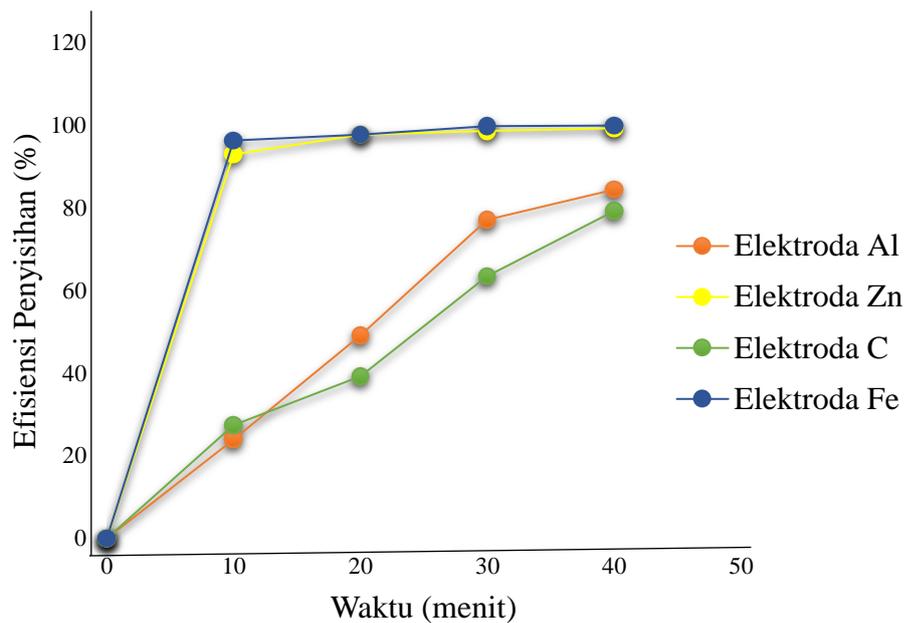
Dari ketiga elektroda, jika dibandingkan dari nilai kelarutan atau  $K_{sp}$  maka, Fe merupakan elektroda yang paling efektif karena koagulan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  memiliki kemampuan melarutnya lebih kecil daripada koagulan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  dan  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  yang artinya koagulan besi(III) hidroksida lebih banyak terbentuk daripada koagulan seng(II) hidroksida, sehingga logam Pb yang teradsorpsi lebih banyak.

Dari **Gambar 1** di bawah ini terlihat bahwa elektroda Zn dan Fe memiliki hasil persentase efisiensi yang kurang signifikan. Hal ini disebabkan meskipun koagulan  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  memiliki  $K_{sp}$  yang rendah daripada  $\text{Zn}(\text{OH})_2$ , namun berat ekuivalen Zn lebih besar daripada berat ekuivalen Fe. Elektroda Fe memiliki berat ekuivalen 56/3 sedangkan elektroda Zn memiliki berat ekuivalen 65/2.

Pada elektroda Al, koagulan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  memiliki nilai  $K_{sp}$  yang lebih besar dari  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  namun pada kenyataannya Zn merupakan elektroda terefektif setelah elektroda Fe. Hal ini karena koagulan yang

dihasilkan aluminium mampu bekerja optimal saat pH larutan asam. Semakin bertambahnya pH atau semakin basa pH larutan limbah maka koagulan  $\text{Al}(\text{OH})_3$  akan bertransformasi membentuk ion kompleks  $\text{Al}(\text{OH})_4^-$  yang memiliki efisiensi untuk mengadsorpsi logam Pb semakin rendah [10]. Sedangkan pada elektroda Fe dan Zn, koagulan yang terbentuk semakin bertambah saat kondisi pH lebih dari tujuh atau semakin besar pH (kondisi basa) [14] Sehingga semakin banyaknya koagulan dapat mengadsorpsi logam Pb. Reaksi yang terjadi antara koagulan dan Pb yaitu dengan ikatan Van Der Waals. Koagulan yang semakin banyak membentuk flok dan terjadi kopresipitasi sehingga pada akhirnya akan mengendap.

Berikut hasil elektrokoagulasi dengan berbagai macam jenis elektroda maka diperoleh perbandingan hasil seperti pada **Gambar 1** di bawah ini.



**Gambar 1** Grafik perbandingan hasil elektrokoagulasi dengan elektroda Fe, Zn, Al, dan C pada pengaruh variasi waktu terhadap efisiensi penyisihan ion logam Pb.

Dari **Gambar 1** di atas, bisa kita lihat bahwa pada keempat elektroda memiliki efisiensi penurunan logam Pb semakin meningkat dengan bertambah lamanya waktu elektrokoagulasi. Pada proses elektrokoagulasi menit ke-10, elektroda seng dan besi memiliki nilai persentase efisiensi dua kali lipat lebih besar daripada persentase efisiensi elektroda karbon dan aluminium. Hal ini terjadi karena pada elektroda seng, terbentuknya koagulan  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  yang memiliki pori-pori yang mampu mengadsorpsi polutan [14]. Pada elektroda besi, besi memiliki lapisan  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dipermukaan elektrodanya yang memiliki potensi daya adsorpsi polutan sedangkan tidak demikian pada elektroda aluminium dan karbon. Selain itu karbon merupakan elektroda inert yang tidak dapat bereaksi sehingga kemampuannya untuk membuat koagulan sedikit. Namun jika dibandingkan dengan elektroda Al, pada menit ke-10, karbon memiliki efektivitas yang lebih besar dari pada elektroda aluminium. Pada menit ke-20, 30, dan 40 Fe dan Zn memiliki nilai efisiensi yang hampir sama namun masih lebih besar pada elektroda Fe hal yang demikian juga terjadi seperti yang telah dijelaskan diatas, pada menit ke 20, 30 dan 40 perubahan yang terjadi kurang signifikan hal ini memiliki kemiripan dari penelitian sebelumnya [14].

Dari data di atas, ditunjukkan bahwa semakin lama waktu elektrokoagulasi maka semakin banyak logam Pb yang tersisihkan sehingga efisiensi penyisihan semakin meningkat.

### KESIMPULAN

1. Dari keempat pasangan elektroda yang digunakan dalam proses elektrokoagulasi, elektroda Fe memiliki efektivitas tertinggi dalam mengurangi konsentrasi Pb dengan nilai efektivitas sebesar 99,8 %. Adapun elektroda Zn memiliki efektivitas sebesar 99,27 %, elektroda Al sebesar 84,40 %, dan elektroda C sebesar 79,19%
2. Dari keempat macam elektroda yang telah digunakan, maka elektroda besi merupakan elektroda yang paling efektif dalam menurunkan kadar logam Pb pada metode elektrokoagulasi hal ini karena elektroda Fe memiliki bilangan ekuivalen yang tinggi dan mampu bekerja dengan optimal dalam kondisi basa serta koagulan besi(III) hidroksida yang dihasilkan memiliki Ksp yang rendah serta elektroda memiliki pori-pori sehingga mampu mengadsorpsi polutan dengan baik.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] F. Hussin , F. Abnisa, G. Issa dan M. Kheireddine, "Removal of Lead by Solar-photovoltaic Electrocoagulation Using Novel Perforated Zinc Electrode," *Journal of Cleaner Production*, vol. 147, p. 209, 2017.
- [2] R. Kamaraj, P. Ganesan dan . S. Vasudevan , "Removal of Lead from Aqueous Solutions by Electrocoagulation: Isotherm, Kinetics and Thermodynamic Studies.," *Int. J. Environ. Sci.*, vol. 12, pp. 683-692, 2015.
- [3] S. Vasudevan dan J. Lakshmi, "Effect of Alternating and Direct Current in An Electrocoagulation Process on The Removal of Cadmium from Water," *Separation and Purification Technology*, vol. 80, p. 643, 2011.
- [4] WHO, "World Health Organization," [Online]. Available: <http://www.who.int/mediacentre/factsheets/fs379/en/>. [Diakses 2 October 2017].
- [5] P. A. Auliani, "National Geographic Indonesia," Nationalgeographic.Grid.ID, 4 Juni 2012. [Online]. Available: <http://nationalgeographic.co.id/berita/2012/06/pencemaran-timbal-di-bogor-ditangani-klh>. [Diakses 2 Oktober 2017].
- [6] R. T. Bempah, "Kompas.com," Kompas, 28 Mei 2015. [Online]. Available: <https://regional.kompas.com/read/2015/05/28/19450091/Tim.Peneliti.IPB.Danau.Lido.Terce.mar.Logam.Timbal>. [Diakses 2 Oktober 2017].
- [7] C. Escobar, C. Soto-Salazar dan M. Inés Toral, "Optimization of The Electrocoagulation Process for The Removal of Copper, Lead and Cadmium in Natural Waters and Simulated Wastewater," *Journal of Enviromental Management*, vol. 81, pp. 384-391, 2006.
- [8] T. Kurniawan, G. Chan, Lo, W-H dan S. Babel, "Physico-chemical Treatment Techniques for Wastewater Laden with Heavy Metals," *Chemical Engineerings*, vol. 118, pp. 83-98, 2006.
- [9] L. Wang, . J. Chen, Y. Hung dan N. Shammass, *Heavy Metals in The Environment.*, London New York: CRC Press, 2009.
- [10] P. V. Nidheesh dan T. A. Singh, "Arsenic Removal by Electrocoagulation Process: Recent Trends and Removal," *Chemosphere*, vol. 62, p. 10, 2017.

- [11] R. Susetyaningsih, E. Kismolo dan P. , “Kajian Proses Elektrokoagulasi untuk Pengolahan Limbah Cair,” dalam *Seminar Nasional IV SDM Teknologi Nuklir*, Yogyakarta, 2008.
- [12] E. Hendriarianti dan A. P. Sandy, “Pengaruh jenis Elektroda dan Jarak Antar Elektroda dalam Penurunan COD dan TSS Limbah Cair Laundry Menggunakan Elektrokoagulasi Monopolar Aliran Kontinyu,” *Lingkungan Tropis*, vol. 4, no. 2, p. 77, 2010.
- [13] R. Chang, *Kimia Dasar Edisi Ketiga*, Jakarta: Erlangga, 2004.
- [14] I. N. Rahmawati, Suhartana dan Gunawan, “Pengolahan Limbah Cair Industri Batik dengan Metode Elektrokoagulasi Menggunakan Seng Bekas sebagai Elektroda,” *Jurnal Kimia Sains dan Aplikasi*, vol. 12, no. 2, p. 41, 2009.

## ADSORPSI ION SULFAT OLEH HIDROKSIAPATIT

**Nurul Khotimah<sup>a</sup>, Vina Amalia<sup>a</sup>, Eko Prabowo Hadisantoso<sup>a</sup>**

*a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia  
e-mail: nurulkht26@gmail.com*

### ABSTRAK

Ion sulfat merupakan salah satu anion yang dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Salah satu metode penanganan yang dapat dilakukan untuk mengurangi pencemaran dari ion sulfat adalah metode adsorpsi. Hidroksiapatit merupakan salah satu bahan yang dapat digunakan sebagai adsorben karena mempunyai kemampuan yang tinggi sebagai penukar ion atau penyerap ion sulfat. Adsorben hidroksiapatit dikarakterisasi menggunakan FTIR sehingga dapat diketahui gugus fungsi di dalamnya dan pergeseran panjang gelombangnya. Penentuan kondisi optimum adsorpsi yang dilakukan dengan melakukan variasi konsentrasi larutan sulfat, pH, waktu kontak dan massa adsorben. Hasil analisis menggunakan spektrofotometer UV-Vis didapatkan konsentrasi larutan sulfat optimum 40 ppm dengan pH 4, waktu kontak 60 menit dan massa adsorben 0,5 gram. Dari hasil penelitian disimpulkan hidroksiapatit dapat dimanfaatkan sebagai adsorben ion sulfat karena memiliki efisiensi sebesar 49,23% dan kapasitas adsorpsi maksimal sebesar 2,75 mg/g.

**Kata kunci:** adsorpsi; hidroksiapatit; sulfat; efisiensi; kapasitas

### PENDAHULUAN

Air merupakan kebutuhan utama bagi proses kehidupan baik bagi manusia, hewan dan tumbuhan di bumi. Air dibutuhkan untuk berbagai kegiatan manusia seperti untuk keperluan rumah tangga, keperluan irigasi, sumber daya alam berupa PLTA, sebagai sarana transportasi dan lain-lain.

Pada zaman era globalisasi ini, terjadi perkembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi diberbagai bidang. Sejalan dengan perkembangan Ilmu Pengetahuan dan Teknologi, kebutuhan sumber daya alam untuk perkembangan selalu disertai dengan terjadinya pencemaran. Pencemaran yang sering terjadi adalah pencemaran perairan. Pencemaran air terjadi pada sumber-sumber air seperti sungai, danau, laut, dan air tanah. Pencemaran perairan ini terdapat ion-ion berbahaya sulfat. Sumber kontaminan sulfat adalah limbah industri seperti industri kertas, industri detergent, industri makanan serta pertambangan. Namun, yang paling banyak menyumbang sulfat adalah industri detergent. Sulfat dapat menyebabkan kematian flora dan fauna, dapat memacu pertumbuhan eceng gondok dan gulma air karena dengan bertambahnya jumlah tanaman ini dapat menutupi permukaan air sehingga akan menghambat masuknya sinar matahari dan oksigen ke dalam air. Selain berbahaya di perairan, apabila konsentrasi sulfat dalam tubuh tinggi maka akan menimbulkan efek laksatif dan dehidrasi pada mahluk hidup.

Telah banyak metode yang digunakan untuk mengurangi kandungan ion berbahaya seperti sulfat antara lain koagulasi [1], adsorpsi [2], dan nanofiltrasi [3]. Namun, metode seperti koagulasi masih mengeluarkan biaya yang relatif mahal dan metode nanofiltrasi biayanya juga relatif mahal untuk membran yang digunakan. Adsorpsi merupakan metode yang direkomendasikan untuk mengurangi ion berbahaya tersebut. Proses adsorpsi melibatkan gaya tarik-menarik antarmolekul, pertukaran ion,

dan ikatan kimia. Kelebihan dari metode adsorpsi ini adalah karena prosesnya lebih sederhana, biayanya relatif murah dan ramah lingkungan.

Beberapa penelitian tentang metode adsorpsi telah dilakukan menggunakan material dasar diantaranya adalah biopolimer [4] dan selulosa [5]. Namun, adsorben-adsorben ini memiliki kekurangan seperti pembuatannya yang sulit dan mahal sehingga diperlukan adsorben dengan pembuatannya yang mudah dan murah seperti hidroksiapatit.

Pada penelitian ini adsorben yang digunakan untuk adsorpsinya adalah hidroksiapatit yang merupakan komponen anorganik utama penyusun tulang vertebrata. Salah satu contoh sumber hidroksiapatit adalah pada tulang kambing yang memiliki kandungan utama yang berupa  $\text{Ca}_3\text{PO}_4$  dengan sebagian kecil  $\text{CO}_3^{2-}$ , yang berpotensi sebagai adsorben. Secara fisik tulang memiliki pori-pori yang memungkinkan kemampuan dalam mengadsorpsi zat-zat lain ke dalam pori-pori permukaannya, sehingga tulang kambing dapat digunakan sebagai adsorben aktif. Sebelumnya telah ada penelitian tentang hidroksiapatit sebagai adsorben untuk penyerapan anion fluorida pada konsentrasi 20 ppm dan waktu kontak 24 jam dengan daya serap 86,34% [6] dan penentuan kapasitas adsorpsi dari hidroksiapatit untuk penghilangan fluorida dalam air [7].

Pada penelitian ini dilakukan analisis kemampuan hidroksiapatit untuk mengadsorpsi ion sulfat dalam limbah dengan metode batch. Analisis optimasi yang dilakukan diantaranya optimasi variasi massa adsorben, optimasi pH, optimasi waktu kontak, dan optimasi konsentrasi larutan sulfat. Untuk mengetahui kadar ion sulfat pada larutan maka dilakukan analisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

## BAHAN DAN METODA

### *Alat*

Alat-alat yang akan digunakan meliputi gelas kimia 100 mL, labu ukur 25 mL, 50 mL, 250 mL, 1000 mL, pipet ukur 1 mL, 5 mL, 10 mL, dan 25 mL, filler, batang pengaduk, corong kaca, pipet tetes, spatula, neraca analitik, kaca arloji, magnetik *stirrer*, dan hotplate.

### *Bahan*

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  p.a,  $\text{BaCl}_2$  p.a,  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ,  $\text{NaOH}$ ,  $\text{HCl}$ , dan aqua DM.

### *Prosedur Penelitian*

#### **Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi Ion Sulfat**

##### **1. Variasi Konsentrasi**

Masing-masing adsorben dengan massa 0,2 gram dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, akan ditambahkan 25 mL larutan sulfat dengan berbagai konsentrasi, yaitu 10, 20, 30, 40, dan 50 ppm. Selanjutnya masing-masing campuran diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* pada waktu 60 menit. Kemudian campuran didekantasi dan filtratnya dianalisis dengan UV-Vis untuk mengetahui banyaknya sulfat yang diserap oleh adsorben. Filtratnya dianalisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan turbidimetri.

##### **2. Variasi pH**

Masing-masing 0,2 gram adsorben dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, ditambahkan 25 mL larutan sulfat dengan konsentrasi optimum. Masing-masing campuran akan dikondisikan pada pH 4, 5, 6, 7 dan 8. Selanjutnya masing-masing campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* pada waktu kontak 60 menit. Kemudian campuran didekantasi dan filtratnya dianalisis dengan UV-Vis

untuk mengetahui banyaknya sulfat yang diserap oleh adsorben. Filtratnya dianalisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan turbidimetri.

### 3. Variasi Waktu Kontak

Masing-masing 0,2 gram adsorben dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, ditambahkan 25 mL larutan sulfat dengan konsentrasi optimum dan dikondisikan dengan pH optimum. Selanjutnya masing-masing campuran akan diaduk dengan menggunakan *magnetic stirrer* selama 30, 45, 60, 75, dan 90 menit. Kemudian campuran didekantasi dan filtratnya dianalisis dengan UV-Vis untuk mengetahui banyaknya sulfat yang diserap oleh adsorben. Filtratnya dianalisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan turbidimetri.

### 4. Variasi Massa Adsorben

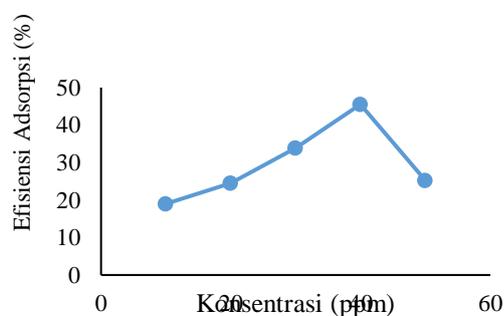
Masing-masing adsorben akan ditimbang 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5 gram kemudian dimasukkan ke dalam gelas kimia 100 mL, ditambahkan 25 mL larutan sulfat dengan konsentrasi optimum. Selanjutnya masing-masing campuran diaduk dengan *magnetic stirrer* pada waktu kontak 60 menit. Kemudian campuran didekantasi dan filtratnya dianalisis dengan UV-Vis untuk mengetahui banyaknya sulfat yang diserap oleh adsorben. Filtratnya dianalisis menggunakan Spektrofotometer UV-Vis dengan turbidimetri.

## DISKUSI

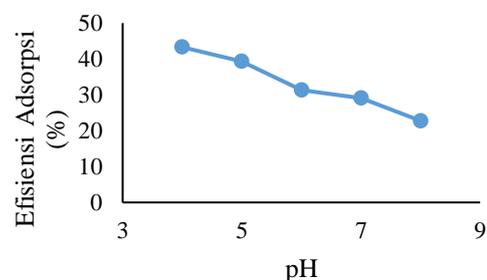
### Penentuan Kondisi Optimum

#### 1. Variasi Konsentrasi

Kemampuan penyerapan adsorben dipengaruhi oleh konsentrasi dari ion sulfat tersebut. Dengan meningkatnya konsentrasi ion sulfat, maka efisiensi adsorpsi penyerapan semakin meningkat. Pada **Gambar 1** menunjukkan efisiensi semakin meningkat dari konsentrasi 10 – 40 ppm yaitu 19,0 % – 45,52 % karena hidroksiapatit pada adsorben masih dan terus menyerap ion sulfat pada larutan sampel. Kondisi optimum penyerapan dicapai pada konsentrasi 40 ppm, hal ini ditandai dengan terjadinya penurunan pada konsentrasi 50 ppm menjadi 25,15%. Penurunan ini terjadi karena pada konsentrasi tersebut jumlah ion sulfat dalam larutan sudah tidak sebanding dengan jumlah partikel adsorben yang tersedia. Konsentrasi ion sulfat yang terserap berhubungan dengan sisi aktif yang terdapat pada permukaan adsorben, jika jumlah sisi aktif lebih besar dari jumlah ion sulfat maka efisiensi penyerapan akan semakin tinggi. Namun, pada saat tertentu, efisiensi akan menurun karena telah terjadi kejenuhan pada adsorben. Dalam hal ini permukaan adsorben telah mencapai titik jenuh dan kemungkinan akan terjadi proses desorpsi atau pelepasan kembali antara adsorben dengan adsorbat.



**Gambar 1** Kurva variasi konsentrasi terhadap efisiensi adsorpsi



**Gambar 2** Kurva variasi pH terhadap efisiensi adsorpsi

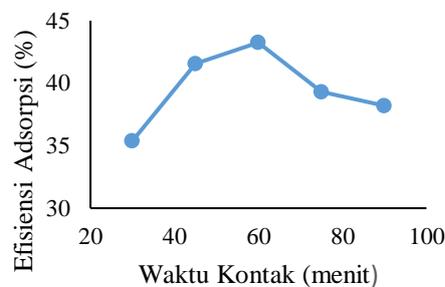
## 2. Variasi pH

Dari **Gambar 2** dapat dilihat efisiensi optimum yang dihasilkan yaitu pada pH 4 sebesar 43,28%. Hal ini dikarenakan pada pH rendah permukaan adsorben dikelilingi oleh ion  $H^+$ . Dalam kondisi asam permukaan adsorben bermuatan positif sehingga sulfat yang muatannya negatif akan teradsorpsi oleh adsorben tanpa gangguan sehingga mengakibatkan efisiensi adsorpsi pada pH 4 tinggi. Pada pH 8 efisiensi optimumnya rendah hanya 22,76%. Hal ini dikarenakan pada pH tinggi permukaan adsorben dikelilingi oleh ion  $OH^-$ . Dalam kondisi basa permukaan adsorben juga bermuatan negatif ( $OH^-$ ) yang akan menyebabkan tolakan antara permukaan adsorben dengan sulfat sehingga adsorpsinya menjadi rendah.

Kurva efisiensi dan kapasitas menunjukkan bahwa pH di atas 4 mengalami penurunan. Secara kimiawi molekul adsorben dianggap mempunyai sisi aktif yang mampu berinteraksi dengan ion sulfat. Jika proses adsorpsi melalui pertukaran ion, maka adsorpsi dipengaruhi oleh  $OH^-$  dalam larutan yang berkompetisi dengan ion sulfat pada permukaan adsorben sehingga pada pH tinggi (basa) yaitu pH 8 jumlah  $OH^-$  melimpah, mengakibatkan terjadinya pengikatan sulfat oleh adsorben kecil atau efisiensi penyerapan kecil.

## 3. Variasi Waktu Kontak

Pada waktu kontak 30 menit efisiensi penyerapan ion sulfat oleh adsorben sebesar 35,39 % dan terus meningkat sampai waktu kontak 60 menit dengan efisiensi adsorpsi sebesar 43,25 % (dapat dilihat pada **Gambar 3**). Hal tersebut menunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak maka waktu interaksi antara adsorben dengan ion sulfat semakin lama pula sehingga penyerapan akan semakin tinggi. Pada waktu kontak 75 menit terjadi penurunan efisiensi adsorpsi yaitu sebesar 38,20 %. Ini terjadi karena jika waktu kontak terlalu lama maka ion sulfat akan mengalami desorpsi atau pelepasan kembali ion sulfat yang telah terserap oleh adsorben.



**Gambar 3** Kurva variasi waktu kontak terhadap efisiensi adsorpsi

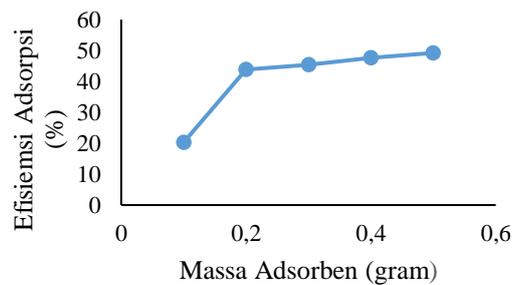
Berdasarkan **Gambar 3** terlihat bahwa kurva kapasitas adsorpsi memiliki pola yang sama dengan kurva efisiensi adsorpsi. Pada waktu kontak 30 menit kapasitas adsorpsi yang didapat sebesar 0,7875 mg/g sedangkan pada waktu kontak 60 menit kapasitas adsorpsi yang didapat sebesar 0,9625 mg/g. Selanjutnya kapasitas adsorpsi kembali turun pada waktu kontak 75 menit menjadi 0,85 mg/g. Hal ini menunjukkan bahwa semakin lama waktu kontak yang digunakan maka akan semakin banyak ion sulfat yang teradsorpsi. Dari hasil optimasi ini dapat diketahui waktu kontak optimum adalah 60 menit karena memiliki efisiensi dan kapasitas adsorpsi yang paling tinggi. Semakin lama waktu kontak antara ion sulfat dan hidroksiapatit memungkinkan terjadinya peningkatan penyerapan ion sulfat, namun jika terlalu lama dapat menurunkan tingkat penyerapan. Hal ini disebabkan semakin lama

waktu kontak dapat mengakibatkan desorpsi, yaitu lepasnya ion sulfat yang sudah terikat pada gugus aktif adsorben.

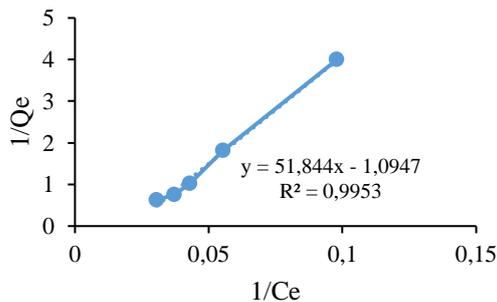
#### 4. Variasi Massa Adsorben

Hasil pengukuran pengaruh massa adsorben terhadap efisiensi adsorpsi ion sulfat dapat dilihat pada **Gambar 4** semakin banyak massa adsorben yang digunakan, maka akan semakin besar efisiensi penyerapan ion sulfat. Pada massa adsorben 0,1 gram efisiensi penyerapan sebesar 20,32 %. Ketika massa adsorben 0,2 – 0,4 gram penyerapan mengalami peningkatan yaitu dari 43,84 % menjadi 49,23 %. Bertambahnya massa adsorben sebanding dengan bertambahnya jumlah partikel dan luas permukaan adsorben sehingga menyebabkan bertambahnya sisi aktif adsorpsi. Pada proses adsorpsi tergantung pada banyaknya tumbukan yang terjadi antara partikel-partikel adsorbat dan adsorben. Tumbukan efektif antara partikel itu akan meningkat dengan meningkatnya luas permukaan. Jika permukaan gugus aktif dari adsorben menjadi lebih luas maka jumlah ion sulfat yang terserap pada adsorben semakin banyak. Hal ini akan mengakibatkan jumlah ion sulfat yang terserap akan bertambah banyak sehingga efisiensi adsorpsi meningkat dengan bertambahnya massa adsorben. Dari data hasil analisis didapatkan data efisiensi terbesar pada massa adsorben 0,5 gram.

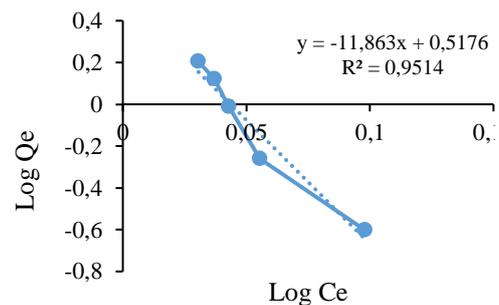
#### Isoterm Adsorpsi



**Gambar 4** Kurva variasi massa adsorben terhadap efisiensi adsorpsi



**Gambar 6** Isoterm *Langmuir*



**Gambar 5** Isoterm *Freundlich*

Penentuan model isoterm adsorpsi ion sulfat oleh hidroksiapatit dapat dilihat pada **Gambar 5** dan **Gambar 6**. Untuk isoterm Freundlich didapatkan  $R^2$  sebesar 0,9514 sedangkan isoterm *Langmuir* didapatkan  $R^2$  sebesar 0,9953. Dari nilai  $R^2$  tersebut dapat diketahui model persamaan kesetimbangan dapat yang dapat mewakili reaksi yang terjadi pada proses adsorpsi ini. Berdasarkan data tersebut dapat disimpulkan bahwa pada proses adsorpsi ion sulfat oleh hidroksiapatit mengikuti model isoterm *Langmuir*. Hal ini dikarenakan nilai  $R^2$  untuk model isoterm *Langmuir* lebih tinggi dibandingkan dengan model isoterm *Freundlich*.

Sedangkan model isoterm *Langmuir* berasumsi bahwa pada permukaan adsorben terdapat sejumlah tertentu sisi aktif yang sebanding dengan luas permukaan adsorben. Sehingga bila situs aktif pada permukaan adsorben telah jenuh, maka penambahan konsentrasi tidak akan meningkatkan daya adsorpsi. Hal ini terbukti pada optimasi konsentrasi yang optimum yaitu pada konsentrasi 40 ppm bukan 50 ppm. Selain itu, isoterm *Langmuir* ini membuktikan bahwa mekanisme yang terjadi pada proses adsorpsi ini merupakan mekanisme kimisorpsi (pertukaran ion). Pada proses adsorpsi terjadi karena adanya ikatan kimia yaitu terikatnya ion kalsium yang terdapat pada adsorben dengan ion sulfat yang terdapat pada larutan yang teradsorpsi sehingga membentuk  $\text{CaSO}_4$  [8]. Namun, dalam hal ini tidak semua kalsium dalam hidroksiapatit berikatan dengan sulfat. Hal ini mendukung dengan hasil efisiensi adsorpsi yang hanya mencapai 45,52 %

### KESIMPULAN

1. Kondisi optimum penyerapan ion sulfat oleh adsorben hidroksiapatit dari tulang kambing adalah pada konsentrasi sulfat 40 ppm pH 4, waktu kontak 60 menit dan massa 0,5 gram, dan
2. Model isoterm yang terjadi pada proses adsorpsi ion sulfat adalah isoterm Langmuir. Hal ini membuktikan bahwa mekanisme yang terjadi merupakan mekanisme kimisorpsi.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] S. S. Budi, "Penurunan Sulfat dengan Penambahan Kapur (Lime), Tawas dan Filtrasi Zeolit pada Limbah Cair," Universitas Diponegoro, Semarang, 2006.
- [2] A. Halajnia, S. Oustan, N. Najafi, A. khataee dan A. Lakzian, "Adsorption-Desorption Characteristics of Nitrate, Phosphate and Sulfate on Mg-Al Layered Double Hydroxide," *Applied Clay Science*, p. 8, 2013.
- [3] S. Ghafari, M. Hasan dan M. Aroua, "Bioresour.," *Technol*, 2007.
- [4] W. Song, B. Cao, X. Xu, F. Wang, S. Shenlei, W. Song dan R. Jia, "Adsorption of Nitrate from Aqueous Solution by Magnetic Amine-Crosslinked Biopolymer Based Corn Stalk and its Chemical Regeneration Property," *Journal of Hazardous Materials*, pp. 280-290, 2016.
- [5] H. Sehaqui, A. Mautner, U. P. D. Larraya, N. Pfenninger, P. Tingaut dan T. Zimmermann, "Cationic Cellulose Nanofibers from Waste Pulp Residues and Their Nitrate, Fluoride, Sulphate and Phosphate," *Carbohydrate Polymers*, pp. 334-340, 2016.
- [6] M. Mourabet, A. E. Rhilassi, H. E. Boujaady, M. B. Ziatni, R. E. Hamri dan A. Taitai, "Removal of Fluoride from Aqueous solution by Adsorption on Hydroxyapatite (HAP) Using Response Surface Methodology," *Journal of Saudi Chemistry Society*, March 2012.
- [7] N. M. Castillo, R. L. Ramos, E. P. Ortega, R. O. Perez, J. F. Cano dan M. B. Mendoza, "Adsorption Capacity of Bone Char for Removing Fluoride from Water," *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, vol. 8, 2014.
- [8] F. Khairani, I. dan S. Bali, "Potensi Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Kambing sebagai Adsorben Ion Besi, Kadmium, Klorida dan Sulfat dalam Larutan," *JOM FMIPA*, vol. 2, Februari 2015.

## **ANALISIS KADAR RAKSA PADA RAMBUT DI KAWASAN SUNGAI MUARA ANGKE KECAMATAN PANJARINGAN DENGAN MENGUNAKAN TEKNIK VAPOR GENERATION ACCESSORY-ATOMIC ABSORPTION SPECTROPHOTOMETER**

**Linda Amalia R<sup>a</sup>, Vina Amalia<sup>a</sup>, Eko Prabowo Hadisantoso<sup>a</sup>**

*a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia  
e-mail: rahmahlinda14@gmail.com*

### **ABSTRAK**

Abstrak Logam berat yang dapat mencemari perairan sungai salah satunya adalah merkuri (Hg). Merkuri (Hg) merupakan logam berat yang sangat berbahaya, walaupun pada konsentrasi yang sangat rendah. Merkuri (Hg) dapat berpengaruh langsung dan terakumulasi pada lingkungan sehingga memungkinkan terkonsumsi oleh biota laut diantaranya ikan, ganggang, dan tumbuhan air. Hal ini sangat berbahaya jika ikan dan tumbuhan yang terkontaminasi merkuri (Hg) dikonsumsi manusia. Jika salah satu dari biota laut yang sudah tercemar logam merkuri dikonsumsi manusia dalam jangka panjang, maka merkuri tersebut akan mengendap pada salah satu jaringan tubuh manusia terutama pada rambut, karena di dalam rambut manusia mengandung asam amino sistein yang mengandung ikatan disulfida dan sulfhidril yang mempunyai kemampuan mengikat logam berat. Tujuan penelitian ini adalah untuk mengidentifikasi dan menganalisis kadar merkuri dalam rambut yang tinggal sekitar sungai Muara Angke. Hasil analisis kandungan merkuri (Hg) ini disesuaikan dengan baku mutu WHO (1990), yaitu untuk kadar merkuri (Hg) pada rambut sebesar 1-2 mg/kg atau 1-2 ppm. Kadar logam Merkuri (Hg) pada rambut dianalisis dengan teknik VGA-AAS yang dikenal dengan teknik penguapan dingin. Teknik VGA-AAS menggunakan reduktor kuat  $\text{SnCl}_2$  untuk mengatomisasi ion  $\text{Hg}^{2+}$  dalam sampel menjadi  $\text{Hg}^0$  yang berbentuk gas. Hasil penelitian menunjukkan kandungan merkuri (Hg) pada keempat sampel rambut yang dianalisis, sebesar 6,6160; 1,0660; 4,3304 dan 5,5965 ppb. Dari hasil yang telah diperoleh pada masing-masing sampel, semuanya masih dalam batas aman karena tidak melebihi baku mutu yang telah ditentukan.

**Kata kunci:** rambut, merkuri, VGA-AAS, Muara Angke, limbah

### **PENDAHULUAN**

Suatu kawasan dikatakan tercemar apabila dalam kawasan tersebut sudah terjadi perubahan-perubahan sehingga tidak sama lagi dengan bentuk awalnya akibat masuk atau dimasukkannya suatu zat berbahaya ke dalam suatu kawasan. Perubahan yang terjadi akibat zat berbahaya tersebut dapat menimbulkan dampak yang buruk terhadap organisme baik itu hewan maupun tumbuhan yang berada dalam tatanan lingkungan tersebut. Sehingga bila lingkungan telah tercemar dalam cemaran yang tinggi dapat mengakibatkan terbunuhnya satu atau lebih jenis organisme yang berada di kawasan tersebut [1].

Pencemaran sungai akibat dari limbah-limbah industri semakin terasa, pembuangan industri-industri tekstil maupun non tekstil merupakan lebih dari separuh penyebab pencemaran pada air sungai. Pencemaran perairan adalah pencemaran yang sangat krusial dan yang paling merugikan.

Pencemaran ini seringkali terjadi di tempat-tempat yang perkembangannya pesat [2]. Jakarta Utara merupakan kota yang menjadi salah satu produksi industri terbesar di Indonesia. Hadirnya perindustrian terutama pada sektor TPT (tekstil dan produk tekstil), telah mempengaruhi kualitas lingkungan sekitar, khususnya kualitas lingkungan yang tercemar adalah perairan Sungai Muara Angke [3].

Sungai Muara Angke adalah salah satu sungai di daerah Jakarta Utara, Sungai Muara Angke telah menjadi sumber utama pengairan, perikanan dan konsumsi untuk diminum bagi warga sekitar. Namun kondisi terkini kualitas air Sungai Muara Angke mengalami penurunan yang diakibatkan oleh pencemaran. Pencemaran perairan Sungai Muara Angke di kawasan industri sudah menjadi permasalahan serius berbagai pihak terkait. Sehingga banyak menarik perhatian peneliti baik dari instansi pendidikan maupun instansi pemerintahan terkait [4].

Salah satu pencemar yang terkandung dalam perairan adalah merkuri (Hg). Merkuri (Hg) merupakan logam berat yang sangat berbahaya walaupun pada konsentrasi yang sangat rendah, logam merkuri (Hg) dapat berpengaruh langsung dan dapat terakumulasi pada lingkungan sehingga dapat berdampak pada kesehatan manusia. Merkuri (Hg) di perairan dapat dikonsumsi oleh ikan, ganggang, dan tumbuhan air.

Hal ini sangat berbahaya jika ikan yang terkontaminasi merkuri (Hg) dikonsumsi manusia. Selain itu, penggunaan air sungai yang terkontaminasi merkuri (Hg) dapat berdampak buruk bagi manusia diantaranya kerusakan otak, cacat genetik, hingga berujung pada kematian. Efek racun dari merkuri itu sendiri terjadi setelah merkuri masuk dan terakumulasi dalam tubuh melalui saluran pencernaan (digesti) dan saluran pernafasan (inhalasi) [5].

Pada umumnya manusia menumpuk merkuri di dalam tubuhnya melalui penyerapan merkuri dari konsumsi makanan (khususnya, makanan laut) dan dari udara yang masuk lingkungan lokal mereka. Sungai Muara Angke merupakan salah satu wilayah yang terdapat berbagai jenis makanan laut yang banyak dikonsumsi warga sekitarnya, yang berada di kawasan perindustrian. Ikan dan kerang merupakan sumber utama protein hewani bagi masyarakat umum disekitarnya. Sekitar 80% menjadi kebutuhan protein bagi penduduk. Oleh karena itu, kemungkinan tingginya kandungan merkuri yang terdapat pada rambut di daerah tersebut [4].

Dalam tubuh makhluk hidup khususnya pada manusia, logam berat akan dibuang salah satunya melalui rambut. Mengingat rambut lebih mencerminkan tingkat pencemaran logam berat pada tubuh makhluk hidup. Dalam rambut gugus disulfida dan sulfhidril dapat mengikat unsur runtu yang masuk ke dalam tubuh dan terikat pada rambut. Apabila unsur runtu masuk ke dalam tubuh maka unsur tersebut akan terikat oleh senyawa sulfida yang ada pada rambut, mengingat bahwa senyawa sulfida mudah terikat oleh unsur runtu [6].

Pada penelitian ini telah dilakukan analisis kadar merkuri (Hg) yang terkandung di dalam rambut di daerah sungai Muara Angke dengan menggunakan sampel rambut warga sekitar sungai tersebut. Kategori sampel rambut yang dianalisis diambil dari berbagai jenis usia, diantaranya umur 5-10 tahun, 11-20 tahun, 21-40 tahun dan 41-60 tahun. Semua sampel rambut tersebut diambil dari yang berjenis kelamin laki-laki.

Pengukuran kandungan merkuri (Hg) pada rambut warga di daerah Sungai Muara Angke diukur dengan teknik Vapor Generation Accessory-Atomic Absorption Spectrophotometer (VGA-AAS). Selain melakukan pengukuran kandungan merkuri (Hg) pada rambut, kemudian dilakukan pula

validasi metoda analisis merkuri (Hg) menggunakan VGA-AAS. Validasi kerja instrumen VGA-AAS yang akan diukur meliputi penentuan linieritas, batas deteksi (LOD), batas kuantisasi (LOQ), akurasi dan presisi.

## BAHAN DAN METODE

### *Alat*

Alat-alat dan instrumen yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya : gelas kimia 250 mL; 1000 mL, labu ukur 25 mL; 50 mL; 100 mL; 250 mL; 1000 mL, corong, Pipet Ukur 1 mL; 5 mL, pipet volumetri 5 mL, pipet tetes, spatula, kaca arloji, botol semprot, batang pengaduk, *hot plate* dan *Stirer*. Instrumentasi yang digunakan dalam penelitian ini meliputi : neraca analitik "*OHAUS PIONEER*", Spektrofotometri Serapan Atom (SSA) merk *Agilent Technologies 200 series AA dengan Tipe 240FS AA* dan *Microwave Digestion Apparatus tipe HPR-CL-10*.

### *Bahan*

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini diantaranya yaitu air bebas mineral (Aqua DM); larutan induk logam raksa (Hg) 1000 mg/L; (SnCl<sub>2</sub>) 5%; asam klorida (HCl); asam nitrat (HNO<sub>3</sub>) dan sampel rambut yang diambil berdasarkan rentang umur. Keempat sampel tersebut diberi label A, B, C dan D.

### *Prosedur Penelitian*

#### **Preparasi Sampel**

Teknik yang digunakan dalam pengambilan sampel rambut responden dengan cara memotong rambut kepala dengan menyisakan 1cm pada setiap responden. Sampel diambil secara random sesuai dengan variasi umur yang telah ditentukan, masing-masing sampel rambut diambil dari responden yang berjenis kelamin laki-laki. Sampel A merupakan responden yang bernama sinan 55 tahun yang sudah menetap selama 30 tahun; sampel B merupakan responden yang bernama Basman 35 tahun sudah menetap selama 4 tahun; sampel C merupakan responden yang bernama Irwandi 12 tahun menetap disana selama 4 tahun; yang terakhir responden yang bernama umam 7 tahun menetap disana selama 7 tahun. Pada masing-masing sampel rambut yang diperoleh sebanyak 1-2,5 gram.

Sebanyak 0,5 gram masing-masing sampel rambut A; B; C dan D ditimbang dengan teliti menggunakan neraca analitik. Kemudian masing-masing sampel dimasukkan ke dalam vessel dan ditambahkan 10 mL HNO<sub>3</sub> 65%, masing-masing sampel ditutup dan dikunci dengan kencang, selanjutnya vessel dimasukkan ke dalam microwave acid digestion kemudian diputar dengan lembut larutan untuk menghomogenisasi sampel dengan asam. Dijalankan program microwave sampai selesai. Kemudian wadah ditutup dan dipancarkan radiasi gelombang mikro selama 60 detik dengan kekuatan 1500 W. Setelah proses destruksi selesai, selanjutnya ditunggu sampai kondisi alat mencapai suhu kamar dan vessel dikeluarkan ditempatkan ke dalam lemari asam untuk mengeluarkan gas sisa reaksi.

Setelah dingin dipindahkan ke dalam wadah berupa botol plastik (polyehtylene) yang sudah dibilas HNO<sub>3</sub>. Kemudian disimpan ke dalam termos yang berisi es selama perjalanan dari Poltekkes menuju laboratorium. Sampel akan tahan lama selama 14 hari dalam botol plastik dan 30 hari dalam botol gelas dengan kondisi penyimpanan 4°C ± 2°C.

## **Analisis Kuantitatif**

### **Pembuatan Larutan Baku Logam 0,1 mg/L**

Sebanyak mL larutan induk merkuri 1000 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 1000 mL, kemudian ditambahkan dengan larutan pengencer sampai tanda batas (adkan) untuk mendapatkan larutan baku merkuri 10 mg/L. Selanjutnya sebanyak 2,5 mL larutan baku merkuri 10 mg/L dipipet ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan dengan larutan pengencer sampai tanda batas (adkan), maka diperoleh larutan baku logam merkuri 1 mg Hg/L.

### **Pembuatan Deret Larutan Standar Merkuri**

Deret larutan standar merkuri (Hg) dibuat dengan 1 blanko dan standar yang mengandung 5; 10; 15; 20; dan 25  $\mu\text{g}$  Hg/L dari larutan baku logam merkuri 10 mg Hg/L dalam labu ukur 50 mL. Larutan deret standar, larutan pengencer dan  $\text{SnCl}_2$  5% yang akan digunakan disiapkan pada masing-masing botol reaktan yang disalurkan langsung ke prangkat *VGA-AAS* sebelumnya. *VGA-AAS* telah dioptimalkan sesuai petunjuk penggunaan alat. Selanjutnya masing-masing larutan standar merkuri (Hg) diukur pada panjang gelombang 253,73 nm. Hasil pengukuran yang diperoleh dibuat kurva kalibrasi ( $R^2$ ) lebih kecil dari 0,995 maka kondisi alat perlu diperiksa dan pengukuran diulang hingga didapat nilai  $R^2 \geq 0,995$ .

### **Pengukuran Sampel**

Sebanyak 25 mL sampel yang telah diencerkan 10 kali dimasukkan ke dalam erlenmeyer 100 mL lalu diukur pada panjang gelombang 253,73 nm.

## **DISKUSI**

### **Analisa Kuantitatif Logam Merkuri (Hg)**

Analisis kuantitatif berkaitan dengan penetapan berapa banyak suatu zat tertentu yang terkandung dalam suatu sampel. Zat yang ditetapkan tersebut, yang sering kali dinyatakan sebagai konstituen atau analit, yang menyusun sebagian kecil atau sebagian besar sampel yang dianalisis. Secara garis besar metode yang digunakan dalam analisis kuantitatif dibagi menjadi dua macam yaitu analisis kuantitatif instrumental dan analisis kimia konvensional.

Analisis logam merkuri (Hg) yang terkandung dalam rambut masyarakat kampung Nias yang tinggal dipesisir sungai Muara Angke yang dianalisis dengan teknik *Vapor Generation Accessory – Atomic Absorption Spectrophotometer (VGA- AAS)* yang menggunakan prinsip penguapan dingin sebagai media pengubah kandungan ion logam dalam larutan sampel menjadi gas yang nantinya akan mengabsorpsi sinar yang dipancarkan lampu katoda.

### **Pengukuran Kurva Kalibrasi**

Pengukuran kurva kalibrasi dilakukan menggunakan larutan deret standar merkuri dengan konsentrasi 5 ppb; 10 ppb; 15ppb; 20 ppb; dan 25 ppb. Kurva kalibrasi merupakan hubungan absorbansi terhadap konsentrasi zat yang akan dianalisis. Pengukuran deret standar ini, selain untuk memperoleh kurva kalibrasi yang berupa persamaan garis sebagai data dalam penentuan konsentrasi merkuri (Hg) dalam sampel juga bertujuan untuk membuktikan adanya hubungan linier antara respon instrumen terhadap perubahan konsentrasi zat. Maka dari itu untuk memperoleh kurva kalibrasi dilakukan pengukuran terhadap larutan deret standar dengan konsentrasi yang berbeda dan berurutan.

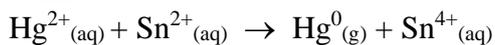
Pengukuran kurva kalibrasi ini dilakukan setiap kali akan melakukan analisis sampel rambut, sehingga analisis sampel pada setiap pengujian memiliki kurva kalibrasi masing-masing untuk menentukan konsentrasi merkuri yang terdapat didalam rambut. Semuanya menunjukkan linieritas

yang baik karena memiliki nilai koefisien kolerasi ( $R$ ) > 0,9950 sebagai suatu syarat bahwa kurva kalibrasi tersebut layak untuk digunakan dalam menentukan konsentrasi analit dalam sampel rambut. Hal ini dikarenakan semakin bertambahnya konsentrasi suatu larutan, maka absorbansi juga akan bertambah dan dinyatakan adanya hubungan linearitas antara keduanya.

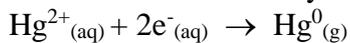
### **Analisis Merkuri dalam Sampel Rambut dengan VGA-AAS**

Dalam penelitian ini larutan sampel rambut didestruksi untuk menguraikan logam organik menjadi logam anorganik bebas menggunakan destruksi basah karena pada umumnya destruksi basah dapat dipakai untuk menentukan unsur- unsur dengan konsentrasi rendah. Setelah proses destruksi diharapkan yang tertinggal hanya logam-logam saja dalam bentuk ion. Kemudian diukur serapannya menggunakan VGA-AAS pada panjang gelombang 253,73 nm. Pada instrumen VGA-AAS terdapat tiga saluran yang akan terhubung langsung ke reaktor. Saluran- saluran tersebut terdiri atas saluran larutan asam, larutan reduktor, dan larutan sampel.

Pada analisis sampel rambut ini larutan asam yang digunakan adalah  $\text{HNO}_3$  0,05 M sebagai agen pengoksidasi utama, karena asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) merupakan pelarut logam yang baik, merkuri teroksidasi oleh asam nitrat ( $\text{HNO}_3$ ) sehingga menjadi larut. dan larutan reduktornya adalah  $\text{SnCl}_2$  5% yang dapat membentuk dihidrat yang stabil. Ketiga larutan ini akan dipompa menuju reaktor dimana  $\text{SnCl}_2$  akan bereaksi dengan sampel dan mereduksi ion  $\text{Hg}^{2+}$  dalam sampel menjadi  $\text{Hg}^0$ . Reaksi yang terjadi antara  $\text{SnCl}_2$  dan  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$  dalam deret standar dan sampel adalah sebagai berikut:



Dimana reaksi reduksi yang terjadi adalah:



Sedangkan reaksi oksidasi yang terjadi adalah:



Adapun gas argon (Ar) dialirkan untuk membawa uap merkuri ( $\text{Hg}^0$ ) dan sisa reaksi lainnya. Gas argon (Ar) sendiri digunakan karena bersifat inert atau tidak mudah bereaksi dengan zat lain sehingga tidak akan mempengaruhi hasil pengukuran. Uap merkuri ( $\text{Hg}^0$ ) kemudian dipisahkan dengan larutan sisa- sisa reaksi di separator. Sisa-sisa reaksi ini akan dialirkan menuju saluran limbah sementara uap raksa dialirkan menuju spektrometer untuk diukur serapannya.

Dari hasil pengukuran kandungan merkuri dalam rambut masyarakat kampung nias yang tinggal di pesisir Sungai Muara Angke menghasilkan konsentrasi yang berbeda, namun konsentrasi Hg yang paling tinggi dan paling rendah berada pada sampel A dan D. Kedua sampel rambut tersebut, bisa disebabkan oleh beberapa faktor baik dari segi umur, jenis pekerjaan, status gizi, konsumsi ikan, jarak rumah dan lama tinggalnya.

Hasil analisis menunjukkan bahwa sampel A mengandung merkuri (Hg) lebih tinggi dibandingkan sampel B, C dan D. Konsentrasi merkuri pada rambut sampel A mengalami kelonjakan kadar merkuri yang lebih tinggi, dengan demikian persepsi awal mengkonfirmasi konsepsi bahwa umur yang lebih tua dapat menjadi prediktor tingkat merkuri yang lebih tinggi, karena umur yang lebih tua mungkin memiliki lebih banyak peluang untuk mengkonsumsi ikan dengan jumlah yang lebih besar. Sehingga memiliki konsentrasi *methylmercury* yang lebih tinggi. Adapun hasil dari pengukuran kadar merkuri dalam sampel dapat dilihat pada tabel di bawah sebagai berikut:

**Tabel 1.** Hasil Pengukuran Kadar Merkuri dalam Sampel

Sampel	Umur (Tahun)	Jenis Kelamin	Lama Tinggal (Tahun)	Kadar $\mu\text{g/g}$
A	55	L	30	6,6160
B	35	L	4	1,0660
C	12	L	4	4,3304
D	7	L	7	5,5965

Berdasarkan hasil pengukuran dan perhitungan seperti yang terlihat pada tabel di atas sampel A, B, C dan D mengandung merkuri dengan kadar yang berbeda-beda. Pada sampel A kadar merkuri yang terukur adalah sebesar  $6,6160 \mu\text{g/g}$ , sampel D sebesar  $5,5965 \mu\text{g/g}$ . Sampel A dan D ini memiliki kadar merkuri yang lebih besar dibandingkan dengan dua sampel yang lainnya. Masing-masing sampel B dan C sebesar  $1,0660 \mu\text{g/g}$  dan  $4,3304 \mu\text{g/g}$ . Dengan adanya perbedaan kadar tertinggi dan terendah ini menyebabkan perbedaan kepekatan warna pada setiap sampelnya.

Perbedaan kadar merkuri dari setiap sampel rambut ini dapat dianalisis dari faktor karakteristik setiap individu. Karakteristik individu ini meliputi umur, status gizi yang dilihat secara visual, jenis pekerjaan, jarak rumah, frekuensi konsumsi ikan dan jenis ikan yang dikonsumsi dan lama tinggal. Data pada masing-masing individu diperoleh melalui pengisian kuisioner dengan cara wawancara secara langsung oleh peneliti.

### Umur

Pada penelitian ini diperoleh sampel dengan jenis umur yang berbeda-beda dengan umur minimum 5 tahun dan umur maksimum 55 tahun. Adapun dari hasil analisis kadar sampel rambut diatas jelas menunjukkan bahwa sampel A memiliki kadar merkuri terbesar dibandingkan dengan sampel rambut yang lainnya. Karena sampel A berada pada umur 55 tahun yang sangat mempunyai kemungkinan dua kali lebih tinggi kadar merkuri pada rambutnya dibanding dengan sampel yang berumur kurang dari 55 tahun.

Umur merupakan salah satu faktor yang dapat mempengaruhi kerentanan tubuh terhadap logam berat [7]. Biasanya semakin bertambahnya umur dan bahan yang masuk, maka kadar merkuri dalam tubuh akan meningkat. Mengingat merkuri bersifat akumulatif maka umur dapat mempengaruhi kadar Hg total dalam rambut [8].

Penelitian ini memiliki kesamaan dengan hasil penelitian yang lainnya bahwa variabel umur mempunyai hubungan yang bermakna dengan kadar merkuri dalam rambut pekerja tambang. Responden yang berumur lebih dari 35 tahun mempunyai kemungkinan 5,678 kali kadar merkuri pada rambutnya dibanding dengan pekerja yang berumur kurang dari 35 tahun [8].

Dari hasil diatas menunjukkan bahwa hasil kadar merkuri pada sampel A sejalan dengan teori bahwa semakin bertambahnya umur seseorang, maka fungsi organ tubuhnya semakin menurun, sehingga kinerja metabolisme juga akan menurun. Salah satunya ekskresi, dimana ekskresi senyawa merkuri melalui ginjal sangat dipengaruhi oleh laju filtrasi glomerulus. Pada kondisi normal, laju filtrasi *glomerulus* atau *Glomeruli Filtration Rate (GFR)* rata-rata sebanyak 120 ml/menit. Akan tetapi, setelah usia 25 tahun, GFR akan menurun dengan kecepatan sekitar 1 ml per menit per tahun. Pada usia lebih dari 50 tahun, penurunan laju filtrasi glomerulus berkurang secara bermakna. Pada usia 70 tahun, laju filtrasi hanya rata-rata separuhnya yaitu 65 ml per menit.

Dengan menurunnya kecepatan filtrasi di glomerulus menyebabkan pengurangan ekskresi merkuri melalui urin. Akibatnya kadar merkuri dalam sirkulasi darah meningkat dan menyebabkan kenaikan ekskresi merkuri pada jalur lainnya seperti kuku dan rambut. Hal ini diperkuat dengan faktor hasil uji korelasi antara variabel lama tinggal dengan kadar merkuri dalam rambut.

### **Status Gizi**

Dari hasil survei ketika melakukan sampling di kawasan Muara Angke dapat dilihat secara visual bahwa rata-rata masyarakat yang bermukim disana memiliki status gizi yang cukup baik, dilihat dari keadaan tubuhnya. Khususnya orang-orang yang menjadi targetpun memiliki perawakan yang baik jika dilihat dari status gizi. Berat badan masing-masing sampel diantaranya: sampel A 73 kg, sampel B 58 kg, sampel C 33 kg dan sampel D 21 kg. Maka dari itu, diambil kesimpulan bahwa kadar merkuri pada rambut dengan status gizi tidak terdapat hubungan yang signifikan, karena diyakini status gizinya bisa dipastikan dalam keadaan normal.

Secara teori, status gizi dapat mempengaruhi daya tahan tubuh seseorang terhadap paparan logam berat. Pada dasarnya merkuri mempunyai sifat mudah larut dalam lemak sehingga orang yang memiliki kadar lemak yang tinggi dalam tubuhnya akan mempengaruhi absorpsi merkuri dalam tubuh dan ekskresi merkuri dari tubuh karena lemak yang berlebihan akan disimpan dalam jaringan lemak. Begitu juga dengan merkuri yang larut di dalamnya. Akan tetapi tidak semua jenis merkuri larut dalam lemak sehingga merkuri yang tidak larut akan berikatan dengan gugus sulfhidril. Oleh karena itu, pada IMT normal, kadar lemak dalam tubuh rendah dan kemungkinan merkuri yang larut didalamnya juga rendah.

Selain itu, kekurangan gizi akan meningkatkan kadar merkuri yang bebas dalam darah. Kadar Ca dan Fe yang tinggi dalam makanan akan menurunkan penyerapan logam berat. Tetapi jika tubuh kekurangan Ca dan Fe, penyerapan logam berat akan meningkat. Dinyatakan juga bahwa defisiensi Fe dan P akan mengakibatkan gangguan ekskresi logam berat dari tulang sehingga akan meningkatkan kadar merkuri pada jaringan lunak.

### **Jenis Pekerjaan**

Salah satu faktor yang mempengaruhi kadar merkuri dalam tubuh adalah jenis pekerjaan. Hal ini tergantung di lingkungan mana manusia bekerja. Hasil survei bahwa dari keempat sampel yang diambil, dua sampel dari dua jenis sampel lainnya bekerja sebagai nelayan, dan sisanya anak-anak yang belum memiliki pekerjaan. dari hasil ini dapat diambil kesimpulan bahwa jenis pekerjaan tidak selamanya mempengaruhi kadar merkuri didalam rambut, karena dapat dilihat dari sampel B yang bekerja sebagai nelayan lebih rendah kadar merkurnya dibandingkan dengan sampel D yaitu anak-anak yang belum memiliki pekerjaan.

Besarnya kadar merkuri pada sampel D bisa di akibatkan dari hasil merkuri yang sudah menguap. Karena merkuri merupakan logam berat yang mudah menguap. Penguapan merkuri berbanding lurus dengan suhu. Semakin tinggi suhu, semakin cepat merkuri akan menguap. Akibatnya resiko terjadinya pajanan uap merkuri disekitar Muara Angke tersebut. Sehingga kemungkinan besar pencemaran merkuri tidak hanya berisiko terhadap nelayan saja, tetapi juga terhadap masyarakat sekitar tempat Muara Angke juga.

### **Frekuensi Konsumsi Ikan dan Jenis Ikan**

Variabel konsumsi ikan merupakan rata-rata kebiasaan untuk mengkonsumsi ikan. Pada penelitian ini, rata-rata individu mempunyai kebiasaan untuk mengkonsumsi ikan setiap hari 2 kali/hari di setiap minggu, kecuali ikan-ikan tertentu. hubungan yang signifikan antara frekuensi konsumsi ikan dengan

kadar merkuri besar kemungkinan sangat mempengaruhi kadar merkuri dalam rambut, jika memang ikan yang dikonsumsi benar-benar mengandung atau sudah terbioakumulasi merkuri.

Penelitian ini sesuai dengan hasil penelitian pada 50 masyarakat Desa Tangkiling didapatkan adanya hubungan yang bermakna antara konsumsi ikan dan kadar merkuri di rambut [9]. Hal ini dikarenakan masyarakat kampung Nelayan Muara Angke sering mengkonsumsi ikan dari hasil tangkapannya, sehingga kadar merkuri yang dihasilkan cukup besar dan kadar merkuri akan terakumulasi dalam tubuh yang lambat laun akan menumpuk dan mengendap. Masuknya logam berat dalam jumlah yang membahayakan dapat melalui rantai pangan pendek (hewan-manusia) atau rantai pangan panjang (tanaman– hewan–manusia) [10].

Secara alami unsur-unsur logam berat terdapat dalam air pada kadar yang sangat rendah. Hal ini berarti dengan adanya bahan pencemar akan meningkatkan kadar merkuri di dalam air. Peningkatan kadar merkuri ini dapat mengkontaminasi ikan-ikan dan makhluk air lainnya. Kemudian akan dimakan ikan atau hewan air yang lebih besar. Selanjutnya ikan-ikan tersebut akan dikonsumsi manusia sehingga secara tidak langsung manusia telah mengumpulkan merkuri di dalam tubuhnya [10].

Masuknya merkuri ke dalam tubuh organisme hidup terutama melalui makanan, karena hampir 90% dari bahan beracun atau logam berat (merkuri) masuk ke dalam tubuh melalui makanan, sisanya masuk secara difusi atau perembesan lewat jaringan dan melalui peristiwa pernapasan. Dalam rantai makanan ion metil merkuri yang mudah termakan organisme akan larut dalam lipida selanjutnya ditimbun dalam jaringan lemak pada ikan tanpa menunjukkan gangguan merkuri [11].

Merkuri yang masuk ke dalam tubuh manusia baik melalui rantai makanan maupun melalui pernapasan dapat menghambat enzim *Glutathione reductase* dan *Seric phosphoglucoase isomerase* dengan mengikat gugus –SH (sulfhidril) dan apabila terakumulasi dapat merusak otak, ginjal, dan hati. Kerusakan jangka panjang dapat merusak sistem saraf pusat yang dapat memberikan efek yang sangat berbahaya. Selain itu juga dapat mengakibatkan rusaknya kromosom yang menyebabkan cacat bawaan.

### **Jarak Rumah**

Jarak rumah merupakan jarak antara tempat tinggal dengan sungai yang tercemar merkuri (Hg). Pada penelitian ini, rata-rata tempat tinggal yang rambutnya dianalisis > 25 meter bahkan banyak rumah disekitarnya halaman belakang rumahnya langsung ke sungai.

Penelitian ini mempunyai kesamaan dengan hasil penelitian terhadap penambang emas dengan media pelarut merkuri di daerah Kalirejo. Dihadirkan bahwa 7 sumur dari 14 sumur masyarakat yang berada di sekitar tambang telah tercemar merkuri. Pencemaran ini disebabkan karena jarak antara tempat pengolahan dengan sumur penduduk terlalu dekat [12]. Selain itu, terdapat juga penelitian bahwa jarak tempat tinggal dan kadar merkuri berhubungan secara statistik. Tingginya kadar merkuri di daerah PETI berhubungan dengan proses pengolahan yang dilakukan di halaman rumah, dapur, atau kebun [13]. Sebanyak 10-30% merkuri yang digunakan dalam kegiatan PETI akan terlepas ke lingkungan.

Hal ini dikarenakan paparan merkuri tidak hanya berupa makanan, tetapi juga berupa uap merkuri yang terbang bebas di udara. Pada kecepatan angin normal, merkuri akan mengendap pada jarak 261 meter. Akan tetapi, belum ada penelitian lebih lanjut jika pada keadaan lain. Pada saat penelitian, kecepatan angin tidak diukur secara langsung tetapi menggunakan kecepatan angin normal. Tempat

yang terletak di dekat sumber pencemaran akan mempunyai risiko lebih besar untuk terpapar merkuri. Paparan merkuri melalui udara memiliki potensi paling besar dari pada melalui air dan ikan [14].

### **Lama Tinggal**

Lama tinggal merupakan kurun waktu lama tinggal orang pada setiap sampel, baik pada sampel A, B, C dan D. Dari hasil survei pada penelitian ini, masing-masing sampel tinggal ditempat tersebut bisa diperkirakan sudah lama. Sampel A sudah tinggal disana kurang lebih 30 tahun lebih 3 bulan, sampel B 4 tahun, sampel C 4 tahun dan sampel D selama 7 tahun. Korelasi antara variabel lama tinggal dan kadar merkuri mempunyai hubungan kuat. Koefisien korelasi menunjukkan nilai yang positif. Artinya semakin lama responden tinggal di kampung Nelayan tersebut, maka semakin tinggi pula kadar merkuri dalam rambut.

Penelitian ini sejalan dengan hasil penelitian lain bahwa lama tinggal responden berhubungan dengan keracunan merkuri. Lama tinggal lebih dari 15 tahun berisiko 7,07 kali. Hal ini sejalan dengan teori bahwa gejala klinis keracunan merkuri akan muncul setelah 10 tahun sampai 15 tahun mendatang tergantung dari besarnya paparan yang terjadi di lingkungan tersebut [7]. Kondisi tersebut menunjukkan bahwa kadar merkuri yang melebihi ambang batas mulai menunjukkan pengaruh terhadap kesehatan masyarakat yang tinggal cukup lama di daerah tersebut.

Hasil penelitian Kementerian Lingkungan Hidup di Kabupaten Wonogiri tentang paparan merkuri membuktikan bahwa lama kerja berhubungan dengan keracunan merkuri. Meskipun memiliki perbedaan objek yang diamati yaitu pekerja tambang dan masyarakat. Akan tetapi, kedua variabel menunjukkan bahwa paparan merkuri yang lama akan meningkatkan kadar merkuri dan berdampak pada menurunnya gangguan kesehatan.

Terdapat juga penelitian lain di daerah bekas penambangan emas di Kabupaten Indramayu, membuktikan bahwa daerah yang pernah digunakan untuk aktivitas penambangan ternyata masih memiliki risiko paparan logam berat merkuri yang cukup tinggi meskipun aktivitas penambangan tidak berjalan lagi. Hal ini membuktikan bahwa kadar merkuri tidak hilang meskipun dalam waktu yang lama [7].

Faktor yang lebih cenderung mempengaruhi akumulasi merkuri pada tubuh seseorang yaitu umur, pada orang dewasa khususnya sampel A kadar merkuri lebih tinggi dibandingkan dengan yang lainnya, hal ini jelas sudah menunjukkan bahwa umur mempengaruhi kadar merkuri dalam rambut. Adapun antara sampel B dan C dengan sampel D, dari hasil analisis menunjukkan bahwa dari ketiga sampel tersebut umur yang lebih kecil lebih tinggi kadar merkurnya dibandingkan dengan kedua orang dewasa di atasnya, hal tersebut karena sistem imun orang dewasa telah terbentuk sempurna dibandingkan anak-anak. Besarnya kadar merkuri sampel D tersebut diperkuat dengan faktor lainnya yaitu lama terpapar atau lama tinggal, karena faktor tersebut mempengaruhi konsentrasi merkuri masuk ke dalam tubuh. Lama terpapar merupakan waktu terpapar seseorang dengan merkuri. Dapat di bandingkan bahwa sampel D dan A masa tinggalnya jauh lebih lama dibanding sampel B dan C, Sampel D sudah 7 tahun dan sampel A 30 tahun sedangkan sampel B dan C baru 4 tahun sehingga kadar merkurnya lebih rendah. Emisi gas buang dari merkuri yang menguap, yang terhirup setiap harinya oleh seseorang saat berada diruang terbuka sangat mendorong meningkatnya konsentrasi merkuri dalam tubuh. Maka dari hasil analisis kadar pada setiap sampel baik itu A, B, C dan D dengan masing-masing kadar tertinggi dan terlemah bisa diakibatkan beberapa faktor di atas, hal ini diperkuat dengan analisis yang diulang kembali dan hasilnya menunjukkan kadar yang sama pada setiap sampelnya. Akan tetapi Kadar merkuri pada rambut dapat dinyatakan bahwa responden telah terkontaminasi merkuri dalam tingkatan rendah.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Berdasarkan hasil analisis kandungan merkuri (Hg) pada rambut masyarakat kampung nias yang tinggal di pesisir Sungai Muara Angke dengan teknik VGA- AAS pada sampel A, B, C dan D sampel positif mengandung merkuri. Adapun kadar merkuri (Hg) yang terukur berdasarkan instrumen VGA-AAS pada sampel A sebesar 6,6160, sampel B 1,0660, sampel C 4,3304 dan sampel D 5,5965 ppb.
2. Pencemaran merkuri (Hg) pada rambut di pesisir Sungai Muara Angke tidak hanya disebabkan oleh faktor umurnya saja, akan tetapi ada faktor-faktor lain yang menyebabkan pencemaran merkuri pada rambut, faktor tersebut diantaranya: lama tinggal, banyak ikan yang dikonsumsi, jenis pekerjaan, status gizi, konsumsi ikan dan jarak rumah dari Muara Angke juga dapat mempengaruhi kadar merkuri (Hg) yang terkandung didalamnya,
3. Validasi metoda pada instrumen VGA-AAS linieritas bernilai 0,9980; batas deteksi bernilai 0,0312 ppb; batas kuantisasi bernilai 0,0340 ppb; akurasi bernilai 44,10%; dan presisi bernilai 3,4687%. Nilai linieritas yang diperoleh memenuhi standar penggunaan karena nilai yang diperoleh  $\geq 0,9950$ . Begitupula dengan presisi yang masih bernilai  $\leq \%RSD_{Horwitz}$ . Namun untuk akurasi masih tidak sesuai karena %recovery yang diperoleh, tidak memenuhi syarat nilai yang diperbolehkan. kesimpulan hasil penelitian

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Darmono, *Lingkungan Hidup dan Pencemaran: Hubungannya dengan Toksikologi Senyawa Logam*. Jakarta: Universitas Indonesia, 2001.
- [2] Otto Soemarwoto, *Ekologi, Lingkungan Hidup dan Pembangunan*. Jakarta: Djambunan, 1996.
- [3] Deazy Rahmawati, *Pengaruh Kegiatan Industri terhadap Pencemaran Air Sungai*. Jakarta: UI Press, 2011.
- [4] Ramdani Wardiman. (2012): *Analisis Merkuri dan Arsen di Sedimen Sungai Ranoyopo Kecamatan Amurang Sulawesi Utara*, Jurnal MIPA UNSRAT online, Pp. 16-19.
- [5] Lina Warlina, *Pencemaran Air: Sumber, Dampak dan Penanggulangannya*. Bogor: IPB, Juni 2004.
- [6] Agung Prasetya, Tri., dan Aditya Marianti. (2013): *Rambut sebagai Bioindikator Pencemaran Timbal pada Penduduk di Kecamatan Semarang Utara*, Biosantifika, Pp. 1-3.
- [7] Tugaswati Tri et al. (1995): *Studi Pencemaran Merkuri dan Dampaknya Terhadap Kesehatan Masyarakat di Daerah Mundu Kabupaten Indramayu*, Balitbangkes, Vol. 25, P, 2.
- [8] Ratna Junita, Nita., *Risiko Keracunan Merkuri (Hg) pada Pekerja Penambang Emas Tanpa Izin PETTI di Desa Cisarua Kecamatan Nanggung Kabupaten Bogor*. Jakarta: UIN Syarif Hidayatullah, Skripsi 2013.
- [9] Ayoni Rizal, *Kadar Merkuri Rambut Kepala dan Faktor-faktor yang Mempengaruhi pada Penduduk Kelurahan Tengkilung Kecamatan Bukit Batu Kota Palangkaraya*, UGM, Yogyakarta, Skripsi 2003.
- [10] Notohadiprawiro, *Rantai Pangan Panjang Pendek Logam Berat*. Jakarta: Agromedia Pustaka, 1995.
- [11] Rj Rompas, *Kemampuan Tumbuhan Air Tumpeh (Monochoria Vaganalis) Menerap Logam Berat Hg dan Zn*, Program Studi Ilmu Lingkungan, Yogyakarta, Tesis 1995.
- [12] Palar, (2008): *Pencemaran dan Toksikologi Logam Berat*. Jakarta: PT. Renika Cipta.

- [13] Ajang, Maruapey Faesal. (2006): Pencemaran Logam dan Faktor Pencemaran. Sorong: Unamin Sorong..
- [14] Environment Protection Agency EPA. (2006): Mercury, Amerika Serikat, Human Health.

## STUDI AIR UNTUK THAHARAH BERDASARKAN PENGARUH VOLUME AIR TERHADAP DINAMIKA KEBUTUHAN OKSIGEN DAN PERUBAHAN WARNA ZAT TERLARUT METILEN BIRU

Sandi Halimah<sup>a</sup>, Dede Suhendar<sup>a</sup>, Gina Giftia A.D<sup>a</sup>

a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia  
e-mail: sandihalimah69@gmail.com

### ABSTRAK

Thaharah memiliki persyaratan air yang dapat digunakan, salah satunya ialah air minimal dua *qullah* tanpa aerasi. Hal ini sebenarnya berkaitan dengan masalah pengenceran/pemekatan larutan, suspensi, atau koloid. Ditetapkan sebagai 2 *qullah* (sekitar 200-300 dm<sup>3</sup>), atau lebih dari 2 *qullah* untuk air yang tidak mengalir, memiliki hikmah yang rasional dalam masalah kualitas air sebagai penyuci, lebih jauh sebagai pembersih, agar umat Islam tidak menggunakan air yang tidak memenuhi persyaratan kesehatan. Pembatasan air ini memiliki makna bahwa volume berpengaruh terhadap laju pencemaran air, maka penelitian ini dimaksudkan untuk menggambarkan secara ilmiah hadits mengenai air untuk thaharah minimal dua *qullah* pada air sumur dengan variasi volume skala laboratorium dan variasi penambahan metilen biru sebagai sumber senyawa organik yang sengaja ditambahkan guna memperjelas perbandingan nilai pencemar. Sampel yang digunakan pada penelitian ini memang masih jauh dari batasan air dua *qullah* namun penelitian ini diharapkan dapat menghasilkan rujukan yang mudah dipahami masyarakat luas sebagai pemahaman batasan air untuk thaharah. Setiap komposisi kemudian didiamkan selama dua puluh lima hari serta dilakukan sampling setiap lima hari sekali untuk mengetahui pengaruh waktu terhadap pencemaran air. Seluruh sampel air dilakukan analisis COD, analisis warna dengan metode Pt-Co serta analisis Total Padatan Tersuspensi. Hasil yang diperoleh yaitu semakin tinggi volume air maka semakin rendah tingkat kenaikan COD, namun berbanding terbalik jika semakin tinggi penambahan metilen biru maka semakin tinggi pula tingkat kenaikan COD, hal ini berbanding lurus dengan hasil analisis Total Padatan Tersuspensi, sedangkan untuk hasil analisis warna terjadi penurunan namun cenderung tetap karena senyawa metilen biru yang sukar mengurai.

**Kata kunci:** Air untuk Thaharah; dua *qullah*; COD; Pt-Co; Total Padatan Tersuspensi.

### PENDAHULUAN

Dalam ajaran Islam, thaharah menduduki masalah yang sangat penting. Para fuqaha' bersepakat bahwa thaharah merupakan syarat utama sahnya ibadah, karena itu mereka selalu menempatkan bab thaharah di awal pembahasan. Thaharah memiliki beberapa persyaratan air yang dapat digunakan, salah satunya ialah pembatasan air minimal dua *qullah* tanpa aerasi (sekitar 200-300 dm<sup>3</sup>), Rasulullah saw. Bersabda :

وَعَنْ عَبْدِ اللَّهِ بْنِ عُمَرَ رَضِيَ اللَّهُ عَنْهُمَا قَالَ: قَالَ رَسُولُ اللَّهِ صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ: إِذَا كَانَ الْمَاءُ قَلْتَيْنِ لَمْ يَحْمِلِ الْخَبْثَ وَفِي  
أَخْرَجَهُ الْأَرْبَعَةَ وَصَحَّحَهُ ابْنُ خُرَيْمَةَ وَالْحَاكِمُ وَابْنُ جَبَانَ لَفْظًا: لَمْ يَنْجُسْ

Abdullah bin Umar radhiyallahuanhu mengatakan "Rasulullah saw. telah bersabda: Jika air itu telah mencapai dua *qullah* tidak mengandung kotoran. Dalam lafadz lain: "tidak najis". (HR Abu Dawud Tirmidhi Nasa'I Ibnu Majah) [1]. Hadits inilah yang mendasari keberadaan volume air dua *qullah* yang menjadi batas minimal air yang dapat digunakan untuk thaharah.

Aturan batasan jumlah air minimal dua *qullah* dapat ditafsirkan sebagai volume air tergenang yang masih mampu untuk mengatasi polusi karena najis. Air mengalir masih diperbolehkan dalam volume yang kecil karena terpenuhinya aerasi untuk reaksi-reaksi oksidasi dan penguapan zat-zat yang lebih volatil daripada air [2].

Syarat lain air yang dapat digunakan dalam thaharah yaitu air yang digunakan harus suci dan mensucikan yakni tidak berwarna, tidak berbau dan tidak berasa, seperti yang dijelaskan pada hadits berikut ini:

وَعَنْ أَبِي أُمَامَةَ الْبَاهِلِيِّ - - رَضِيَ اللَّهُ عَنْهُ - قَالَ: قَالَ رَسُولُ اللَّهِ - صَلَّى اللَّهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ -  
(( إِنَّ الْمَاءَ لَا يَنْجَسُهُ شَيْءٌ، إِلَّا مَا غَلَبَ عَلَيْهِ رِيحُهُ وَطَعْمُهُ وَلَوْنُهُ )) :  
أَخْرَجَهُ ابْنُ مَاجٍ، وَضَعَّفَهُ أَبُو حَاتِمٍ. وَ لِلْبَيْهَقِيِّ  
(( الْمَاءُ طَاهِرٌ إِلَّا أَنْ تَغَيَّرَ رِيحُهُ أَوْ طَعْمُهُ أَوْ لَوْنُهُ بِنَجَاسَةٍ تَحْدُثُ فِيهِ ))

Dari Abu Umamah Al Baahiliy radiyallahu'anhu beliau berkata, Rasulullah shallallahu'alaihi wasallam bersabda, "Sesungguhnya air tidak ada sesuatupun yang dapat menajiskannya, kecuali yang mendominasi (mencemari) bau, rasa, dan warnanya". Dikeluarkan oleh Ibnu Majah, didhoifkan oleh Abu Hatim. Dalam riwayat Al Baihaqi, "Air itu thohur (suci dan mensucikan) kecuali jika air tersebut berubah bau, rasa, atau warna oleh najis yang terkena padanya." [1].

Dalam syarah hadits, Muafa menjelaskan bahwa meskipun hadits ini dho'if tetapi semua rujukan dari para fuqaha' mengatakan jika ijma' ummat yang dijadikan sebagai dasar, artinya hadits ini telah disepakati oleh para ulama' dan seluruh kaum muslimin. Dengan demikian, meskipun hadits di atas adalah dho'if, namun diterima dari segi makna karena ijma' tersebut. Sehingga bisa dikatakan bahwa tidak ada lagi ikhtilaf tiga standar (bau, rasa, dan warna) ini untuk menentukan standar sifat air yang akan digunakan untuk menilai apakah air tersebut suci atau najis ketika bercampur dengan najis [3].

Dari hadits di atas, persyaratan air untuk thaharah yakni air yang tidak berbau, tidak berwarna, dan tidak berasa, hal tersebut sebenarnya menunjukkan jenis air yang tidak tercemar oleh zat yang bersifat najis yang terlarut di dalam air. Pencemaran air mempunyai ambang batas yang telah ditetapkan berdasarkan kuantitas zat-zat pencemarnya, sehingga kemampuan untuk membersihkan dan menyucikan menjadi tingkatan kemurnian zat pembersih atau penyuci tersebut. Maka, syarat air yang digunakan untuk thaharah berdasarkan pendekatan ilmu kimia mengharuskan pemeriksaan mengenai zat-zat terlarutnya yang bersifat najis, yang menyebabkan bau, warna, dan rasa pada air.

Untuk membuktikan pengaruh volume pada air, dapat dilakukan dengan pemeriksaan beberapa parameter fisika dan kimia, diantaranya perubahan warna, total padatan terlarut, kebutuhan oksigen kimia dan biologi (*chemical oxygen demand* dan *biological oxygen demand*, disingkat secara berturut-turut sebagai COD dan BOD) selama perlakuan dan penyimpanan dengan waktu tertentu pada air tersebut [4].

Seiring dengan hadits yang menjelaskan syarat-syarat mengenai air untuk thaharah, maka penulis meyakini perlu adanya penggambaran secara ilmiah bagaimana pengaruh dari banyaknya volume air yang digunakan untuk thaharah dengan korelasinya terhadap fungsi dari thaharah itu sendiri yakni untuk mensucikan diri dari segala najis dan kotoran. Penelitian mengenai pembatasan air minimal dua *qullah* untuk thaharah menurut perspektif ilmu kimia sebelumnya telah dilakukan oleh Purnamasari (2015) [5], yang menggunakan volume sampel mencapai dua *qullah* yaitu 100, 200 dan 300 Liter. Pada penelitian tersebut dibuktikan bahwa semakin tinggi volume air maka semakin lambat kenaikan laju pencemarannya yang ditandai dengan kenaikan nilai COD yang lambat.

Kemudian dilakukan kembali penelitian mengenai pembatasan air dua *qullah* oleh Suhendar dan Yunita (2016) [2], pada penelitian tersebut sampel yang digunakan memiliki volume yang lebih bervariasi, namun karena banyaknya hambatan jika volume yang digunakan setara dengan dua *qullah* maka digunakan volume skala laboratorium yaitu sebanyak 5-17,5 Liter dan ditambahkan zat terlarut berupa rhodamin B sebagai sumber senyawa organik yang dimaksudkan agar tingkat kenaikan pencemarnya lebih signifikan serta waktu pendiaman selama 10 hari yang menghasilkan volume larutan yang lebih besar mampu memperlambat naiknya kebutuhan oksigen secara kimiawi (COD), memperlambat naiknya absorbansi zat warna terlarut dan pemekatan warnanya serta konsentrasi larutan memiliki pengaruh langsung terhadap nilai COD, absorbansi spektrum sinar tampak untuk kasus zat terlarut, dan kepekatan warna larutan berdasarkan hasil pemotretan [2].

Maka hal ini mendorong penulis untuk melakukan pengujian sampel air yang memiliki variasi volume lebih besar, zat terlarut yang berbeda yaitu metilen biru serta waktu pendiaman yang lebih lama tanpa adanya aerasi agar dapat mengetahui faktor volume, zat terlarut serta waktu pendiaman terhadap kualitas air yang bertujuan untuk menggambarkan secara ilmiah mengapa Rasulullah saw. menyarankan volume air sebanyak dua *qullah* tersebut. Walaupun dalam penelitian ini tidak digunakan sampel air mencapai dua *qullah*, namun dari penjelasan hadits Rasulullah saw. mengenai pembatasan volume air yang dapat digunakan untuk thaharah tersebut menjelaskan adanya pengaruh volume terhadap kualitas air, kemudian penambahan metilen biru tidak menjadikan sampel menjadi najis karena sifatnya yang bukan najis meskipun akan merubah warna pada sampel. Penambahan metilen biru ini dimaksudkan sebagai zat terlarut yang menjadi titik acuan agar laju pencemaran air lebih signifikan. Selain itu, adanya pembatasan volume air ini, mendorong penulis untuk menguji keterkaitan antara volume dengan laju pencemaran air, sehingga didapat volume air minimal yang efektif digunakan sebagai media pencuci.

## BAHAN DAN METODA

### *Alat*

Ember ukuran 32 Liter, botol plastik ukuran 250 mL, kuvet, *digestion vessel*, pemanas dengan lubang-lubang penyangga tabung, labu ukur 1000 mL, labu ukur 50 mL, labu ukur 25 mL, botol semprot, pipet tetes, gelas kimia 250 mL, corong buchner, corong kaca, erlenmeyer 150 mL, kaca arloji, oven, desikator, neraca analitik, pipet volume 50 mL, lemari inkubasi. Adapun instrumen yang digunakan adalah spektrofotometer sinar tampak (UV-1601) dan *Spectroquant* TR 420.

### *Bahan*

Sampel air sumur murni, metilen biru, air suling, kertas saring,  $K_2Cr_2O_7$ ,  $H_2SO_4$  pekat,  $HgSO_4$ ,  $AgSO_4$ , Kalium Hidrogen Ftalat ( $HOOC_6H_4COOK$ , KHP),  $K_2PtCl_6$  dan  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ .

### **Prosedur Penelitian**

Prosedur penelitian ini diawali dengan melakukan preparasi terhadap dua seri sampel air yang akan diuji yaitu sampel air sumur murni yang dicampur dengan zat terlarut metilen biru, yakni dengan menampung masing-masing sampel air dengan variasi volume 5, 10, 15, 20, 25 dan 30 Liter ke dalam sebuah ember yang berbeda dan diberi perlakuan dengan ketentuan sebagai berikut:

- 1) Pertambahan volume sebanding dengan pemekatan metilen biru (0, 1, 2, 3, 4, dan 5 ppm) sebagai seri A1, A2, ..., dan A6.
- 2) Konsentrasi metilen biru sama yaitu 2 ppm sebagai seri B1, B2, ..., dan B6.

Semua larutan yang diberi perlakuan dibiarkan di dalam sebuah ember yang telah diberi label selama 25 hari, setiap 5 hari sekali diambil sebanyak 150 mL setiap embernya untuk dilakukan pengukuran, analisa, dan pengamatan.

- **Penentuan COD (*Chemical Oxygen Demand*)**

Untuk penentuan COD (*Chemical Oxygen Demand*) dengan refluks tertutup secara spektrofotometri sesuai dengan SNI 6989.2:2009, yang pertama dilakukan adalah pembuatan larutan kerja, yaitu pembuatan larutan pencerna  $K_2Cr_2O_7$  koefisien rendah dengan melarutkan 0,5111 gram  $K_2Cr_2O_7$  dalam  $H_2SO_4$  sebanyak 83,5 mL kemudian ditambahkan  $HgSO_4$  sebanyak 16,6501 gram, lalu campuran didinginkan secara perlahan kemudian diencerkan hingga 1000 mL. Selanjutnya pembuatan larutan pereaksi asam sulfat dengan melarutkan  $AgSO_4$  sebanyak 10,12 gram dalam 1000 mL  $H_2SO_4$ . Kemudian dilakukan pembuatan kurva kalibrasi dengan melarutkan 0,077214 gram Kalium Hidrogen Ftalat ( $HOCC_6H_4COOK$ , KHP) dalam 1000 mL akuades, larutan ini sebanding dengan 90,824 unit COD, selanjutnya dibuat larutan deret standar dengan konsentrasi 0, 5, 10, 25, dan 40 unit COD dengan mengambil secara kuantitatif larutan induk 90,824 unit COD masing-masing sebanyak 0, 9, 18, 45, dan 72 mL kemudian diencerkan dengan air suling menjadi 50 mL di dalam labu ukur 50 mL. Langkah selanjutnya larutan deret standar beserta sampel masing-masing sebanyak 2,5 mL dimasukkan ke dalam tabung yang berbeda, kemudian ditambahkan 1,5 mL larutan pencerna dan 3,5 mL larutan pereaksi asam sulfat lalu tabung ditutup dan dikocok perlahan sampai homogen, tabung diletakkan pada pemanas yang telah dipanaskan pada suhu  $150\text{ }^\circ\text{C}$ , dilakukan refluks selama 2 jam. Setelah deret standar dan sampel bersuhu ruang, diukur serapan atom masing-masing larutan pada panjang gelombang 420 nm dengan spektrofotometer sinar tampak. Kurva kalibrasi didapat dengan memplotkan absorbansi deret standar terhadap kadar COD, dari kurva kalibrasi tersebut didapatkan persamaan regresi yang akan digunakan untuk mencari kadar COD sampel, dengan memasukkan absorbansi sampel ke dalam persamaan regresi tersebut. Adapun perhitungan kadar COD, sebagai berikut:

$$y = m x + c$$

Keterangan:

y = Absorbansi sampel

x = Kadar COD sampel

- **Penentuan warna air**

Untuk penentuan tingkat kontaminasi dilakukan dengan perbandingan warna pada setiap sampel. Semua sampel larutan variasi seri selama 0 – 25 hari, dilakukan penentuan warna air menggunakan metode Pt-Co sesuai dengan SNI 6989.80-2011, dimana prinsip metode ini yaitu membandingkan warna dari contoh uji dengan warna larutan baku yaitu larutan platina kobal dengan pembacaan menggunakan spektrofotometer sinar tampak. Metode ini dilakukan dengan membuat larutan induk warna 500 unit Pt-Co, dengan melarutkan 1,246 gram kalium kloro platina,  $K_2PtCl_6$  yang ekuivalen dengan 500 mg logam platina dan 1,0 gram kobal klorida,  $CoCl_2 \cdot 6H_2O$  yang ekuivalen dengan 250 mg logam kobal serta 100 mL HCl pekat yang kemudian diencerkan hingga 1000 mL dengan air suling. Kemudian dibuat larutan baku dengan unit warna 0, 20, 50, 100, 200 dan 250 dengan

mengambil secara kuantitatif larutan induk 500 unit Pt-Co masing-masing sebanyak 0, 2, 5, 10, 20, dan 25 mL kemudian diencerkan dengan air suling menjadi 50 mL di dalam labu ukur 50mL. Untuk penentuan warna sampel air, yang pertama dilakukan adalah pembuatan kurva kalibrasi dengan cara mengukur serapan deret standar Pt-Co yang tadi telah dibuat pada panjang gelombang 456 nm dengan spektrofotometer sinar tampak. Dari kurva kalibrasi tersebut didapatkan persamaan regresi yang nantinya akan digunakan untuk mencari konsentrasi sampel, dengan memasukkan absorbansi sampel ke dalam persamaan regresi tersebut. Adapun perhitungan warna contoh uji, sebagai berikut:

$$y = m x + c$$

Keterangan:

y = Absorbansi sampel

x = konsentrasi sampel

- Penentuan TSS (*Total Suspended Solid*)

Penentuan Padatan Tersuspensi Total (*Total Suspended Solid, TSS*) secara gravimetri dilakukan sesuai dengan SNI 06-6989.3-2004, dimana sampel air yang akan diuji ditempatkan ke dalam gelas kimia. Sampel kemudian disaring menggunakan vakum ke dalam erlenmeyer dengan kertas saring diatasnya. Setelah itu, kertas saring dipindahkan ke dalam cawan dengan hati-hati namun sebelumnya pastikan kertas saring dan cawan telah diketahui bobotnya. Kemudian sampel dikeringkan dalam oven selama 1 jam pada suhu 103-105 °C, lalu didinginkan dalam desikator selama 15 menit kemudian ditimbang. Ulangi tahap pengeringan, pendinginan dan penimbangan hingga diperoleh berat konstan sampel atau sampai perubahan beratnya lebih kecil dari 4% atau 0,5 mg terhadap penimbangan sebelumnya. Adapun perhitungannya sebagai berikut:

$$TSS = \frac{A-B}{Volume\ Sampel} \times 1000$$

Keterangan :

A = Berat kertas saring berisi residu tersuspensi (g)

B = Berat Kertas saring kosong (g)

Untuk merubah konsentrasi TSS menjadi ppm maka digunakan rumus berikut:

$$TSS\ (mg/L) = \frac{(A-B)gram \times 1000\ mg/g}{Volume\ Sampel\ \frac{(Liter)}{1000}\ L/mL} \times 1000$$

Keterangan :

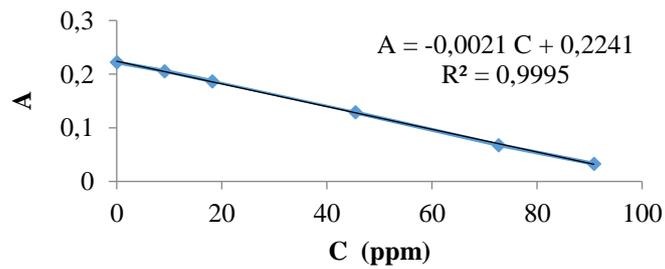
A = Berat kertas saring berisi residu tersuspensi (g)

B = Berat Kertas saring kosong (g)

## DISKUSI

- Penentuan Nilai *Chemical Oxygen Demand* (COD)

Pada penentuan nilai COD ini dilakukan dengan metode refluks tertutup secara spektrofotometri sesuai dengan SNI 6989.2:2009, data pertama yang didapat pada penentuan nilai COD ini adalah kurva kalibrasi deret standar yang dapat dilihat pada **Gambar I**.



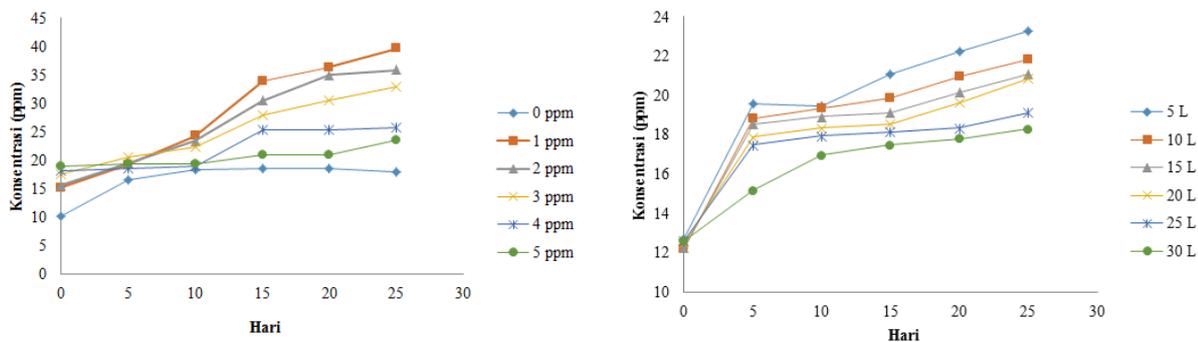
**Gambar I** Kurva Standar COD

Dari kurva kalibrasi di atas dapat dihitung kadar COD sampel berdasarkan persamaan linier yang didapat, adapun nilai COD seri A dan seri B dapat dilihat pada **Tabel I**, untuk memudahkan membandingkan nilai tiap sampel maka diplotkan menjadi grafik antara nilai COD dengan waktu simpan, yang dapat dilihat pada **Gambar II**.

**Tabel I** Nilai COD Seri A dan Seri B

hari ke-	0	5	10	15	20	25
0 ppm	10,315	16,662	18,393	18,509	18,509	18,047
1 ppm	15,277	19,201	24,279	33,916	36,397	39,629
2 ppm	15,623	19,574	23,414	30,511	34,955	35,878
3 ppm	17,585	20,586	22,317	27,857	30,569	32,877
4 ppm	18,220	18,682	19,028	25,376	25,376	25,664
5 ppm	19,028	19,374	19,374	20,990	20,990	23,471

Hari ke-	0	5	10	15	20	25
5 L	12,719	19,605	19,490	21,105	22,260	23,298
10 L	12,161	18,855	19,374	19,894	20,990	21,856
15 L	12,258	18,566	18,913	19,143	20,182	21,105
20 L	12,488	17,874	18,336	18,566	19,663	20,875
25 L	12,604	17,470	17,932	18,162	18,336	19,143
30 L	12,585	15,162	16,951	17,470	17,816	18,278



**Gambar II** Nilai COD Seri A dan seri B

Dari hasil pembacaan nilai COD di atas, dapat dilihat bagaimana pengaruh volume terhadap peningkatan nilai COD, dimana semakin tinggi volume air maka semakin rendah tingkat kenaikan nilai COD, berbanding terbalik jika volume air rendah maka kenaikan nilai COD akan semakin tinggi. Hal ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu adanya zat organik alami yang terkandung di dalam sampel air sumur yang digunakan, karena pada dasarnya air akan mengandung zat organik yang berasal dari hasil pembusukan tumbuhan dan hewan yang telah mati atau hasil buangan dari limbah domestik dan industri sehingga mempengaruhi nilai nutrisi di dalam air tersebut [6], kemudian ketika sampel dicampurkan dengan metilen biru maka zat organik alami tersebut akan membentuk senyawa kompleks dengan metilen biru yang menyebabkan nilai COD semakin tinggi seiring waktu pendiaman, serta adanya pengaruh dari penyimpanan sampel di ruang tertutup tanpa adanya sinar matahari, terhalangnya sinar matahari ini dapat menghambat proses fotosintesis sehingga

menyebabkan berkurangnya kadar oksigen terlarut [6], yang mengakibatkan bakteri aerob akan cepat mati karena suplai oksigen yang sedikit, berkurangnya bakteri aerob pada sampel air akan mengurangi tingkat perombakan zat-zat organik, karena fungsi kerja bakteri aerob ini adalah mengurai zat-zat organik atau endapan yang terkandung di dalam air. Semakin tinggi kadar zat organik di dalam sampel air maka akan meningkatkan nilai COD, dimana telah diketahui bahwa COD merupakan jumlah oksigen yang diperlukan untuk mengurai seluruh bahan organik yang terkandung dalam air [7].

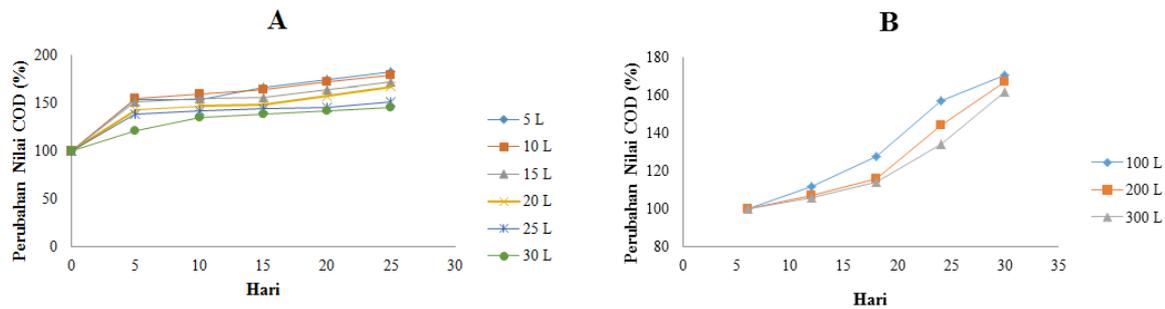
Tingkat kenaikan COD lebih rendah pada volume yang lebih besar juga dapat diakibatkan oleh kecenderungan laju penguapan air yang lambat dalam volume yang besar, yang mengakibatkan penekanan pertumbuhan senyawa organik dalam sejumlah air tersebut sehingga terjadi penekanan tingkat pencemaran air, yang dibuktikan dari kadar COD yang naik namun tidak setinggi sampel yang volumenya lebih kecil, maka hal ini juga berlaku bagi sampel air yang memiliki volume semakin besar lagi, hal ini menggambarkan secara ilmiah hadits mengenai minimal dua *qullah* air untuk thaharah tanpa aerasi, yaitu agar meminimalisir kemungkinan pencemaran air yang diakibatkan adanya najis yang jatuh atau tercampur ke dalam air yang ditampung dengan volume yang kecil.

Perbandingan konsentrasi zat terlarut pada sampel juga mempengaruhi nilai COD, semakin tinggi konsentrasi zat terlarut yang ada pada sampel air maka semakin tinggi peningkatan nilai COD, hal ini diakibatkan karena zat terlarut yang digunakan merupakan zat organik yang dapat menyebabkan kadar oksigen di dalam air berkurang karena digunakan oleh bakteri aerob untuk mengurai zat organik tersebut di dalam sampel, semakin tinggi kadar zat organik maka semakin banyak oksigen yang digunakan, serta terhalangnya sinar matahari menyebabkan suplai oksigen semakin berkurang [6]. Adapun selisih laju pencemaran air pada volume terkecil dan terbesar berdasarkan kenaikan nilai COD yaitu pada seri A sebesar 24,352 pada volume terkecil dan 4,443 pada volume terbesar, sedangkan pada seri B sebesar 10,579 pada volume terkecil dan 5,693 pada volume terbesar.

COD merupakan salah satu parameter air bersih, jika nilai COD tinggi maka kadar zat organik didalam sampel tersebut juga tinggi, dimana najis itu sebagian besar merupakan zat organik, maka semakin tinggi kadar COD maka semakin tinggi resiko air tersebut menjadi najis [2]. Sedangkan dilihat dari nilai COD yang didapat maka semua sampel ini tidak layak minum karena melebihi batas maksimum nilai COD yang di perbolehkan dalam Peraturan Pemerintah no 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air yaitu sebesar 10 mg/L untuk kelas I [8]. Ketidaklayakan minum ini dapat diartikan pula sebagai air tidak layak untuk thaharah karena air layak minum harus tidak berwarna, tidak berbau, dan tidak berasa, ketiga hal itu sama dengan air yang sah bila digunakan untuk thaharah, namun pada thaharah hal tersebut berlaku jika perubahan ketiga parameter tersebut disebabkan oleh najis [9].

➤ Perbandingan Nilai COD Seri B dengan Penelitian Sebelumnya

Untuk mengetahui integrasi hasil uji dengan hadits mengenai pembatasan air minimal dua *qullah* yang dapat digunakan untuk thaharah, dapat dilakukan dengan membandingkan hasil uji dengan penelitian sebelumnya, yaitu pada penelitian yang dilakukan oleh Purnamasari (2015) [5], karena pada penelitian tersebut digunakan sampel yang termasuk ke dalam dua *qullah* yaitu 100, 200 dan 300 Liter tanpa penambahan zat terlarut, sedangkan dilakukannya perbandingan dengan seri B karena konsentrasi yang digunakan pada seri B seragam yaitu 2 ppm maka dianggap dalam suasana yang sama. Kemudian data-data tersebut diplotkan menjadi grafik antara perubahan nilai COD (%) dengan waktu simpan, yang dapat dilihat pada **Gambar III**.

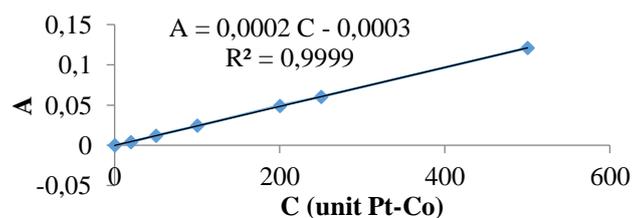


**Gambar III** Dinamika Nilai COD pada Larutan Seri B Selama 25 Hari (A) Dibandingkan dengan Hasil Penelitian Purnamasari (2015) (B)

Dari grafik di atas dapat dilihat bahwa terdapat pola yang sama antara penelitian yang dilakukan menggunakan sampel dengan volume yang mencapai dua *qullah* dengan sampel yang menggunakan skala laboratorium, yaitu pola perubahan nilai COD semakin rendah pada volume yang semakin besar. Hal ini diakibatkan karena kecenderungan laju penguapan air yang lambat dalam volume yang besar, yang mengakibatkan penekanan pertumbuhan senyawa organik dalam sejumlah air tersebut sehingga terjadi penekanan tingkat pencemaran air, yang dibuktikan dari kadar COD yang naik namun tidak setinggi sampel yang volumenya lebih kecil, maka hal ini juga berlaku bagi sampel air yang memiliki volume semakin besar lagi, hal ini menggambarkan secara ilmiah hadits mengenai minimal dua *qullah* air untuk thaharah tanpa aerasi, yaitu agar meminimalisir kemungkinan pencemaran air yang diakibatkan adanya najis yang jatuh atau tercampur ke dalam air yang ditampung dengan volume yang kecil.

- Penentuan Warna dengan Pt-Co

Penentuan warna sampel pada penelitian ini dilakukan menggunakan spektrofotometer sinar tampak dengan parameter Pt-Co sesuai dengan SNI 6989.80-2011. Data pertama yang didapat pada penentuan warna sampel ini adalah kurva kalibrasi deret standar yang dapat dilihat pada **Gambar IV**.



**Gambar IV** Kurva Kalibrasi Pt-Co

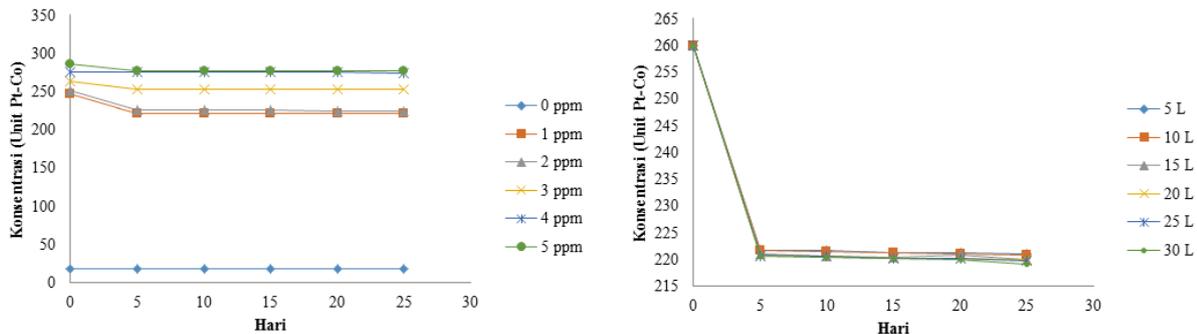
Dari kurva kalibrasi di atas dapat dihitung nilai Pt-Co sampel berdasarkan persamaan linier yang didapat, adapun nilai Pt-Co seri A dan seri B dapat dilihat pada **Tabel II**, untuk memudahkan membandingkan nilai Pt-Co tiap sampel maka nilai ini diplotkan menjadi grafik antara nilai Pt-Co dengan waktu simpan, yang dapat dilihat pada **Gambar V**.

**Tabel II Nilai Pt-Co Seri A dan seri B**

hari ke-	0	5	10	15	20	25
0 ppm	17,980	17,66	17,66	17,65	17,65	17,65
1 ppm	246,588	221,23	221,11	220,87	220,66	220,47
2 ppm	250,943	225,71	225,66	224,95	224,72	223,87
3 ppm	264,001	253,40	253,24	253,10	252,97	252,87
4 ppm	276,050	275,65	275,58	274,98	274,79	274,57
5 ppm	286,099	277,57	277,47	277,23	277,10	277,02

hari ke-	0	5	10	15	20	25
5 L	259,943	221,697	221,576	221,245	221,198	220,932
10 L	259,920	221,680	221,486	221,145	220,966	220,732
15 L	259,917	220,969	220,654	220,433	220,866	219,875
20 L	259,909	220,680	220,564	220,234	220,123	219,870
25 L	259,943	220,678	220,548	220,212	220,102	219,766
30 L	259,940	220,676	220,450	220,120	219,987	219,000



**Gambar V Nilai Pt-Co Seri A dan Seri B**

Dari data di atas dapat kita lihat bahwa setiap sampel mengalami penurunan warna yang ditandai dengan penurunan nilai Pt-Co, namun penurunan nilai Pt-Co ini cenderung sedikit yang mengakibatkan garis pada grafik terlihat sama, hal ini diakibatkan karena zat terlarut yang digunakan pada sampel yaitu metilen biru bersifat sukar mengurai. Pada penelitian ini digunakan metilen biru sebagai parameter uji yang bertujuan untuk menghasilkan perbandingan yang signifikan dari hasil uji setiap sampel, yang menyebabkan warna sampel air menjadi biru. Pengujian warna ini didasarkan untuk mengetahui tingkat pencemaran air dimana warna air biasanya disebabkan oleh senyawa organik yang ada secara alami yang mengakibatkan kekeruhan, misalnya senyawa organik yang berasal dari hasil pembusukan tumbuhan dan hewan yang telah mati atau hasil buangan dari limbah domestik dan industri [6], namun karena sampel yang digunakan pada penelitian ini berwarna biru maka hasil uji Pt-Co ini lebih cenderung menganalisis warna metilen biru pada sampel, maka dari itu dapat kita lihat bahwa nilai Pt-Co pada sampel menjadi menurun karena sifat metilen biru yang dapat mengurai.

Hasil penelitian pada perbandingan volume di atas dapat dilihat bahwa volume yang lebih besar maka penurunan nilai Pt-Co semakin tinggi sedangkan pada perbandingan konsentrasi, sampel yang memiliki konsentrasi yang lebih kecil menghasilkan penurunan nilai Pt-Co yang lebih tinggi, hal ini disebabkan sifat air yang dapat mengencerkan karena kadarnya yang tersebar tidak terfokus pada satu titik. Namun hasil uji nilai Pt-Co ini tidak dapat dihubungkan dengan hadits dua *qullah*, karena pengujian warna ini lebih mengidentifikasi zat metilen biru bukan warna alami sampel air. Pada dasarnya warna air disebabkan oleh adanya zat organik yang mengendap serta dari hasil dekomposisi oksigen yang membentuk hidrogen sulfida dan beberapa produk lainnya yang menimbulkan warna pada air, maka air yang didiamkan akan mengalami peningkatan warna yang disebabkan terbentuknya endapan senyawa organik.

Hal yang dapat diambil dari hasil penelitian ini, bahwa volume air yang lebih besar mengakibatkan nilai Pt-Co menurun lebih banyak hal ini berarti volume air yang besar lebih dapat menurunkan warna dari metilen biru, yang dapat menggambarkan hadits mengenai minimal dua *qullah* air untuk thaharah tanpa aerasi, yaitu bertujuan agar meminimalisir kemungkinan pencemaran air yang diakibatkan

adanya najis yang jatuh atau tercampur ke dalam air yang ditampung dengan volume yang kecil, sedangkan pada volume yang lebih besar akan terjadi faktor pengenceran sehingga meminimalisir air tersebut terkontaminasi oleh najis. Selisih laju pencemaran air pada volume terkecil dan terbesar berdasarkan penurunan nilai Pt-Co yaitu pada seri A sebesar 26,118 pada volume terkecil dan 27,077 pada volume terbesar, sedangkan pada seri B sebesar 39.011 pada volume terkecil dan 40,94 pada volume terbesar.

Dilihat dari nilai Pt-Co yang didapat pada seluruh sampel dapat dikatakan sampel air tersebut tidak layak minum dikarenakan melebihi batas maksimum yang tertera pada peraturan pemerintah no 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air yaitu sebesar 50 mg/L untuk kelas I [8], kecuali pada sampel A 1 karena tanpa penambahan metilen biru (0 ppm) yaitu sekitar 17 ppm. Ketidaklayakan minum ini dapat diartikan pula sebagai air tidak layak untuk thaharah karena air layak minum harus tidak berwarna, tidak berbau, dan tidak berasa, ketiga hal itu sama dengan air yang sah bila digunakan untuk thaharah, namun pada thaharah hal tersebut berlaku jika perubahan ketiga parameter tersebut disebabkan oleh najis [9].

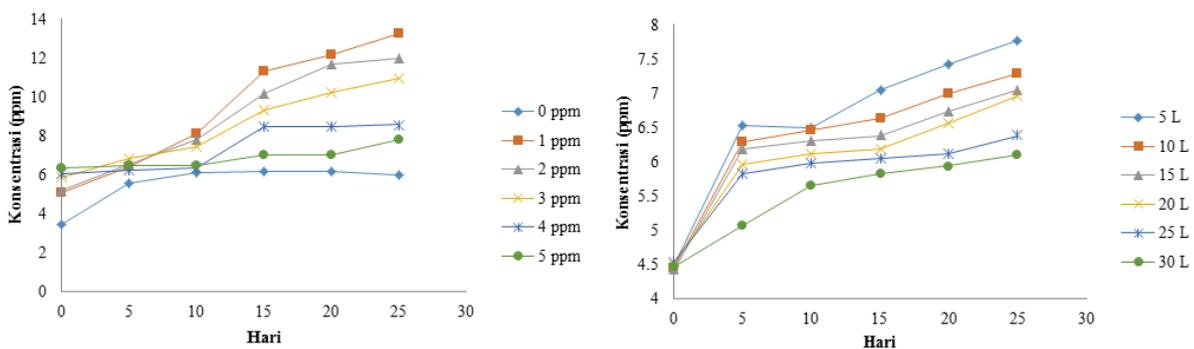
- Penentuan Nilai Total Padatan Tersuspensi

Penentuan nilai total padatan tersuspensi pada setiap sampel dilakukan dengan menggunakan metode secara gravimetri sesuai dengan SNI 06-6989.3-2004. Adapun nilai TSS seri A dan seri B dapat dilihat pada **Tabel III**, untuk memudahkan membandingkan nilai tiap sampel maka nilai ini diplotkan menjadi grafik antara nilai TSS dengan waktu simpan, yang dapat dilihat pada **Gambar VI**.

**Tabel III** Nilai TSS Seri A dan seri B

hari ke-	0	5	10	15	20	25
0 ppm	3,438	5,554	6,131	6,169	6,169	6,015
1 ppm	5,092	6,400	8,093	11,305	12,132	13,209
2 ppm	5,207	6,524	7,804	10,170	11,651	11,959
3 ppm	5,861	6,862	7,439	9,285	10,189	10,958
4 ppm	6,073	6,227	6,342	8,458	8,458	8,554
5 ppm	6,342	6,458	6,458	6,996	6,996	7,823

hari ke-	0	5	10	15	20	25
5 L	4,473	6,535	6,496	7,035	7,42	7,766
10 L	4,453	6,285	6,458	6,631	6,996	7,285
15 L	4,419	6,188	6,304	6,381	6,727	7,035
20 L	4,496	5,958	6,112	6,185	6,554	6,958
25 L	4,534	5,823	5,977	6,054	6,112	6,381
30 L	4,461	5,059	5,65	5,829	5,935	6,092



**Gambar VI** Nilai TSS Seri A dan Seri B

Dapat dilihat dari hasil di atas bahwa semakin lama sampel air didiamkan akan semakin tinggi nilai TSSnya, hal ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu adanya zat organik alami yang terkandung di dalam sampel air sumur yang digunakan, karena pada dasarnya air akan mengandung zat organik yang berasal dari hasil pembusukan tumbuhan dan hewan yang telah mati atau hasil buangan dari limbah domestik dan industri sehingga mempengaruhi nilai nutrisi di dalam air tersebut kemudian ketika sampel dicampurkan dengan metilen biru maka zat organik alami tersebut akan

membentuk senyawa kompleks dengan metilen biru yang kemudian mengendap sehingga meningkatkan nilai TSS seiring waktu pendiaman, serta adanya pengaruh dari penyimpanan sampel di ruang tertutup tanpa adanya sinar matahari, terhalangnya sinar matahari ini dapat menghambat proses fotosintesis sehingga menyebabkan berkurangnya kadar oksigen terlarut [6], yang mengakibatkan bakteri aerob akan cepat mati karena suplai oksigen yang sedikit, hal ini mengakibatkan bakteri anaerob mulai tumbuh. Bakteri anaerob akan mendekomposisi dan menggunakan oksigen yang disimpan dalam molekul-molekulnya yang sedang dihancurkan. Hasil kerja dari bakteri anaerob dapat membentuk hidrogen sulfida, yang merupakan gas yang sangat berbahaya dan berbau busuk serta beberapa produk lainnya yang kemudian akan mengendap menjadi padatan tersuspensi yang mengakibatkan nilai TSS meningkat pada air yang didiamkan tanpa aerasi.

Dari hasil pembacaan nilai TSS di atas, dapat dilihat bagaimana pengaruh volume terhadap peningkatan nilai TSS, dimana semakin tinggi volume air maka semakin rendah tingkat kenaikan nilai TSS, berbanding terbalik jika volume air rendah maka kenaikan nilai TSS akan semakin tinggi. Hal ini diakibatkan karena kecenderungan laju penguapan air yang lambat dalam volume yang besar, yang mengakibatkan penekanan pertumbuhan senyawa organik sehingga terjadi penekan tingkat pencemaran air, yang dibuktikan dari kadar TSS yang naik namun tidak setinggi sampel yang volumenya lebih kecil, maka hal ini juga berlaku bagi sampel air yang memiliki volume semakin besar lagi, hal ini di akibatkan karena zat organik dapat menyebabkan kadar oksigen di dalam air menjadi berkurang, hal ini disebabkan bakteri aerob membutuhkan oksigen untuk mengurai zat organik di dalam sampel air tersebut, semakin tinggi kadar zat organik maka semakin banyak oksigen yang digunakan, serta terhalangnya sinar matahari yang menyebabkan suplai oksigen menjadi semakin berkurang [6], sedangkan dengan penambahan zat terlarut yaitu metilen biru akan membentuk senyawa kompleks dengan zat organik alami yang terkandung di dalam sampel, yang menyebabkan semakin tingginya kadar zat organik sehingga meningkatnya tingkat pencemaran air yang ditandai dengan meningkatnya nilai TSS, hal tersebut menggambarkan secara ilmiah hadits mengenai minimal dua *qullah* air untuk thaharah tanpa aerasi, yaitu agar meminimalisir kemungkinan pencemaran air yang diakibatkan adanya najis yang jatuh atau tercampur ke dalam air yang ditampung dengan volume yang kecil.

Perbandingan konsentrasi zat terlarut pada sampel juga mempengaruhi nilai TSS, dimana semakin tinggi konsentrasi zat terlarut yang ada pada sampel air maka semakin tinggi peningkatan nilai TSS, hal ini diakibatkan karena TSS akan mengidentifikasi padatan tersuspensi yang ada pada sampel. Padatan tersuspensi akan menyebabkan kekeruhan pada air sehingga menghambat penetrasi cahaya ke dalam air dan mengakibatkan terganggunya proses fotosintesis sehingga menurunkan kadar oksigen pada air [6]. Adapun selisih laju pencemaran air pada volume terkecil dan terbesar berdasarkan kenaikan nilai TSS yaitu pada seri A sebesar 8,117 pada volume terkecil dan 1,481 pada volume terbesar, sedangkan pada seri B sebesar 3,293 pada volume terkecil dan 1,631 pada volume terbesar. TSS merupakan salah satu parameter air bersih, jika nilai TSS tinggi maka kadar zat organik didalam sampel tersebut juga tinggi, dimana najis itu sebagian besar merupakan zat organik maka semakin tinggi kadar TSS maka semakin tinggi resiko air tersebut menjadi najis [2].

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut: Observasi dan eksperimen mengenai fiqih air untuk thaharah berdasarkan dalil yang menetapkan minimal dua *qullah* dapat dilakukan dalam skala model laboratorium dengan mengacu pada makna hadits mengenai pembatasan air ini, yaitu adanya pengaruh volume terhadap laju pencemaran air. Pola perubahan

kebutuhan oksigen (COD) dan jumlah padatan tersuspensi semakin meningkat seiring berkurangnya volume sampel serta seiring bertambahnya kadar zat terlarut, namun untuk pola perubahan warna mengalami sedikit penurunan pada setiap variasi sampel seiring dengan waktu penyimpanan. Selisih laju pencemaran air pada volume terkecil dan terbesar dapat dilihat pada hasil pengujian, yang pertama berdasarkan kenaikan nilai COD yaitu pada seri A sebesar 24,352 pada volume terkecil dan 4,443 pada volume terbesar, sedangkan pada seri B sebesar 10,579 pada volume terkecil dan 5,693 pada volume terbesar. Yang kedua berdasarkan penurunan nilai Pt-Co yaitu pada seri A sebesar 26,118 pada volume terkecil dan 27,077 pada volume terbesar, sedangkan pada seri B sebesar 39.011 pada volume terkecil dan 40,94 pada volume terbesar. Yang ketiga berdasarkan kenaikan nilai TSS yaitu pada seri A sebesar 8,117 pada volume terkecil dan 1,481 pada volume terbesar, sedangkan pada seri B sebesar 3,293 pada volume terkecil dan 1,631 pada volume terbesar, dan keterkaitan antara volume sampel dengan perubahan kualitas air adalah semakin tinggi volume sampel maka akan menekan tingkat kenaikan nilai COD dan nilai padatan tersuspensi serta menurunkan nilai Pt-Co sedangkan kaitan antara jumlah zat terlarut dengan kualitas air adalah semakin tinggi jumlah zat terlarut akan meningkatkan nilai COD, nilai TSS serta nilai Pt-Co pada sampel air, hal ini menimbulkan kualitas air berkurang.

## SARAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, penulis memberikan saran / merekomendasikan sebagai berikut: Pengujian dilakukan pada sampel yang lebih bervariasi untuk mengetahui keterkaitan antara kandungan berbagai jenis air yang diperbolehkan untuk thaharah, serta analisis sampel lebih divariasikan dengan mengacu pada standar parameter kualitas air secara lengkap menurut lembaga-lembaga yang memiliki otoritas dalam memberikan syarat kualitas air serta dapat menunjang data penelitian.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Al Hafizh Ibnu Hajar Al 'Asqalani, *Kitab Bulughul Maram, Terjemahan Badru Salam (Bulughul Maram Min Adillatil Ahkam)*. Bogor: Pustaka Ulil Albab, 2003, hal. 8.
- [2] Dede Suhendar dan Yunita, "Laporan Akhir Penelitian," *Penyelidikan Air dan Debu Tanah untuk Taharah (Thaharah) dalam Perspektif Ilmu Kimia Berdasarkan Dinamika Kebutuhan Oksigen, Zat Organik Terlarut, dan Perubahan Warna Air, serta Fraksi Mineral-mineral terhadap Total Zat Organik dalam Debu Tanah*, 2016.
- [3] Muafa. (2016, september) Syarah Hadits Ketiga dan Keempat. [Online]. <http://irtaqi.net/2016/09/08/syarah-hadits-ketiga-dan-keempat/> diakses pada 22 Agustus 2018 jam 17.10 WIB
- [4] F. R. Spellman, *Handbook of Water and Wastewater Treatment Plant Operations*. Boca Raton: CRC Press, 2003.
- [5] Wulan Purnamasari, "Studi Pendahuluan Air Wudhu Berdasarkan Dinamika Sifat fisika, Kimia dan Biologi Air dalam Volume dan Lamanya Penyimpanan," Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Bandung, Skripsi 2015.
- [6] Hefni Effendi, *Telaah Kualitas Air bagi Pengelolaan Sumber Daya dan Lingkungan Perairan. Cetakan Kelima*. Yogyakarta: Kanisius, 2003.
- [7] W.A Wardhana, *Dampak Pencemaran Lingkungan*. Yogyakarta: Andi , 2004.

- [8] Kementerian Negara Lingkungan Hidup, "Peraturan Pemerintah no 85 tahun 1999,".
- [9] Al-Baihaqi , Abi Bakar Ahmad, Ibn A-Husain, and Ibn 'Ali, *As-Sunan Kubro*. Beirut: Dar Al-Kutub Al-Ilmiyah, 2003.

## STUDI KADAR TIMBAL DALAM DARAH *HIJAMAH* (BEKAM) DENGAN SPEKTROFOTOMETER SERAPAN ATOM (SSA)

Naurah Nazhifah<sup>a</sup>, Dede Suhendar<sup>a</sup>, Vina Amalia<sup>a</sup>

a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia  
e-mail: naurahn51@gmail.com

### ABSTRAK

Salah satu residu yang hadir dalam penggunaan pupuk atau pestisida adalah logam berat seperti timbal (Pb). Akumulasi timbal dapat berbahaya bagi tubuh manusia. Petani yang sering berinteraksi dengan pestisida berpotensi terpapar oleh logam timbal. Tujuan dari penelitian ini untuk menganalisis kadar timbal dalam darah normal dan darah *hijamah* pada petani yang dibandingkan dengan orang yang berprofesi bukan petani, serta untuk mengetahui efektivitas terapi *hijamah* untuk mengurangi kadar timbal dalam darah. Metode analisis menggunakan Spektrofotometri Serapan Atom (SSA). Berdasarkan hasil yang diperoleh terdapat 2 sampel darah normal yang positif mengandung timbal yaitu masing-masing 1,5821 mg/L dan 3,9193 mg/L. Sedangkan sampel darah normal lain tidak mengandung timbal. Seluruh darah *hijamah* tidak mengandung logam timbal. Sehingga dapat disimpulkan terdapat petani yang terpapar logam timbal dan terapi *hijamah* tidak efektif untuk mengekskresikan logam timbal berdasarkan hasil analisis menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

**Kata kunci:** timbal, darah, *hijamah*, petani, SSA.

### PENDAHULUAN

Timbal merupakan salah satu jenis logam berat yang jumlahnya cukup melimpah di Bumi. Logam ini tersebar di tanah, air, maupun udara sebagai salah satu unsur yang hadir secara alami [1]. Jika jumlah timbal yang tersebar melewati ambang batas yang ditentukan, maka hal ini dapat memicu kerusakan lingkungan dan berpotensi untuk menimbulkan kesehatan bagi manusia. Peningkatan jumlah timbal ini dipicu dengan penggunaannya yang berlebih. Biasanya logam timbal digunakan pada beberapa industri sebagai campuran bahan baku, seperti pada pembuatan cat, baterai, dan pipa. Selain berperan sebagai bahan utama dan bahan pencampur, timbal juga dapat ditemukan sebagai residu. Salah satu contoh produk yang mengandung timbal sebagai residu adalah pestisida. Konsentrasi timbal dalam pestisida dapat mencapai 37,3325 ppm. Menurut Kartini, ada beberapa jenis pestisida yang mengandung logam timbal seperti Antracol 70 WP 12,48 mg/kg dan Dithane M 45 80 WP 19,38 mg/kg [2].

Jika pestisida dilakukan secara terus menerus, hal ini akan memicu potensi para petani terpapar logam timbal. Akumulasi logam timbal dalam tubuh manusia dapat terjadi pada darah, jaringan lunak (hati, ginjal, dan otak), maupun jaringan keras (tulang dan gigi) [3]. Kadar timbal dalam tubuh yang berada di atas ambang batas dapat mengakibatkan gangguan kesehatan. Berdasarkan keterangan CDC (*Center Disease of Control*) menjelaskan bahwa ambang batas logam timbal dalam darah adalah 10 ppm. Jika konsentrasi timbal melebihi 10 ppm dapat menimbulkan penyakit seperti anemia akibat penghambatan sintesis hemoglobin, hilang ingatan, sakit kepala, ataksia selebral, dan *muscular*

*tremor* [3]. Orang yang telah terpapar timbal dapat diobati dengan pemberian agen pengkelat. Menurut Walter, pemberian agen pengkelat mampu menurunkan kadar timbal pada anak-anak dari 20-40  $\mu\text{g.dL}^{-1}$  menjadi 4,5  $\mu\text{g.dL}^{-1}$  [4]. Meskipun metode ini efektif, namun sangat rentan karena pemberian obat kimia dapat menimbulkan efek samping yang lain seperti munculnya penyakit gastritis, hipertensi, dan diabetes steroid [4].

Oleh karena itu dibutuhkan adanya pengobatan yang mampu menurunkan kadar timbal dalam tubuh tanpa menimbulkan penyakit lain. Salah satu jenis terapi yang berkembang di beberapa negara saat ini adalah melalui *cupping* atau dikenal dengan *hijamah* (bekam). *Hijamah* merupakan terapi yang dilakukan oleh Rasulullah dan sangat dianjurkan sebagai salah satu metode pengobatan suatu penyakit. Pengobatan ini didasarkan pada mengekskresikan zat atau substansi yang sudah tidak dibutuhkan oleh tubuh sehingga menurunkan potensi bahaya dari penumpukan zat tersebut. Bekam dengan metode basah diperkenalkan sebagai teori Taibah yang secara ilmiah didasarkan pada filtrasi renal glomerular. Filtrasi ini berlangsung akibat adanya tekanan yang diberikan pada permukaan kulit yang telah diberi goresan. Permukaan kulit dan kapiler akan mengekskresikan darah yang banyak mengandung senyawa penyebab gangguan kesehatan seperti patogen. Patogen tersebut meliputi autoantibodi, mediator penyebab radang, zat beracun, faktor reumatoid dan malondialdehid [5].

Pada penelitian ini, kadar timbal dalam darah *hijamah* yang diperoleh dibandingkan dengan kadar timbal yang terkandung dalam darah normal. Sehingga dapat diketahui efektifitas dari *hijamah* dalam mengobati dan menurunkan kadar timbal dalam tubuh. Analisis logam berat ini dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA).

## BAHAN DAN METODE

### *Alat*

Alat-alat yang akan digunakan meliputi labu ukur 100 mL, labu ukur 50 mL, pipet volum 10 mL, pipet ukur 2,5 mL, botol timbang, lemari asam, batang pengaduk, corong pendek, spatula, botol semprot, neraca analitik, *Microwave Acid Digestion Apparatus*, pipet tetes, *Blood Containers*.

### *Bahan*

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah darah *hijamah*, darah normal,  $\text{HNO}_3$  65% (p.a., Merck<sup>®</sup>),  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (p.a, Merck<sup>®</sup>), akua dm,  $\text{H}_2\text{O}_2$  30% (p.a., Merck<sup>®</sup>), Na-EDTA 10% (teknis).

### *Prosedur Penelitian*

#### **Sampling dara**

Pengambilan darah dilakukan pada 8 orang dengan rentang usia 40-60 tahun yang terdiri dari 4 orang yang berprofesi sebagai petani dan 4 orang yang berprofesi bukan petani. Tahap pertama dilakukan pengambilan sampel darah normal menggunakan spuit 5 cc. Kemudian dilakukan pengambilan darah *hijamah* dengan *mahjama*.

#### **Preparasi sampel**

Sampel darah normal dan darah *hijamah* yang telah diambil kemudian dimasukkan ke dalam tabung *blood vacuntainer* yang telah berisi garam EDTA. Selanjutnya sampel didestruksi dengan menggunakan *Microwave Digestion Apparatus* setelah penambahan 8 mL  $\text{HNO}_3$  pekat dan 2 mL  $\text{H}_2\text{O}_2$  30%.

## Validasi Metode

Validasi metode yang dilakukan pada penelitian ini meliputi kurva kalibrasi, akurasi, presisi, LoD (*Limit of Detection*), LoQ (*Limit of Quantitations*). Kurva kalibrasi dibuat dengan menggunakan larutan deret standar 0-6 ppm. Akurasi diperoleh dari analisis konsentrasi sampel dan sampel yang telah ditambahkan larutan standar 3 ppm. Presisi diperoleh dari pengukuran larutan standar 2 ppm sebanyak 6 kali. Sedangkan LoD dan LoQ diperoleh dari pengukuran blanko sebanyak 6 kali.

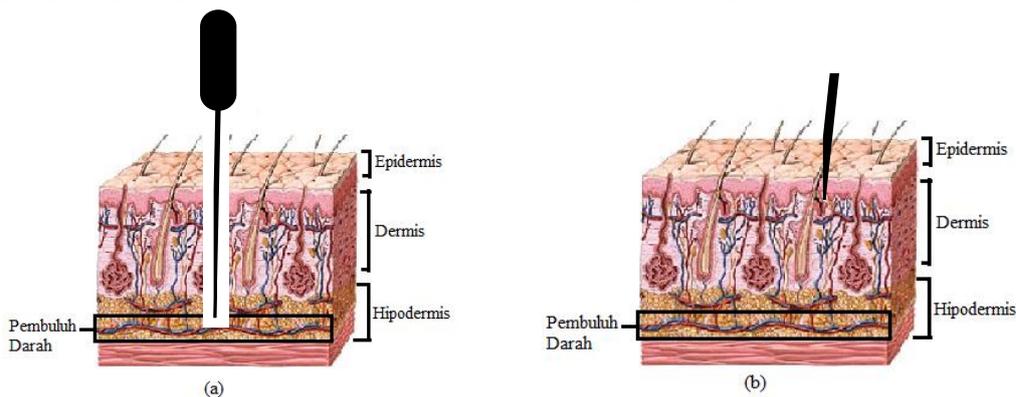
## Analisis Timbal dalam Darah

Pengukuran konsentrasi timbal dalam darah normal dilakukan dengan menggunakan metode adisi. Metode adisi didasarkan pada pengukuran konsentrasi sampel dan konsentrasi sampel yang telah ditambahkan larutan standar. Sampel yang diperoleh dari hasil destruksi sebanyak 10 mL. Larutan tersebut diambil sebanyak 5 mL dan diencerkan kedalam labu ukur 10 mL, disamping itu diambil kembali larutan 5 mL dari sampel hasil destruksi. Larutan kedua ini kemudian ditambahkan dengan larutan standar 10 ppm sebanyak 3 mL, yang kemudian larutan tersebut diencerkan ke dalam labu ukur 10 mL. Kedua larutan sampel yang telah diencerkan tersebut kemudian dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) pada panjang gelombang 241,6 nm.

## DISKUSI

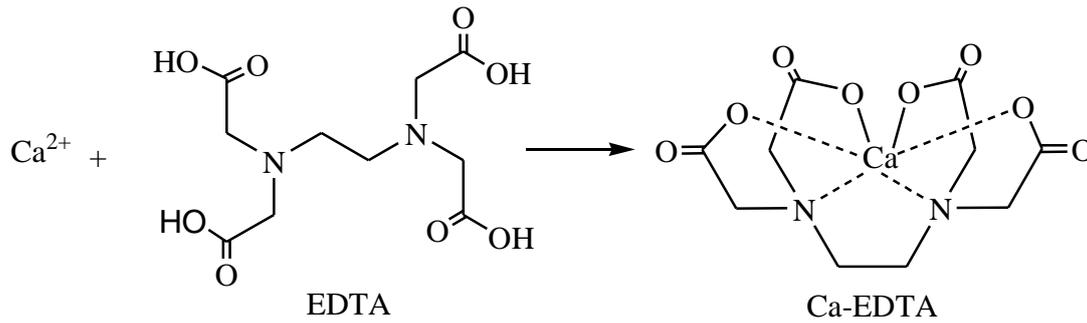
### Pengambilan sampel

Pengambilan sampel darah dilakukan dengan dua metode yang berbeda yaitu flebetomi menggunakan spuit dan *hijamah* dengan alat *mahjama*. Flebetomi didasarkan pada pengambilan darah yang ada didalam pembuluh darah sehingga spuit dimasukkan ke dalam kulit melewati jaringan epidermis dan dermis hingga mencapai pembuluh darah seperti yang ditunjukkan pada **Gambar 1 (a)**. Darah yang diambil dengan metode ini disebut darah normal. Sedangkan, pada proses *hijamah* darah yang diambil merupakan darah yang telah mengalami kerusakan (terhemolisis) dan bercampur dengan substansi-substansi yang sudah tidak dibutuhkan oleh tubuh, cairan tersebut berkumpul dipermukaan kulit tepatnya pada bagian epidermis [6]. Sehingga jarum yang digunakan atau *mahjama* akan masuk sampai jaringan epidermis saja. Proses *hijamah* ditunjukkan pada **Gambar 1 (b)**.



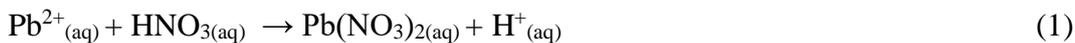
**Gambar 1.**  
Pengambilan  
Darah (a)  
Flebetomi (b)  
*Hijamah*

*Preparasi sampel.* Proses preparasi sampel diawali dengan pencegahan koagulasi di dalam darah melalui penambahan garam EDTA. EDTA berfungsi sebagai penghambat aktivasi prototrombin oleh ion kalsium ( $\text{Ca}^{2+}$ ) membentuk trombin melalui pembentukan senyawa Ca-EDTA. Reaksi antara ion kalsium dalam darah dengan agen pengkelat EDTA ditunjukkan oleh **Gambar 2**.



**Gambar IV. 2.** Reaksi Pembentukan Ca-EDTA

Setelah dilakukan pengawetan melalui agen pengkelat, tahap selanjutnya adalah destruksi. Destruksi berfungsi untuk memecah atau merobak senyawa-senyawa menjadi bentuk yang lebih sederhana dan dapat terukur. Larutan yang digunakan untuk proses destruksi adalah asam nitrat pekat ( $\text{HNO}_3$ ) dan hidrogen peroksida ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ). Keduanya berfungsi untuk mengoksidasi senyawa organik. Asam nitrat juga berfungsi untuk melarutkan logam timbal yang ada di dalamnya. Reaksi pelarutan timbal ditunjukkan pada persamaan 1.



Sampel darah yang didestruksi akan membentuk larutan bening kekuningan. Larutan tersebut merupakan larutan yang siap untuk di analisis dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA). Namun sebelum menganalisis, dilakukan validasi metode terlebih dahulu yang meliputi kurva kalibrasi, akurasi, presisi, LoD, dan LoQ. Jika seluruh parameter ini memenuhi batas keberterimaan maka hasil analisis dapat diterima.

### Validasi Metode

Validasi metode dilakukan sebagai parameter terhadap suatu percobaan yang memenuhi syarat atau tidak. Validasi yang dilakukan meliputi kurva kalibrasi, akurasi, presisi, LoD, dan LoQ. Kurva kalibrasi menunjukkan hubungan antara respon instrumen yaitu nilai absorbansi dengan konsentrasi timbal dalam larutan. Nilai kurva kalibrasi diperoleh dari pengukuran larutan deret standar 0-6 ppm, yang berupa nilai persamaan regresi. Akurasi merupakan parameter untuk menunjukkan kedekatan hasil analisis dengan nilai sebenarnya. Nilai akurasi terukur dalam bentuk % *Recovery*. Presisi menunjukkan nilai kedekatan dari hasil pengukuran yang berulang-ulang, dinyatakan dalam %RSD (*Relative Standard Deviation*). Seluruh parameter tersebut kemudian dibandingkan dengan batas keberterimaan seperti yang ditunjukkan pada **Tabel 1**. Berdasarkan hasil yang diperoleh, diketahui bahwa seluruh parameter validasi metode dapat diterima. Sedangkan, LoD merupakan batas terkecil yang dapat direspon oleh alat dan LoQ adalah batas minimum respon yang terkuantisasi. Kedua nilai yang diperoleh berturut-turut 0,1984 ppm dan 0,0003 ppm.

**Tabel 1.** Hasil Pengukuran Validasi Metode

No	Parameter	Hasil Analisis	Batas Keberterimaan	Keterangan
1	Kurva kalibrasi	Abs = 0,0404 conc + 0,0048 R = 0,9979	R = 0,9970	<b>Diterima</b>
2	Akurasi	%Recovery = 107,3300%	%Recovery = 80-110 %	<b>Diterima</b>
3	Presisi	% RSD = 0,01%	% RSD < 2%	<b>Diterima</b>

### Analisis Timbal dalam Darah

Analisis logam timbal dalam darah dilakukan dengan menggunakan metode adisi standar. Metode ini baik digunakan untuk sampel yang sedikit mengandung logam di dalamnya. Adisi standar didasarkan pada pengukuran dua larutan, dimana salah satu larutan tersebut ditambahkan larutan standar yang sudah diketahui konsentrasinya. Hasil analisis diperoleh konsentrasi timbal dalam darah normal dan darah *hijamah* terdapat pada **Tabel 2**.

**Tabel 2.** Konsentrasi Timbal dalam Darah Normal

No	Kode Darah	Pb dalam Darah Normal (ppm)	Kode Darah	Pb dalam Darah Hijamah (ppm)
1	DNPL 1	-0,0106	DHPL 1	-0,1243
2	<b>DNPL 2</b>	<b>1,5821</b>	DHPL 2	-0,1411
3	DNPP 1	-0,299	DHPP 1	-0,1543
4	<b>DNPP 2</b>	<b>3,9193</b>	DHPP 2	-0,1727
5	DNBPL 1	-0,0288	DHBPL 1	-0,3048
6	DNBPL 2	-0,0567	DHBPL 2	-0,1789
7	DNBPP 1	-1,6106	DHBPL 1	-0,1652
8	DNBPP 2	-0,1118	DHBPL 2	-0,1351

Berdasarkan konsentrasi timbal yang diperoleh diketahui bahwa dari 8 sampel darah normal yang dianalisis, hanya 2 sampel yang positif mengandung timbal yaitu sampel DNPL 2 (Darah Normal Petani Laki-laki) dan DNPP 2 (Darah Normal Petani Perempuan). Namun, kadar timbal tersebut masih berada dibawah ambang batas yang telah ditentukan oleh CDC (*Center Disease of Control*) yaitu sebesar 10 ppm. Kedua sampel yang mengandung timbal merupakan sampel yang berprofesi sebagai petani. Potensi cemaran timbal bagi para petani dapat berasal dari pestisida atau pupuk yang digunakan. Insektisida jenis karbofuran yang sering digunakan para petani dianalisis dan diketahui mengandung timbal sebesar 37,3325 ppm. Menurut Haryati mengandung logam timbal seperti Antracol 70 WP 12,48 mg/kg dan Dithane M 45 80 WP 19,38 mg/kg [2]. Sedangkan menurut Karyadi, menjelaskan bahwa pada kadar timbal dalam pestisida yang berkisar dari 0,87-19,37 mg/kg dapat menyumbang penambahan akumulasi hingga 2991,26 mg/Ha setiap satu musim [7]. Semakin sering petani berinteraksi dengan pestisida yang mengandung timbal, maka potensi akumulasi timbal semakin besar. Mekanisme masuknya timbal ke dalam tubuh dapat melalui proses inhalasi dan ingesti, timbal yang masuk kemudian terakumulasi ke dalam jaringan lunak (otak, ginjal, dan hati) atau jaringan keras (gigi dan tulang).

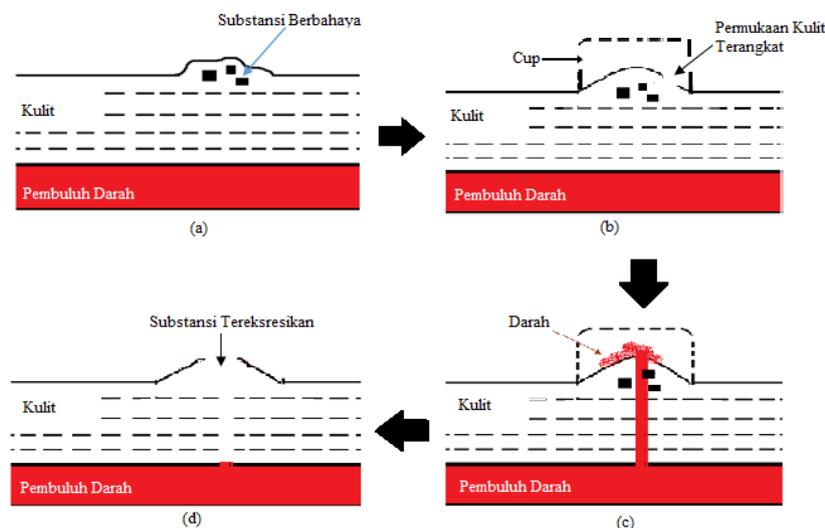
Jika dibandingkan, sampel darah normal mengandung timbal tidak seperti sampel darah *hijamah* yang tidak mengandung timbal. Keberadaan timbal dalam darah normal dipengaruhi karena mekanisme dari flebotomi itu sendiri. Darah yang diambil dengan proses flebotomi meskipun dilakukan dengan

waktu yang singkat namun pengambilan darah langsung dilakukan pada pembuluh darah. Hal ini berbeda dengan proses hijamah.

Mekanisme darah hijamah dimulai dengan pemberian tekanan negatif oleh alat mahjama (cup) sehingga permukaan kulit membengkak. Tekanan yang diberikan di permukaan kulit menyebabkan komponen-komponen yang ada di dalam cairan interstisial berkumpul, dan komponen yang ada dalam pembuluh darah arteri berdifusi sedangkan filtrasi pada pembuluh darah vena menurun. Komponen yang berasal dari difusi tersebut ikut berkumpul dengan komponen dari cairan interstisial di bagian epidermis kulit. Komponen tersebut meliputi substansi penyebab penyakit, darah yang terhemolisis, sel-sel yang telah rusak, dan komponen lain seperti timbal [5].

Tahap kedua yaitu penusukan pada permukaan kulit yang membengkak yang berfungsi untuk mengeluarkan substansi yang berkumpul di epidermis kulit. Penusukan ini berlangsung pada kedalaman 0,1 mm, tepatnya di bagian dermis. Kedalaman tersebut tidak akan merusak jaringan dermis sehingga dapat mengurangi rasa sakit. Selain itu, tahap kedua ini tidak akan merusak dinding pembuluh darah atau endothelium, karena itu proses tersebut tidak menyebabkan pendarahan yang berasal dari darah normal. Darah yang keluar hanya darah yang terhemolisis, artinya darah tersebut sudah rusak [5].

Tahap ketiga yaitu penyedotan atau pemberian tekanan negatif kembali oleh mahjama. Proses ini bertujuan untuk memaksimalkan proses keluarnya substansi yang sudah tidak dibutuhkan oleh tubuh. Tahap terakhir adalah pengambilan produk ekskresi hijamah, dan sterilisasi kulit menggunakan larutan alkohol antiseptik. Mekanisme hijamah ditunjukkan pada **Gambar. 3**.



**Gambar 3.** Mekanisme *hijamah* (a) Adanya substansi berbahaya dalam tubuh (b) Proses *cupping* pertama (c) Permukaan kulit ditusuk dengan jarum (*Puncturing*) kemudian dilakukan *cupping* kedua, sehingga darah bersama substansi lainnya tereksresikan (d) Substansi tereksresikan.

Berdasarkan mekanisme hijamah, diketahui bahwa komponen yang ada di dalam darah hijamah merupakan komponen yang berhasil terkumpulkan dari cairan interstisial dan komponen yang berhasil berdifusi dari pembuluh darah. Jika konsentrasi timbal dalam darah rendah maka akan sedikit bahkan tidak ada timbal yang berhasil terdifusi. Seperti yang diketahui, konsentrasi timbal dalam darah normal masing-masing sampel sangat kecil sehingga hijamah tidak berhasil mengeksresikan timbal tersebut.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

1. Berdasarkan hasil penelitian diketahui bahwa darah bekam tidak mengandung logam timbal. Sedangkan pada darah normal sampel petani laki-laki 2 (DNPL 2) dan sampel petani perempuan 2 (DNPP 2) positif mengandung timbal dengan konsentrasi masing-masing sebesar 1,5821 mg/L dan 3,9193 mg/L dan sampel yang lain tidak mengandung logam timbal,
2. Tidak terdapat perbedaan kadar logam timbal dalam darah bekam antara petani dan bukan petani. Namun, terdapat perbedaan kadar darah normal petani dan bukan petani. Kadar logam timbal pada petani lebih besar dibandingkan darah normal, dan
3. Berdasarkan hasil penelitian dengan menggunakan Spektrofotometer Serapan Atom (SSA) diketahui bahwa hijamah (bekam) tidak dapat digunakan sebagai metode untuk mengurangi kadar logam timbal dalam darah.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] E. Kartini, "Kadar Plumbum (Pb) dalam Umbi Bawang Merah di Kecamatan Kersana Kabupaten Brebes," *Jurnal Viskes*, vol. 10, no. 1, 201.
- [2] S. E. Manahan, *Toxicological Chemistry and Biochemistry*, Florida, United States : Lewis Publisher , 2003.
- [3] W. J. Rogan dan K. N. Dietrich, "The Effect of Chelation Therapy With Succimer On Neuropsychological Development In Children Exposed To Lead," *The New England Journal of Medicine* , vol. 344, no. 19, 2001.
- [4] E. Sayed SM, M. HS dan N. MMH, "Medical and Scientific Bases of Wet Cupping Therapy (Al-Hijamah) : in Light of Modern Medicine and Prophetic Medicine," *Alternative and Integrative Medicine* , vol. 2, no. 5, p. 1, 2013.
- [5] H. Baghdadi, N. Abdel-Aziz , N. Ahmed , H. S. Mahmoud, A. Barghash, A. Nasrat, M. M. HelmyNabo dan S. M. El Sayed , "Ameliorating Role Exerted by Al-Hijamah in Autoimmune Diseases: Effect on Serum Autoantibodies and Inflammatory Mediators," dalam *International Journal of Health Sciences* , Saudi Arabia , 2015.
- [6] K. Karyadi , S. Syarifudin dan D. Soterisnanto, "Akumulasi Logam berat Timbal (Pb) Sebagai Residu Pestisida pada Lahan Pertanian," *Jurnal Ilmu Lingkungan* , vol. 9, no. 1, pp. 1-9, 2011.
- [7] D. Harvey, *Modern Analytical Chemistry*, Singapore : McGraw-Hill Companies , 2000.

## **PEMANFAATAN ABU GOSOK, KALENG ALUMINIUM, DAN KALENG TIMAH SEBAGAI BAHAN UTAMA SINTESIS FAUJASIT YANG MENGANDUNG BESI**

**Tiana Dewi<sup>a</sup>, Dede Suhendar<sup>a</sup>, Eko Prabowo Hadisantoso<sup>a</sup>**

*a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia  
e-mail: tianadewi225@yahoo.co.id*

### **ABSTRAK**

Pada penelitian ini dilakukan sintesis zeolit tipe FAU yang diimpregnasi dengan logam besi. Logam besi berasal dari bekas kaleng susu yang mengandung 79,7% besi dan sangat berpotensi untuk diimpregnasi ke dalam rongga zeolit. Sintesis zeolit tipe FAU menggunakan bahan utama abu gosok, kaleng aluminium, akua demineral, dan NaOH dengan waktu aging 18 jam dan inkubasi 30 jam pada suhu 90 °C. Kristalinitas zeolit tipe FAU hasil sintesis dikarakterisasi dengan XRD, komposisi kimia zeolit dikarakterisasi dengan XRF dan morfologi zeolit dikarakterisasi dengan SEM. Morfologi zeolit tipe FAU hasil karakterisasi dengan SEM menampilkan bentuk kubus yang bertumpuk dan terdapat masih banyaknya rongga-rongga pada struktur zeolit. Hasil karakterisasi XRF menunjukkan kandungan logam besi dalam zeolit tipe FAU sebesar 9,01%. Setelah terbentuk lalu diaktivasi dengan HCl 3 M dan diimpregnasi oleh logam besi dengan variasi konsentrasi 143,771 ppm, 314,813 ppm, 412,695 ppm, dan 606,755 ppm. Hasil karakterisasi zeolit tipe FAU yang telah diimpregnasi oleh logam besi menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi logam besi yang diimpregnasi maka semakin besar juga kandungan logam besi yang terdapat di dalam rongga zeolit.

**Kata kunci:** zeolit tipe FAU, impregnasi, logam besi, bekas kaleng susu

### **PENDAHULUAN**

Pertumbuhan manusia semakin meningkat setiap tahunnya dan semakin banyak kebutuhan yang harus terpenuhi sehingga menyebabkan kegiatan industri semakin meningkat. Permasalahan yang timbul karena limbah yang dihasilkan dari kegiatan industri mengganggu kehidupan manusia, makhluk hidup lain, dan lingkungan sekitar. Limbah industri apabila dibuang secara langsung ke lingkungan tanpa adanya pengolahan terlebih dahulu akan memerlukan tempat yang luas untuk menampungnya dan menimbulkan pencemaran lingkungan. Limbah industri mengandung berbagai macam senyawa kimia berbahaya yang dapat menyebabkan perubahan secara kimia, fisika, dan biologis pada lingkungan. Pencemaran lingkungan juga ditimbulkan dari kegiatan manusia sehari-hari atau limbah yang berasal dari kegiatan rumah tangga [1].

Salah satu kegiatan industri yang menghasilkan limbah ialah industri keramik tradisional seperti keramik lantai, genting, dan bata merah yang setiap hari dilakukan proses pembakaran keramik konvensional menggunakan sekam padi sebagai bahan pembakarnya. Limbah dari proses pembakaran ini berupa abu gosok dalam jumlah besar, abu sisa pembakaran produk tersebut biasanya digunakan lagi sebagai abu gosok untuk mencuci wadah-wadah rumah tangga (piring, gelas, dan lain-lain). Saat ini abu gosok tidak terlalu dimanfaatkan dan tidak memiliki nilai jual sehingga abu gosok menjadi sampah yang menumpuk karena sudah tergantikan dengan sabun-sabun khusus untuk

mencuci wadah-wadah rumah tangga. Pembakaran sekam padi di udara terbuka menghasilkan kandungan silika sebesar 87-97%, namun proses pembakaran ini menimbulkan permasalahan lingkungan seperti polusi udara dan polusi air. Sehingga pemanfaatan abu gosok sebagai sumber silika secara langsung untuk sintesis zeolit memiliki beberapa kelebihan, di antaranya tanpa konsumsi energi pembakaran, kadar silika yang cukup tinggi, dan dapat mengurangi beban penumpukan limbah ini di sentra-sentra pengrajin keramik tradisional [2].

Abu gosok dapat digunakan sebagai sumber bahan utama dalam pembuatan zeolit karena harganya yang murah, selektivitasnya rendah, dan aktivitas yang tinggi [3]. Zeolit memiliki berbagai macam sifat diantaranya aplikasi dehidrasi adsorben, penukar ion, dan katalis [4]. Berdasarkan hasil penelitian Yuliana (2015) abu hasil pembuatan keramik tradisional yaitu abu gosok yang mengandung Si dan Al sebanyak 90,64% baik dalam fasa amorf maupun kristalin. Kadar Al sebesar 19,01% dan kadar Si sebesar 64,00%. Cara mengatasi permasalahan penelitian yang telah dilakukan oleh Yuliana maka terdapat solusi yang digunakan untuk mengatasi permasalahan tersebut [5].

Kelebihan dari penggunaan abu gosok adalah terkonsentrasinya kandungan aluminium sehingga dapat mengurangi penggunaan sumber aluminiumnya yang digunakan. Kekurangan sumber aluminium ini dapat segera digantikan dengan menggunakan sumber aluminium dari kaleng bekas kemasan minuman berkarbonasi. Penggunaan kedua bahan tersebut sebagai sumber silikon dan aluminium yang berasal dari bahan limbah ini dapat meningkatkan efisiensi sintesis zeolit dan sekaligus meminimalkan jumlah limbah keduanya.

Hasil penelitian sebelumnya oleh Gunawan (2015) menunjukkan bahwa zeolit tipe FAU dapat disintesis dengan menggunakan abu gosok sebagai sumber silika dan bekas kaleng minuman sebagai sumber alumina [6]. Adapun zeolit tipe FAU yang diperoleh dari sintesis dengan menggunakan kedua sumber ini masih dapat dimodifikasi yang dapat menghasilkan sifat-sifat baru, seperti impregnasinya dengan logam-logam lain yang sumbernya masih tetap dari bahan limbah. Jenis limbah yang mengandung logam-logam adalah kaleng-kaleng kemasan makanan atau produk pangan lainnya, salah satunya bekas kaleng susu. Kemudian zeolit ini diimpregnasi dengan logam besi yang berasal dari bekas kaleng susu sehingga menghasilkan zeolit yang mengandung besi. Proses impregnasi ini dapat meningkatkan selektivitas dari zeolit tipe FAU dan aktivitas katalitik. Kaleng jenis lain yang mengandung bahan utama besi yang dilapisi oleh timah dapat pula digunakan sumber heteroatom.

Digunakannya bekas kaleng susu dan kaleng berkarbonasi karena masih jarang pemanfaatan kembali menjadi barang yang bernilai ekonomis. Bekas kaleng susu ini dapat digunakan untuk sintesis zeolit karena mengandung besi dan berasal dari bahan limbah yang merupakan temuan baru serta dapat mengurangi permasalahan lingkungan. Berdasarkan hasil uraian di atas maka penelitian ini dilakukan untuk memanfaatkan limbah hasil pembakaran abu sekam padi pada pembuatan keramik konvensional dan pemanfaatan limbah bekas kaleng susu sebagai bahan dasar sintesis zeolit yang mengandung heteroatom besi.

## BAHAN DAN METODA

### *Alat*

Alat-alat yang akan digunakan meliputi corong biasa, Erlenmeyer, neraca analitik, cawan pemanas, batang pengaduk, pipet tetes, pisau, gunting, botol polipropilena, oven, labu bundar, pengaduk magnet, termometer, *furnace* dan gelas kimia 150 mL.

### *Bahan*

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah silika abu gosok yang diperoleh dari hasil pembakaran abu sekam padi dalam proses pembuatan keramik tradisional (abu gosok), natrium hidroksida (NaOH) teknis, akua demineral, HCl teknis, kertas saring, kaleng minuman berkarbonasi, dan bekas kaleng susu.

### *Prosedur Penelitian*

#### A. Preparasi Bahan Baku

Sintesis zeolit tipe FAU menggunakan abu gosok sebagai sumber silika dan kaleng minuman berkarbonasi sebagai sumber alumina, NaOH, dan akua demineral. Abu gosok dibersihkan terlebih dahulu melalui proses pengayakan hingga pengotornya terpisah. Kaleng aluminium dibersihkan zat warnanya dengan amplas hingga pigmen warnanya hilang dan dibuat serpihan dengan panjang dan lebar berkisar 1-2 cm. Kemudian kaleng susu dipotong dengan ukuran panjang dan lebar berkisar 1-2 cm dan dimasukkan ke dalam gelas kimia. Larutan kaleng ini dapat dibuat melalui proses pelarutan kaleng bekas susu dengan air raja ( $3\text{HCl} : 1\text{HNO}_3$ ) kemudian dinetralkan dengan NaOH, disaring, dan dicuci dengan akua demineral. Selanjutnya residu dikeringkan pada suhu  $105\text{ }^\circ\text{C}$  selama 3 jam dan diuji serbuknya sebagai  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  dengan menggunakan XRF untuk mengetahui komposisi kimia larutan kaleng bekas susu. Larutan kaleng susu tersebut dibuat empat macam variasi konsentrasi yaitu 100 ppm, 200 ppm, 300 ppm, dan 400 ppm dalam masing-masing labu ukur 25 mL.

#### B. Sintesis Zeolit Tipe FAU

Tahap sintesis zeolit tipe FAU ini dapat dilakukan dengan mencampurkan reaktan yang digunakan. Rasio mol yang digunakan pada sintesis zeolit tipe FAU ini dengan perbandingan komposisi  $10\text{SiO}_2 : 2\text{Al} : 8,6\text{Na} : 180\text{H}_2\text{O}$ . Sebanyak 19,5527 gram NaOH ditimbang dalam botol polipropilena kemudian ditambahkan dengan 178,009 gram akua demineral. Campuran didiamkan hingga larut, kemudian ditambahkan dengan serpihan kaleng bekas minuman berkarbonasi yang telah bersih sebanyak 2,4735 gram dengan cara pengamplasan atau kerik dalam larutan NaOH. Campuran disimpan dalam keadaan suhu ruang dan didiamkan hingga larut. Setelah campuran larut kemudian ditambahkan abu gosok sebagai sumber silika sebanyak 42,1084 gram. Selanjutnya campuran tersebut *diaging* selama 18 jam dan diinkubasi selama 30 jam pada suhu  $90\text{ }^\circ\text{C}$  hingga terbentuk gel. Gel yang telah terbentuk kemudian dicuci dengan akua demineral, disaring dan dikeringkan dalam oven selama 12 jam pada suhu  $95\text{ }^\circ\text{C}$  hingga terbentuk zeolit tipe FAU. Kemudian zeolit tipe FAU dianalisis dengan menggunakan XRD untuk mengetahui kristalinitas zeolit tipe FAU, XRF untuk mengetahui komposisi kimia dari zeolit tipe FAU, dan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dari struktur zeolit.

#### C. Aktivasi Zeolit Tipe FAU

Zeolit tipe FAU yang telah terbentuk sebelumnya diaktivasi dengan menggunakan HCl 3M dan diaduk selama 3 jam. Kemudian zeolit disaring serta dibilas dengan akua demineral untuk mendapatkan residunya. Residu dipanaskan pada suhu  $110\text{ }^\circ\text{C}$  selama 12 jam. Sehingga terbentuk zeolit tipe FAU teraktivasi.

#### D. Impregnasi Zeolit Tipe FAU dengan Logam Besi

Zeolit hasil aktivasi ini diimpregnasi dengan larutan logam besi yang berasal dari kaleng susu dengan masing-masing konsentrasi sebesar 143,771 ppm, 314,813 ppm, 412,695 ppm, dan 606,755 ppm masing-masing sebanyak 25 mL pada suhu 27 °C selama 2 jam melalui proses pengadukan. Campuran disaring, dicuci beberapa kali dengan akua demineral, dan dikeringkan selama 3 jam pada suhu 105 °C, dan dikalsinasi pada suhu 450 °C selama 4 jam hingga terbentuk zeolit yang terimpregnasi dengan ion logam besi. Kemudian dilakukan karakterisasi menggunakan SEM untuk mengetahui morfologi rongga zeolit yang telah diimpregnasi dan XRF untuk mengetahui komposisi kimia yang terdapat dalam zeolit terimpregnasi.

### DISKUSI

#### A. Preparasi Bahan Utama dan Karakterisasinya

Abu gosok yang digunakan berasal dari hasil pembakaran bata merah dan keramik tradisional. Kandungan SiO<sub>2</sub> dalam abu gosok hasil pembakaran bata merah atau keramik sebesar 80,25% sedangkan hasil pembakaran melalui proses kalsinasi sebesar 64%. Hasil karakterisasi dari abu gosok yang telah dilakukan menunjukkan adanya kandungan Na<sub>2</sub>O dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hal tersebut dapat mempengaruhi rasio mol yang digunakan sehingga kadar Na dan Al dalam abu gosok ini juga diperhitungkan.

Berdasarkan hasil karakterisasi kaleng minuman berkarbonasi mengandung Aluminium yang cukup tinggi yaitu sekitar 95,8%. Kaleng bekas minuman berkarbonasi mempunyai suatu kelebihan yaitu dapat dimanfaatkan kembali agar tidak mencemari lingkungan dan dapat digunakan sebagai sumber Al dalam proses sintesis zeolit tipe FAU.

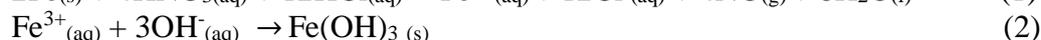
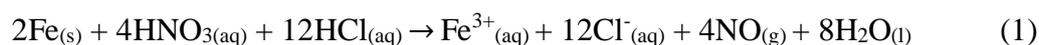
Proses sintesis zeolit tipe FAU digunakan NaOH yang bertujuan sebagai aktivator dalam proses peleburan untuk membentuk garam silikat dan garam aluminat yang dapat larut dalam air. NaOH juga dapat berperan dalam proses pembentukan zeolit dengan proses hidrotermal. Kation Na<sup>+</sup> dalam NaOH juga dapat berperan dalam menstabilkan unit-unit pembentuk kerangka zeolit.

Kaleng susu yang digunakan dibersihkan terlebih dahulu dengan cara dibilas dengan akua demineral agar bersih dari kontaminan atau susu yang masih menempel pada kaleng. Kaleng susu yang telah bersih kemudian dipotong sekitar 1-2 cm agar mudah dalam proses pelarutannya. Potongan kaleng susu tersebut dilarutkan dengan air raja kemudian diendapkan dengan NaOH. Endapan yang diperoleh selanjutnya disaring dan dibilas dengan akua demineral, endapan yang terbentuk berwarna merah kecokelatan berupa endapan Fe(OH)<sub>3</sub>. Endapan tersebut dikeringkan di dalam oven selama 3 jam pada suhu 105 °C. Berdasarkan hasil analisis XRF dari kaleng susu yang telah dilakukan proses pelarutan dan pengendapan maka diperoleh komposisi kimia yang dapat dilihat pada **Tabel 1**.

**Tabel 1** Komposisi Kimia Kaleng Susu

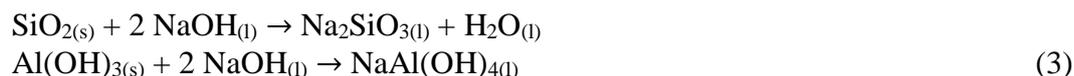
Unsur	% Massa
Fe	79,9
Al	0,152
Si	0,281
S	4,45
Cl	6,62
K	0,115
Cr	0,0588
Mn	0,119
Sn	1,02

Berdasarkan **Tabel 1** kaleng susu mengandung logam Fe 79,9%, Sn 1,02%, dan Mn 0,119%. Kaleng susu tidak dapat larut dengan air, HCl dingin atau panas, dan HNO<sub>3</sub> dingin atau panas tetapi kaleng susu hanya dapat larut dengan air raja dengan perbandingan antara HCl dan HNO<sub>3</sub> sebesar 3:1 hingga terbentuk warna merah kecokelatan dan dapat larut sempurna. Kaleng susu hanya dapat larut dengan air raja karena komponen utama dari kaleng tersebut yaitu besi dan timah. Besi mudah larut dengan HCl pekat tetapi dengan HNO<sub>3</sub> membuat besi menjadi pasif. Sedangkan Sn sulit bereaksi dengan HCl tetapi dapat larut dengan HNO<sub>3</sub>. Proses pelarutan ditandai dengan adanya gelembung-gelembung gas NO yang terdapat dalam larutan. Dengan persamaan reaksi sebagai berikut :

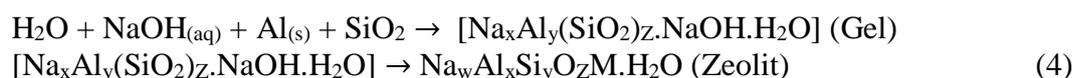


#### B. Sintesis Zeolit Tipe FAU

Ketika dilakukan pencampuran bahan-bahan terjadinya reaksi fusi alkali, yaitu reaksi pembentukan senyawa alkali yang disebabkan karena adanya NaOH yang digunakan. SiO<sub>2</sub> yang berasal dari abu gosok dan Al yang berasal dari kaleng minuman berkarbonasi bereaksi dengan NaOH membentuk natrium silikat atau garam aluminat. Dengan reaksi kimia sebagai berikut :



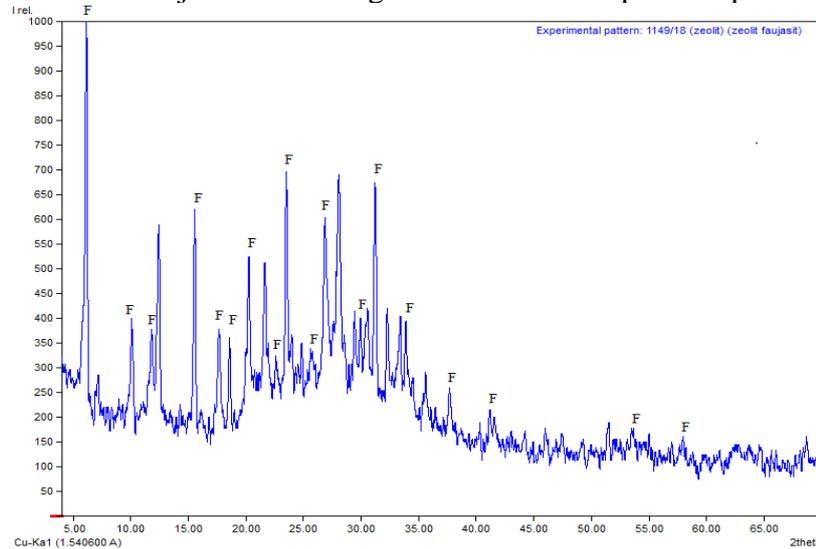
Natrium silikat yang terbentuk setelah reaksi fusi dapat larut kembali karena adanya H<sub>2</sub>O. Setelah itu, silikat bereaksi dengan Al(OH)<sub>3</sub> sebagai prekursor dalam sintesis zeolit tipe FAU. *Aging* dilakukan dalam kondisi statis dan suhu ruang sehingga silikat dan Al(OH)<sub>3</sub> dapat bercampur hingga merata. Periode inkubasi terjadi ketika antara awal reaksi dan ketika produk kristal mulai terbentuk dan sangat bergantung pada suhu yang digunakan sehingga menghasilkan kristalisasi zeolit tipe FAU. Namun hal ini juga dipengaruhi oleh beberapa variabel lain, terutama perbandingan mol bahan. Dengan reaksi secara keseluruhan pembentukan zeolit sebagai berikut :



Kristal yang terbentuk berlangsung secara lambat dan hanya sebagian, karena zeolit tidak seluruhnya bersifat ionik. Zeolit hanya dapat membentuk kristal dari reaksi kondensasi yang membentuk ikatan Si-O-T (T = Al atau Si) yang bersifat kovalen.

### C. Karakterisasi zeolit tipe FAU

Kristalinitas dari zeolit dapat diketahui dari *peak*, semakin runcing *peak* pada zeolit menunjukkan kristalinitasnya semakin tinggi, sedangkan semakin lebarnya *peak* maka kristalinitasnya semakin rendah. Terbentuknya zeolit tipe FAU dengan kristalinitasnya yang baik karena memiliki kemiripan difraktogram dengan literatur. Terbentuknya zeolit tipe FAU ini dengan waktu *aging* selama 18 jam dan waktu inkubasi selama 30 jam sesuai dengan standar zeolit tipe FAU pada **Gambar 1**.



**Gambar 1.** Difraktogram hasil sintesis zeolit tipe FAU

Pada difraktogram zeolit tipe FAU terdapat puncak dengan intensitas yang tajam yaitu pada daerah 2-theta 5,89°, 10,18°, 11,86°, 15,60°, 18,62°, 20,28°, 23,56°, 26,94°, 30,64°, 31,26°, 32,38°, 33,96°, 34,58°. Puncak 2-theta tersebut dibandingkan dengan basis data JCPDS-ICDD dari hasil penelitian yang telah dilakukan oleh peneliti diseluruh dunia. Kecocokan nilai 2-theta pada zeolit tipe FAU dengan basis data merupakan karakteristik untuk faujasit yang memiliki kristalinitas tinggi dengan rumus formula  $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_4\text{O}_{12} \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ , hal ini ditunjukkan dengan nampaknya puncak-puncak yang jelas, intensitas ketajaman dan puncaknya tinggi pada beberapa posisi.

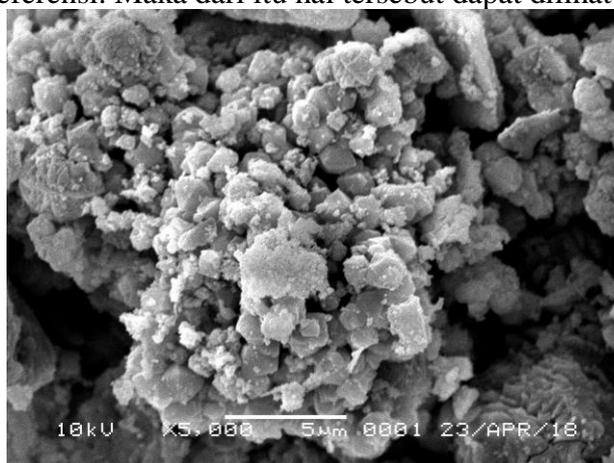
Zeolit tipe FAU dilakukan pengujian XRF untuk mengetahui komposisi kimia yang terkandung di dalam zeolit. Dari hasil analisis XRF yang dilakukan dapat dilihat terdapat beberapa komposisi kimia yang terkandung pada zeolit tipe FAU ini dapat dilihat pada **Tabel 2**.

Dari hasil analisis XRF yang dilakukan terlihat terdapat beberapa komposisi kimia yang terkandung. Kadar Si yang terkandung di dalam zeolit tipe FAU ini sebesar 51,9% dan kadar Al sebesar 20,3% sehingga nilai perbandingan rasio Si/Al yaitu 2,5. Hal tersebut menunjukkan bahwa zeolit tipe FAU ini termasuk ke dalam tipe zeolit Na-Y dengan perbandingan rasio Si/Al berada pada rentang 1,8 – 3. Berarti jumlah silikanya lebih banyak dibandingkan Aluminiumnya

**Tabel 2** Komposisi zeolit tipe FAU

Unsur	% Massa
Na	7,18
Al	20,3
Si	51,9
Fe	9,01
Mg	0,440
P	0,360
S	0,586
Cl	0,0460
K	5,24
Ca	2,16
Ti	0,625
Mn	1,63
Cu	0,138
Zn	0,111
Rb	0,0924
Sr	0,0527
Zr	0,0263

Karakteristik dengan SEM bertujuan untuk melihat gambar permukaan dari zeolit. Untuk menentukan baiknya hasil analisis SEM, perlu dilakukannya sebuah perbandingan dengan hasil sintesis yang pernah dilakukan sebagai referensi. Maka dari itu hal tersebut dapat dilihat pada **Gambar 2**.



**Gambar 2** Morfologi zeolit tipe FAU

Zeolit tipe FAU memiliki bentuk morfologi permukaan yang menumpuk. Hasil analisis menggunakan SEM pada Zeolit tipe FAU memperlihatkan bentuk kristal kubik-kubik hanya saja kristal yang satu dengan kristal yang lainnya saling bertumpuk sehingga terlihat seperti gumpalan. Pembesaran yang digunakan sebesar 5.000 kali seperti pada umumnya pembesaran zeolit. Ukuran rongga maksimum zeolit tipe FAU yang bisa dimasuki oleh unsur lain dengan diameter rongga sebesar 11,24 Å. Hasil analisis pada zeolit tipe FAU yang diperoleh hampir sama dengan hasil SEM pada penelitian yang dilakukan Gunawan sebelumnya.

#### D. Aktivasi Zeolit tipe FAU dengan Asam

Aktivasi dengan HCl bertujuan untuk melarutkan dan menghilangkan oksida-oksida logam yang terjerap dan menutupi permukaan zeolit sehingga lebih mudah menyerap dan permukaan bidang kontak menjadi lebih besar. Penggunaan asam klorida karena memiliki sifat kekuatan asamnya lebih rendah dibandingkan dengan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Selain itu, penggunaan asam klorida lebih aman bagi lingkungan dan lebih murah.

Proses aktivasi dilakukan dengan pengadukan selama 2 jam pada suhu ruang agar proses pertukaran kation dapat terjadi secara sempurna. Kemudian dicuci dengan akua demineral dan dikeringkan dengan oven untuk menguapkan kadar basa bronsted dan H<sub>2</sub>O serta mengatur tata letak atom yang bertukar sehingga membentuk oksida logam yang stabil. Aktivasi zeolit dapat mengakibatkan penurunan kadar logam alkali dan alkali tanah. Aktivasi dengan asam dapat menyebabkan penurunan kadar Al pada kerangka zeolit karena adanya proses dealuminasi, dimana proses terlepasnya Al di dalam kerangka zeolit menjadi di luar kerangka zeolit.

#### E. Impregnasi Zeolit tipe FAU dengan Logam Besi

Metode impregnasi dilakukan dengan memasukkan katalis logam ke dalam rongga-rongga pengemban. Metode impregnasi ini terdiri dari dua jenis yaitu impregnasi bersama (ko-impregnasi) dan impregnasi terpisah. Proses impregnasi ini dengan memasukkan ion logam Fe<sup>3+</sup> ke dalam pengemban zeolit. Impregnasi ini dilakukan karena tidak mudahnya zeolit untuk bertumpuk dan untuk mempercepat aktivitas katalitik dari zeolit. Ion Logam Fe<sup>3+</sup> yang dipilih menjadi pengemban karena kelimpahannya di bumi, pemanfaatan kaleng susu atau sampah (*ecofriendly*), dan ion logam Fe<sup>3+</sup> dapat dijadikan sebagai asam lewis yang tinggi untuk meningkatkan aktivitas katalitik dari zeolit.

Zeolit sebagai pengemban karena memiliki pori atau rongga yang halus, stabil pada suhu tinggi, luas area yang luas dan halus, harga murah dan jumlahnya melimpah, kekuatan mekanik yang tinggi. Selain itu, zeolit juga mempunyai situs asam aktif (asam bronsted) yang berasal dari gugus hidroksil, mempunyai struktur kristal yang teratur, dan memiliki ukuran pori yang seragam sehingga hanya molekul yang memiliki ukuran lebih kecil yang hanya bisa masuk dan dapat bereaksi.

Ion Logam Fe<sup>3+</sup> yang terkandung didalam larutan kaleng bekas susu diimpregnasi melalui proses pengadukan dengan variasi konsentrasi larutan kaleng. Reluks ini bertujuan untuk agar ion logam Fe<sup>3+</sup> dapat masuk secara sempurna ke dalam rongga zeolit dan dapat diperoleh campuran yang homogen selama 2 jam pada suhu 27 °C. Kemudian dibilas dan disaring untuk menghilangkan pengotor, membuat sampel dalam keadaan netral dan untuk memisahkan filtrat larutan pada zeolit. Sampel dipanaskan dalam oven selama 3 jam pada suhu 105 °C untuk menghilangkan kadar air yang terkandung di dalam sampel dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada furnace 450 °C selama 4 jam. Proses kalsinasi ini agar struktur zeolit semakin kuat serta terbentuk zeolit-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> dan bertujuan untuk menghilangkan kation-kation yang tidak dibutuhkan dalam bentuk uap tetapi tidak mengubah kerangka alumino-silikat pada struktur zeolit.

Zeolit tipe FAU memiliki ukuran rongga maksimal dengan diameter sebesar 11,24Å yang bisa dimasuki oleh logam. Sedangkan ukuran rongga maksimal untuk ion logam Fe<sup>2+</sup> sebesar 1,5Å dan Fe<sup>3+</sup> sebesar 1,38Å. Berdasarkan data tersebut diameter zeolit lebih besar daripada diameter logam sehingga logam yang diemban (ion logam Fe<sup>3+</sup>) dapat masuk ke dalam zeolit tipe FAU. Proses impregnasi ini dengan menggunakan empat variasi larutan kaleng yang mengandung ion logam Fe<sup>3+</sup> dengan konsentrasi masing-masing 226,5 ppm, 453 ppm, 679,5 ppm dan 906 ppm dari larutan induk

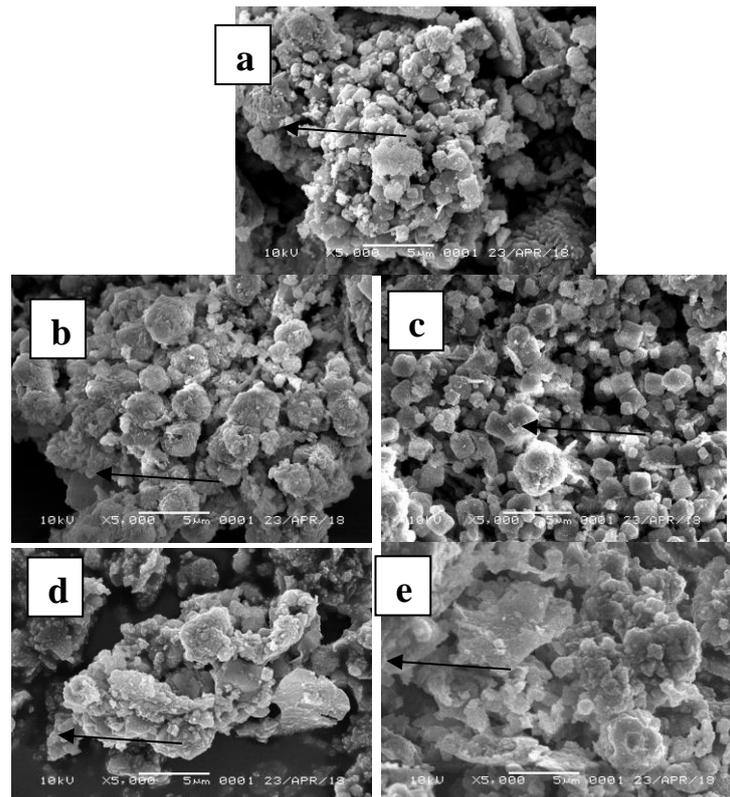
1000 ppm. Berdasarkan analisis XRF, kadar logam Fe yang dapat masuk ke dalam pengemban zeolit pada **Tabel 3**.

Berdasarkan **Tabel 3** dapat dilihat bahwa terjadinya pengurangan logam Al dan Na karena dealuminasi yang disebabkan oleh proses pelarutan dengan asam sehingga meningkatkan nilai perbandingan Si/Al. Sedangkan untuk Si dan logam Fe terjadi peningkatan persen massa antara zeolit tipe FAU tanpa diimpregnasi dengan zeolit yang telah diimpregnasi dengan variasi konsentrasi dari larutan logam besi, semakin tinggi konsentrasi ion logam  $Fe^{3+}$  dari larutan kaleng maka semakin tinggi pula logam Fe yang masuk ke dalam struktur zeolit. Hal ini menunjukkan bahwa impregnasi  $Fe^{3+}$  ke dalam struktur zeolit yang kosong berhasil dilakukan.

Selanjutnya dilakukan karakterisasi dengan SEM yang bertujuan untuk melihat gambar permukaan dari zeolit tipe FAU yang telah diimpregnasi oleh logam Fe. Logam Fe akan mengisi rongga-rongga zeolit tipe FAU. Zeolit tipe FAU yang telah diimpregnasi dianalisa dengan pembesaran 5000 kali sehingga dapat terlihat jelas permukaan zeolit. Hasil analisis pada **Gambar 3**.

**Tabel 3.** Komposisi zeolit tipe FAU impregnasi Fe

Unsur	% massa				
	0 ppm	143,8 ppm	314,8 ppm	412,7 ppm	606,8 ppm
Na	7,18	0,250	0,187	0,205	0,614
Al	20,3	7,13	7,12	5,99	8,23
Si	51,9	76,3	75,8	76,4	72,0
Fe	9,01	13,1	14,0	14,4	14,8
Mg	0,440	0,0934	0,0704	0,0719	0,130
P	0,360	0,259	0,243	0,265	0,299
S	0,586	0,214	0,207	0,214	0,268
Cl	0,0460	0,111	0,0334	0,163	0,594
Mn	1,68	0,183	0,148	0,0176	0,263
Cu	0,138	0,107	0,104	0,0844	0,0804
Ti	0,625	0,946	0,884	1,08	1,15
Zr	0,0263	0,0522	0,0459	0,0488	0,0403
K	5,25	0,840	0,804	0,521	1,07



**Gambar 3.** Hasil analisis SEM zeolit tipe FAU diimpregnasi dengan variasi larutan logam Fe (a) 0 ppm (b) 143,8 ppm (c) 314,8 ppm (d) 412,7 ppm (e) 606,8 ppm

Berdasarkan morfologi zeolit tipe FAU tanpa impregnasi dan zeolit tipe FAU yang telah diimpregnasi terdapat perbedaan yaitu rongga-rongganya rapat dan terisi oleh logam  $\text{Fe}^{3+}$ . Hasil analisa zeolit sebelum dan sesudah diimpregnasi memiliki kesamaan pula yaitu bentuk yang mirip seperti kotak yang bertumpuk tetapi diselimuti oleh kabut yang menyelimuti struktur rongga zeolit.

### KESIMPULAN

Zeolit tipe FAU dapat disintesis dari abu gosok sebagai sumber silika dan kaleng minuman berkarbonasi sebagai sumber aluminium dengan metode non-hidrotermal pada suhu  $90\text{ }^{\circ}\text{C}$  dengan waktu *aging* selama 18 jam dan waktu inkubasi selama 30 jam. Zeolit tipe FAU yang berhasil disintesis dapat diimpregnasi dengan bekas kaleng susu yang mengandung 79,7 % massa logam Fe kemudian diimpregnasi ke dalam zeolit tipe FAU dengan variasi konsentrasi ion logam  $\text{Fe}^{3+}$  sebesar 143,8 ppm, 314,8 ppm, 412,7 ppm, dan 606,8 ppm. Karakterisasi dengan XRD sintesis zeolit tipe FAU dengan waktu *aging* 18 jam dan waktu inkubasi 30 jam menunjukkan hasil yang baik dan muncul peak yang khas pada hasil karakterisasi XRD. Berdasarkan analisis dengan SEM menunjukkan morfologi seperti butiran kotak yang bertumpuk, zeolit tipe FAU tanpa diimpregnasi masih menunjukkan adanya rongga-rongga sedangkan zeolit yang telah diimpregnasi rongga-rongganya diisi oleh ion logam  $\text{Fe}^{3+}$  yang berasal dari bekas kaleng susu. Karakterisasi dengan XRF menunjukkan adanya peningkatan ion logam besi yang terkandung dalam zeolit tipe FAU.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] V. A. Chakraverty dalam Fabiani, "Pengurangan Agen Pengarah Struktur Pada Sintesis Zeolit ZSM-dengan Prekursor Silika Alam," Insitut Teknologi Bandung, Skripsi 2014.
- [2] R Mohamed, M Khalid I, and M Barakat, "Rice Husk Ash As a Renewable Source for The Production of Zeolite NaY and Its Characterization," *Arabian Journal Of Chemistry*, vol. 8, no. 48-53, 2015.
- [3] Z Ramli, "Rhenium-Imprenated Zeolites: Characterization And Modification As Catalysis In The Metathesis Of Alkalenes," *University Malaysia*, vol. 11, p. 03, 1995.
- [4] M Auerbach Scott, *Zeolite Science and Technology*. New York: Marcell, Dekker Inc, 2003.
- [5] Yuliana Asri, "Sintesis Zeolit Faujasit Dengan Abu Sekam Padi," Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung, Skripsi 2015.
- [6] Ramdan Gungun Stiara, "Sintesis Zeolit FAU dan Optimasinya Dari Abu Gosok dan Kaleng Minuman Berkarbonasi," UIN SGD BDG, Bandung, Skripsi 2016.

## **SINTESIS DAN KARAKTERISASI SILIKON KARBIDA DARI SILIKA ABU SEKAM PADI DAN KARBON SERBUK KAYU PADA SUHU RENDAH**

**Ajeng Siti Rahayu<sup>a</sup>, Dede Suhendar<sup>a</sup>, Eko Prabowo Hadisantoso<sup>a</sup>**

*a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia  
e-mail: r.ajengsiti@gmail.com*

### **ABSTRAK**

Sekam padi merupakan salah satu bahan yang sering dimanfaatkan sebagai sumber silika untuk membuat berbagai senyawa silika. Silikon karbida (SiC) merupakan salah satu senyawa berdasar silika yang biasa dimanfaatkan sebagai bahan refraktori dan amplas. SiC dapat disintesis dari bahan baku yang mengandung silika dan karbon. Melalui penelitian ini SiC disintesis dari abu sekam padi sebagai sumber silika dan serutan kayu sebagai sumber karbon. Silika dari abu sekam padi diperoleh melalui ekstraksi dengan metode sol-gel, sementara karbon diperoleh dari proses pengarangan kayu. Pada proses sintesis ditambahkan logam magnesium agar reaksi dapat berlangsung pada suhu rendah (500-700 °C). Hasil dari karakterisasi FTIR menunjukkan bahwa SiC berhasil terbentuk dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 950-820 cm<sup>-1</sup>. Sementara pada karakterisasi XRD dihasilkan puncak pada 2θ 35-36°. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa SiC berhasil disintesis.

**Kata kunci:** sekam padi, silikon karbida, serutan kayu, sintesis SiC, reduksi magnesiotermik

### **PENDAHULUAN**

Silika merupakan salah satu unsur yang senyawanya telah banyak digunakan seperti dalam produk farmasi, kolom kromatografi, detergen, keramik, penyulingan minyak, dan adsorben. Silika biasa dihasilkan dari natrium silikat yang merupakan hasil antara peleburan pada suhu tinggi antara natrium karbonat dengan pasir kuarsa. Namun, proses peleburan ini memerlukan waktu relatif lama, karena pada pasir kuarsa terdapat banyak komponen logam dan memiliki kristalinitas yang tinggi. Bahan pengganti yang banyak digunakan sebagai sumber silika pada skala laboratorium adalah abu sekam padi karena silika merupakan komponen utama dalam abu sekam padi <sup>[1]</sup>.

Indonesia merupakan negara agraris dengan tanaman padi sebagai produk utamanya. Sekam padi merupakan hasil samping dari penggilingan padi, sehingga tidak sulit untuk ditemukan. Sekam padi dapat menghasilkan silika dengan kadar yang tinggi setelah mengalami proses pengabuan yaitu sekitar 87-97%. Silika dari abu sekam padi kini mulai banyak dimanfaatkan, salah satunya sebagai bahan dasar pembuatan material silika seperti silikon karbida <sup>[2]</sup>.

Silikon karbida (SiC) merupakan salah satu materi berbasis silika biasa dijumpai pada besi meteorik dalam bentuk lempengan kecil berbentuk heksagonal. Pada tahun 1891, SiC (α-SiC) pertama kali disintesa secara komersil dengan proses Ancheson. SiC pertama kali dibuat dengan memanaskan campuran *clay* dan serbuk karbon pada suhu >1600 °C. Silikon karbida termasuk keramik non oksida yang telah banyak dimanfaatkan karena memiliki sifat tahan panas dan kekerasan yang tinggi. Pemanfaatan silikon karbida biasanya sebagai abrasif pada peralatan, kertas gerindra, elemen pemanas, paduan besi dan baja serta pemanfaatan lainnya <sup>[3]</sup>.

Silikon karbida merupakan salah satu produk yang dihasilkan dari industri bahan yang beroperasi pada suhu tinggi. Karena proses pada suhu tinggi ini, silikon karbida banyak dimanfaatkan sebagai refraktori dan keperluan industri metalurgi<sup>[4]</sup>. Namun, proses pembuatan SiC kini mulai dikembangkan menjadi berbagai metode baru. Silikon karbida juga dapat dibuat dari hampir semua bahan baku yang mengandung sumber Si dan sumber C. Beberapa bahan yang mulai dimanfaatkan adalah sekam padi sebagai sumber silika. Adapun untuk sumber karbon dapat digunakan gula (sukrosa), karbon aktif, serta pada sejumlah penelitian mulai digunakan serbuk kayu sebagai sumber karbon<sup>[3]</sup>.

Penelitian terkait penggunaan suhu pada proses pembuatan SiC juga telah banyak dilakukan. Salah satu alternatif dalam pembuatan materi berbasah dasar Si yang pernah dilakukan adalah reduksi magnesiotermik. Proses reduksi magnesiotermik ini menggunakan tambahan Mg yang berperan sebagai katalis dan pada proses ini suhu yang digunakan berkisar pada rentang 300-600 °C<sup>[5]</sup>.

Penelitian ini menggunakan sekam padi yang sudah menjadi abu sebagai limbah proses pembakaran batu bata digunakan untuk sintesis silika dengan menggunakan metode sol-gel. Sementara serbuk kayu terlebih dahulu diarangkan sebelum digunakan sebagai sumber karbon. Pencampuran sumber silika dan sumber karbon dilakukan dengan proses pengadukan serta penambahan Mg, sementara proses pemanasan dilakukan pada variasi suhu 500-700 °C.

## BAHAN DAN METODA

### *Alat*

Alat-alat yang digunakan meliputi labu ukur 500 mL, labu ukur 250 mL, corong, gelas kimia 250 mL, gelas kimia 1000 mL, erlemeyer 250mL, pipet ukur 10 mL, *filler/bulb*, spatula, batang pengaduk, cawan porselen, cawan petri, magnetik stirer, hot plate, botol plastik, pH meter, neraca analitik, desikator, oven, dan *furnace*. Serta instrumen Difraktometer Sinar-X (Philips PW 1030 X-ray Diffractometer, CuK $\alpha$  1,54 Å), spektroskopi IR (FTIR), dan SEM.

### *Bahan*

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk kayu hasil industri furnitur di Ujungberung, abu sekam padi, pita Mg, HCl (Teknis), NaOH (Teknis), kertas saring Whatmann, pH indikator universal, serta air demineral.

### *Prosedur Penelitian*

#### **Pengarangan Serbuk Kayu/ Serutan Kayu dan Prparasi Pita Magnesium**

Serbuk/ Serutan kayu yang diambil dari limbah industri meubel di kawasan Bandung Timur. Serbuk kayu terlebih dahulu di keringkan dan dibersihkan dari pengotor. Serbuk kayu sebanyak 2-5 gram dalam cawan dioven selama 1 jam pada suhu 105 °C. Serbuk kayu kemudian diarangkan dalam *furnace* selama 2 jam pada suhu 500 °C. Sedangkan pita Magnesium ditimbang 2,8 gram dan dipotong menjadi lebih kecil dengan bentuk persegi dan persegi panjang dengan ukuran sisi 0,1-0,5 cm.

#### **Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi**

Abu sekam padi ditimbang sebanyak 30 gram ditempatkan dalam gelas kimia dan ditambahkan air demineral sebanyak 250 mL. Kemudian, ditambahkan HCl pekat sebanyak 2-5 mL atau hingga kondisi pH 1. Campuran diaduk selama 2 jam kemudian disaring. Residu atau abu dilarutkan dalam 240 mL NaOH 3 M. Campuran diaduk dan dipanaskan selama 2 jam pada suhu 80 °C dalam gelas kimia 250 mL tertutup. Larutan disaring filtrat didinginkan dan dinetralkan dengan larutan HCl 1 M. Filtrat didiamkan kembali pada suhu kamar selama 18 jam hingga terbentuk sol-gel. Filtrat disaring

kembali dan residunya dicuci dengan air demineral panas hingga tidak berwarna. Untuk analisis kadar dan penentuan kadar air residu yang sudah bersih dikeringkan dalam oven bersuhu 100 °C selama 12-14 jam. Hasil pengeringan dihaluskan dengan menggunakan mortar dan alu.

### **Sintesis Silikon Karbida**

Pencampuran silika gel dengan arang serbuk kayu dilakukan dalam mortal dan alu. Silika gel dan arang serbuk kayu serta Mg hasil preparasi dicampurkan dengan perbandingan massa silika gel: arang(karbon): magnesium yang digunakan yaitu 37: 2,1: 2,8 dalam satuan gram. Kemudian ditempatkan dalam mortar dan diaduk selama  $\pm$  10-15 menit. Campuran antara silika gel dengan arang serbuk kayu ditempatkan diatas mangkok batu dan dipanaskan dalam *furnace* selama 15 jam pada suhu 500 °C. Langkah pembuatan campuran dilakukan kembali untuk dikalsinasi pada suhu 600 dan 700 °C. Sampel hasil pemanasan kemudian dihaluskan dan ditimbang sebanyak 5 gram. Sampel dimasukan ke dalam gelas kimia berisi 50 mL HCl 5 M sedikit demi sedikit lalu didiamkan selama 1 jam. Selanjutnya sampel di saring lalu dibilas dengan air demineral hingga netral. Sampel kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 12 jam.

### **Sintesis Silikon Karbida (Tanpa Pengarangan Serbuk Kayu)**

Silika gel hasil sintesis dicampurkan dengan serbuk kayu dilakukan dalam mortal dan alu. Silika gel dan serbuk kayu serta Mg hasil preparasi dicampurkan dengan perbandingan massa silika gel: serbuk kayu: magnesium yang digunakan yaitu 37: 31: 2,8 dalam satuan gram. Kemudian ditempatkan dalam mortar dan diaduk selama  $\pm$  10-15 menit. Campuran antara silika gel dengan arang serbuk kayu ditempatkan diatas mangkok batu dan dipanaskan dalam *furnace* selama 15 jam pada suhu 500 °C. Langkah pembuatan campuran dilakukan kembali untuk dikalsinasi pada suhu 600 dan 700 °C. Sampel hasil pemanasan kemudian dihaluskan dan ditimbang sebanyak 3-5 gram. Sampel dimasukan ke dalam gelas kimia berisi 50 mL HCl 5 M sedikit demi sedikit lalu didiamkan selama 1 jam. Selanjutnya sampel di saring lalu dibilas dengan air demineral hingga netral. Sampel kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100 °C selama 12 jam.

### **Karakterisasi**

Karakterisasi yang dilakukan pada penelitian terdiri dari karakterisasi dengan menggunakan FTIR, XRD, dan SEM. Sampel silika hasil sintesis dari abu sekam padi dikarakterisasi dengan instrumen FTIR. Sedangkan sampel campuran silikon karbida dan serbuk kayu dianalisis dengan menggunakan FTIR, XRD, dan SEM.

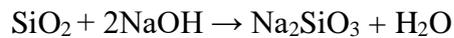
## **DISKUSI**

### **Ekstraksi Silika dari Abu Sekam Padi**

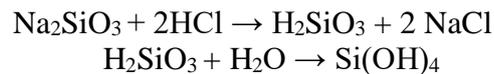
Sebelum ekstraksi abu sekam padi terlebih dahulu di dekantasi dengan menggunakan asam. Tujuan dekantasi ini adalah untuk mengurangi bahkan menghilangkan pengotor oksida logam yang ada dalam abu sekam padi. Beberapa pengotor dalam abu sekam padi seperti oksida K, Fe, dan Ca dapat dihilangkan<sup>[2]</sup>. Abu sekam padi yang telah ditimbang sebanyak 30 gram di dekantasi dengan cara ditambahkan air demineral sebanyak 250 mL. Kemudian, ditambahkan HCl pekat sebanyak 2-5 mL atau hingga pH campuran mencapai pH 1 dan diaduk selama 2 jam. Setelah 2 jam abu sekam padi di saring sementara filtratnya dibuang.

Abu sekam padi yang telah didekantasi dipindahkan ke gelas kimia dan ditambahkan 240 mL larutan NaOH 3 M. Selanjutnya, campuran diaduk dan dipanaskan pada suhu 80 °C sembari ditutup. Pemanasan bertujuan untuk meningkatkan kerlarutan silika dalam NaOH, karena silika larut dalam

keadaan basa. Reaksi yang terjadi antara silika dalam abu sekam padi dengan larutan NaOH akan menghasilkan larutan natrium silikat sebagaimana persamaan berikut <sup>[1]</sup>:



Setelah 2 jam, campuran disaring dan diambil filtratnya. Dari 30 gram abu sekam padi dan 240 mL NaOH 3 M biasanya akan diperoleh  $\pm 240$  mL larutan natrium silikat. Larutan natrium silikat kemudian dinetralkan dengan ditambahkan larutan HCl 1 M. Pada saat proses penetralan silika gel biasanya mulai terbentuk pada pH 9. Pada proses penetralan ini akan terjadi pembentukan  $\text{H}_2\text{SiO}_3$  yang selanjutnya diikuti pembentukan  $\text{Si(OH)}_4$  sebagaimana reaksi berikut <sup>[2]</sup>:

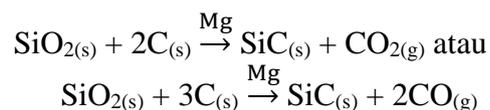


Penambahan asam bertujuan untuk mengendapkan silika yang telah larut dalam basa. Setelah netral campuran didiamkan dalam botol plastik selama 18 jam agar proses pembentukan gel dapat berlangsung maksimal. Endapan selanjutnya disaring dan dicuci dengan menggunakan air demineral panas agar pengotor seperti NaCl dapat larut dan hilang. Silika gel selanjutnya digunakan dalam proses sintesis silikon karbida. Namun, untuk mengetahui kandungan air dalam silika gel serta untuk kebutuhan karakterisasi maka silika gel dikeringkan. Proses pengeringan dilakukan dengan memanaskan silika gel dalam oven pada suhu 100 °C selama 12 jam.

### Sintesis Silikon Karbida

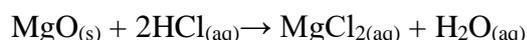
Dalam sintesis silikon karbida dilakukan pada 3 variasi suhu yaitu 500, 600, dan 700 °C. Dilakukan pula 2 variasi bahan yaitu menggunakan karbon dari hasil pengarangan serutan kayu (A) dan serutan kayu yang langsung digunakan tanpa melalui proses pengarangan (B). Sebelum dilakukan sintesis, serutan kayu terlebih dahulu diarang pada suhu 500 °C selama 2 jam agar dapat diperoleh karbon. Selain itu, pita Magnesium juga terlebih dahulu diperkecil ukurannya agar memudahkan proses pencampuran.

Proses sintesis dilakukan melalui pemanasan menggunakan *furnace* selama 15 jam. Namun, sebelum dipanaskan bahan terlebih dahulu dicampurkan dengan perbandingan massa  $\text{SiO}_2$ : C: Mg yang digunakan dalam sintesis adalah 5: 3: 4 dalam satuan gram. Bahan dicampurkan secara manual dengan menggunakan mortar dan alu, tujuannya agar campuran dapat lebih homogen. Sampel yang sudah homogen ditempatkan pada alat sejenis mangkok atau piring batu yang beralas datar. Sampel kemudian ditutup dengan mangkok keramik untuk mengurangi interaksi sampel dengan udara saat pemanasan berlangsung. Pemanasan dilakukan selama 15 jam, untuk memaksimalkan pembentukan silikon karbida dan Mg dapat tereduksi secara sempurna <sup>[5]</sup>. Selama proses pemanasan diharapkan terjadi reaksi sebagai berikut <sup>[6]</sup>:



Karena menggunakan tambahan logam Mg maka sampel harus mengalami pencucian terlebih dahulu dengan menggunakan asam. Hal ini karena logam Mg yang dipanaskan akan membentuk MgO. Asam yang digunakan dalam pencucian adalah HCl dengan konsentrasi 5 M <sup>[5]</sup>. Larutan HCl yang digunakan sebanyak 50 mL untuk 5 gram sampel SiC. Saat pencucian sampel di masukan sedikit demi sedikit ke dalam sampel karena reaksi sampel dengan asam bersifat eksoterm hingga terkadang

mengeluarkan letupan api terutama pada sampel seri A. Hal ini dapat terjadi karena adanya reaksi sebagai berikut <sup>[5]</sup>:



Proses pencucian dilakukan selama 1 jam, dilanjutkan dengan penyaringan dan penetralan sampel. Setelah netral sampel dikeringkan dalam oven selama 12 jam pada suhu 100 °C.

### Karakterisasi FTIR

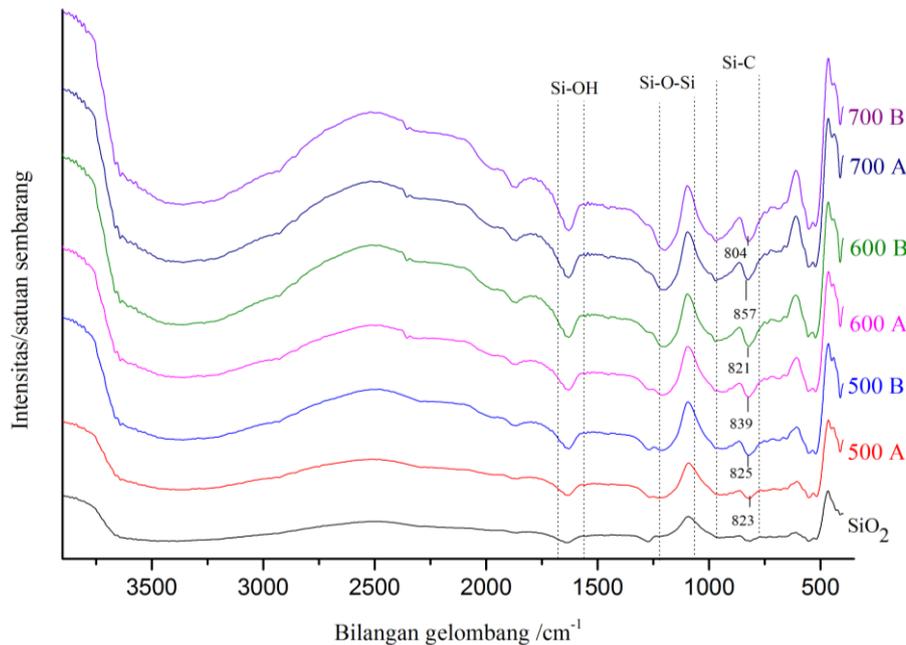
Pada proses karakterisasi FTIR ini sampel yang lebih dulu diuji adalah sampel silika. Tujuan karakterisasi ini adalah untuk mengetahui keberhasilan sintesis silika dan sebagai pembandingan bagi silikon karbida hasil sintesis. Pada karakterisasi FTIR nantinya akan diperoleh gugus fungsi serta ikatan unsur lainnya. Adapun hasil karakterisasi FTIR silika ditampilkan dalam **Gambar 1**.

Berdasarkan gambar, terdapat beberapa puncak yang menunjukkan gugus fungsi dan ikatan apa saja yang terdapat dalam silika gel hasil ekstraksi. Bilangan gelombang sebesar 3499,468 cm<sup>-1</sup> dan 3280,933 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus fungsi –OH dalam silanol (Si-OH). Sementara pada bilangan gelombang 1642,74 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi tekuk-OH dari molekul air yang terikat. Sementara pada 1226,883 cm<sup>-1</sup> dan 952,774 cm<sup>-1</sup> menunjukkan vibrasi asimetri dari Si-O dalam Si-O-Si <sup>[7]</sup>.

Selain silika gel hasil ekstraksi, sampel SiC juga dikarakterisasi dengan menggunakan FTIR untuk mengetahui ikatan apa saja yang terdapat dalam sampel SiC yang juga terdapat pada **Gambar 1**.

Berdasarkan data spektrum IR pada bilangan gelombang 823,047 cm<sup>-1</sup> (SiC 500 A), 825,889 cm<sup>-1</sup> (SiC 500 B), 839,006 cm<sup>-1</sup> (SiC 600 A), 821,710 cm<sup>-1</sup> (SiC 600 B), 857,551 cm<sup>-1</sup> (SiC 700 A), dan 804,575 cm<sup>-1</sup> (SiC 700 B) dapat menunjukkan adanya ikatan SiC. Hal ini karena SiC dapat teridentifikasi apabila terbentuk puncak pada bilangan gelombang 950-820 cm<sup>-1</sup> <sup>[8]</sup>. Adapula yang menyatakan bahwa SiC berhasil diperoleh pada bilangan gelombang 805 cm<sup>-1</sup> <sup>[9]</sup>. Pada rentang tersebut kemungkina terjadi vibrasi regangan dari Si-C. Pada data FTIR di atas angka 500, 600, dan 700 menunjukkan suhu pemanasan yang digunakan saat sintesis. Huruf A dan B menunjukkan sumber karbon yang digunakan melalui proses pengurangan (A) atau tanpa pengurangan (B).

## Karakterisasi XRD

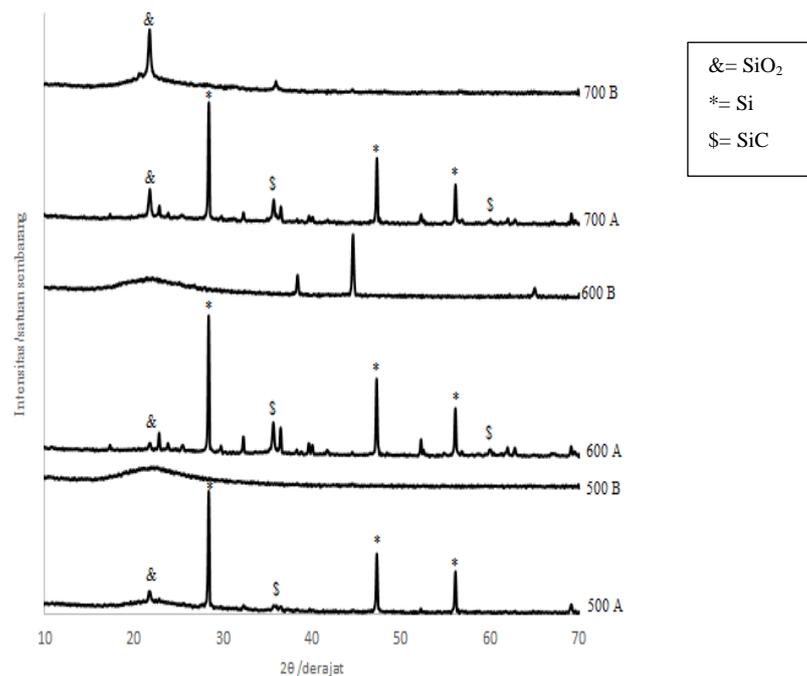


**Gambar 1** Spektrum IR Sampel Silika (SiO<sub>2</sub>), sampel hasil pemanasan pada suhu 500, 600, dan 700 °C dengan sumber karbon melalui proses pengurangan (A) dan tanpa pengurangan (B)

Karakterisasi dengan menggunakan XRD bertujuan untuk mengetahui fasa yang terbentuk pada hasil sintesis SiC. Difraktogram hasil analisis dari masing-masing sampel ditunjukkan oleh **Gambar 2**

Dari **Gambar 2** diketahui bahwa pada sampel SiC 500 A, SiC 600 A, dan SiC 700 A terdapat puncak yang menunjukkan keberadaan SiC dalam sampel. Puncak tersebut secara berturut-turut terdapat pada  $2\theta = 35,7952^\circ$ ,  $35,6502^\circ$ , dan  $35,7093^\circ$ . Pada sampel variasi B puncak yang menunjukkan adanya SiC hanya terdapat pada SiC 700 B tepatnya pada  $2\theta = 35,9410^\circ$ . Pada sampel variasi B lainnya tidak terdapat puncak yang menunjukkan adanya SiC.

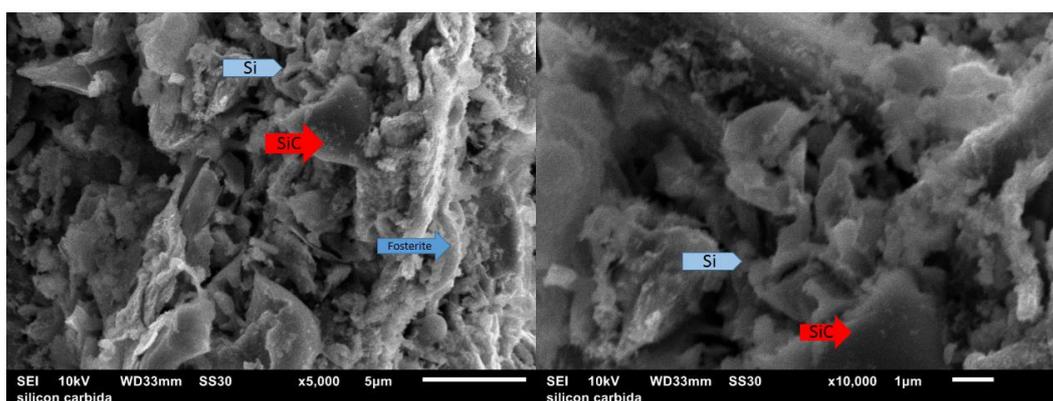
Puncak difraktogram yang menunjukkan adanya SiC yang berhasil di sintesis bukan hanya terdapat pada  $2\theta$  di kisaran  $35-36^\circ$  saja, tetapi juga di kisaran  $59-60^\circ$  derajat. Pada sampel SiC 600 A dan SiC 700 A puncak difraktogram untuk SiC ditunjukkan pada  $2\theta = 59,9966^\circ$  dan  $59,9408^\circ$ . Pada sampel SiC 500 A, puncak  $2\theta$  di kisaran  $59-60^\circ$  tidak terbentuk atau terjadi pelebaran.



**Gambar 2** Difraktogram Sampel hasil pemanasan pada suhu 500, 600, dan 700 °C dengan sumber karbon melalui proses pengarangan (A) dan tanpa pengarangan (B)

Pada sampel SiC 500 A, SiC 600 A, dan SiC 700 A tampak puncak yang paling tajam berada pada  $2\theta = 28^\circ$  yang menunjukkan adanya Si yang terbentuk akibat adanya SiO<sub>2</sub> dan Si yang tidak bereaksi dengan karbon membentuk SiC. Selain Si, terdapat pula puncak yang menunjukkan adanya *forsterite* akibat adanya silika yang bereaksi dengan Mg<sup>[10]</sup>. Berdasarkan penelitian simon, dkk *forsterite* (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) memiliki nilai puncak difraktogram yang intens pada  $2\theta = 36,7^\circ$ <sup>[11]</sup>.

### Karakterisasi SEM



**Gambar 3** Sampel 600 A pembesaran 5000 kali (Kiri), dan 10000 kali (Kanan)

Sampel yang diuji SEM adalah sampel SiC 600 A, karena sampel ini memberikan puncak difraktogram SiC yang paling baik dibandingkan yang lainnya. Uji SEM dilakukan pada pembesaran 5000 kali pada 5 µm dan 10000 kali pada 1 µm. Hasil SEM ditunjukkan pada **Gambar 3**.

Hasil pencitraan dari sampel SiC 600 A hampir sama dengan hasil SEM dari penelitian Hsun-Chi Li, dkk<sup>[12]</sup>. Pencitraan menunjukkan bahwa SiC merupakan bagian partikel yang berukuran besar. Sementara bagian yang berukuran kecil disekitarnya adalah Si. Partikel SiC berbentuk seperti bongkahan dengan beberapa sisi yang datar dan berukuran cukup besar. Partikel SiC berbentuk seperti bongkahan dengan beberapa sisi datar dan berukuran cukup besar. Selain itu pada gambar hasil perbesaran 5000 kali juga menunjukkan adanya *fosterite* yang memiliki morfologi berupa agregat, dan hasil pencitraan ini mirip dengan hasil penelitian dari Simon Sembiring, dkk<sup>[11]</sup>.

## KESIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Silikon karbida berhasil disintesis dari silika gel hasil ekstraksi abu sekam padi dan karbon hasil pengarangan kayu, dan
2. Silikon karbida hasil sintesis berdasarkan analisis FTIR menghasilkan puncak pada bilangan gelombang  $823,047\text{ cm}^{-1}$  (SiC 500 A),  $825,889\text{ cm}^{-1}$  (SiC 500 B),  $839,006\text{ cm}^{-1}$  (SiC 600 A),  $821,710\text{ cm}^{-1}$  (SiC 600 B),  $857,551\text{ cm}^{-1}$  (SiC 700 A), dan  $804,575\text{ cm}^{-1}$  (SiC 700 B), sementara berdasarkan analisis XRD menghasilkan puncak difraktogram pada  $2\theta$   $35,7952$  (SiC 500 A),  $35,6502$  (SiC 600 A), dan  $35,7093$  (SiC 700 A). Pada pencitraan SEM terdapat bentuk partikel bongkahan dengan beberapa sisi datar.
3. Berdasarkan hasil karakterisasi, silikon karbida berhasil terbentuk pada sampel dengan sumber karbon mengalami proses pengarangan (A), dan suhu yang menghasilkan produk paling baik adalah  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Sriyanti, Taslimah, Nuryono, dan Narsito. (2005): Sintesis Bahan Hibrida Amino-Silika dari Abu Sekam Padi Melalui Proses Sol-Gel, JKSA, 1(VIII), 1-10.
- [2] I. Pratomo, S. Wardhani dan D. Purwonugroho. (2013): Pengaruh Teknik Ekstraksi dan Konsentrasi HCl dalam Ekstraksi Silika dari Sekam Padi untuk Sintesis Silika Xerogel, Kimia Student Journal, 1(2), 358-364.
- [3] J. Anggono, S. Tjitro dan E. Wijaya. (2007): Pembuatan Keramik Silikon Karbida Menggunakan Campuran Serbuk Kayu Meranti dan Silikon, Seminar Nasional Teknik Mesin Ke-2, 14-15.
- [4] S. P. Damanik. (2012): Pembuatan Silikon Karbida (SiC) dari Pasir Silika ( $\text{SiO}_2$ ) dan Karbon dengan Kapasitas Produksi 20000 Ton/Tahun, Fakultas Teknik Universitas Sumatera Utara, Medan.
- [5] M. Dasog, L. F. Smith, T. K. Purkait, J. G dan C. Veinot. (2013): Low Temperature Synthesis of Silicon Carbide Nanomaterials Using a Solid-state Method, ChemComm, 62(49), 7004-7006.
- [6] Suparman. (2010): Sintesis Silikon Karbida (SiC) dari Silika Sekam Padi dan Karbon Kayu dengan Metode Reaksi Fasa Padat, Sekolah Pascasarjana Intitut Pertanian Bogor, Bogor.
- [7] I. Hadi, M. Arsa dan I. W. Sudiarta. (2013): Sintesis Silika Gel dari Abu Sekam Padi dan Abu Limbah Pembakaran Batu-Bata dengan Metode Presipitasi, Jurnal Kimia, 1(7), 31-38.
- [8] A. Gubernat, W. Pichor, R. Lach, D. Zientara, M. Sitarz dan M. Springwald. (2017): Low-temperature Synthesis of Silicon Carbide Powder Using Shungite, Ceramica y Vidrio, 56, 39-46.
- [9] L. G. Ceballos-Mendivil, R. E. Cabanillas-Lopez, J. C. Tanori-Cordova, R. Murrieta-Yesca, C. A. Perez-Rabago, H. I. Villafan-Vidales, C. A. Arancibia-bulnes dan C. A. Estrada. (2015): Synthesis of Silicon Carbide using Concentrated Solar Energy, Solar Energy, 116, 238-246.

- [10] K. H. Kim, D. J. Lee, K. M. Cho, S. J. Kim, J. K. Park dan H. T. Jung. (2015): Complete Magnesiothermic Reduction Reaction of Vertically Aligned Mesoporous Silica Channels to Form Pure Silicon Nanoparticles, *Scientific Report*, 9014(5), 1-7.
- [11] S. Sembiring, A. Riyanto, W. Simanjuntak dan R. Situmeang. (2017): Effect of MgO-SiO<sub>2</sub> Ratio on The Forsterite (Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub>) Precursors Characteristic Derived From Amorphous Rice Husk Silica, *Oriental Journal of Chemistry*, 4(33), 1828-1836.
- [12] H.-C. Li dan W.-S. Chen. (2017 ): Recovery of Silicon Carbide from Waste Silicon Slurry by Using Flotation," *Energy Procedia*, 136, 53-59.

## FORTIFIKASI YOGHURT DENGAN EKSTRAK DAUN KELOR (*Moringa oleifera*) SEBAGAI SUMBER KALIUM

Florentina Maria Titin Supriyanti<sup>a</sup>, Zackiyah<sup>a</sup>, Gine Ariani<sup>a</sup>

a) Universitas Pendidikan Indonesia, Jln. Dr. Setiabudi no: 229 Bandung.

e-mail: florentinasupriyanti@yahoo.co.id

### ABSTRAK

Yoghurt merupakan salah satu produk olahan susu yang kaya akan nutrisi dan memiliki manfaat dalam bidang kesehatan karena mengandung probiotik, namun demikian kandungan kalium pada yoghurt diketahui cukup rendah, sehingga perlu ditingkatkan. Salah satu cara meningkatkan kandungan kalium pada yoghurt melalui fortifikasi. Daun kelor diketahui banyak mengandung kalium, yaitu sebanyak 1498,75 mg/100 g bahan, maka sangat potensial untuk dijadikan fortifikan sebagai sumber kalium. Tujuan dari penelitian ini adalah menghasilkan yoghurt terfortifikasi kalium bersumber dari ekstrak daun kelor yang disukai oleh konsumen. Metode yang digunakan meliputi determinasi tumbuhan, ekstraksi daun kelor menggunakan teknik maserasi dan uji fitokimia, produksi dan fortifikasi yoghurt, analisis total padatan serta pH yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor, uji hedonik, uji kandungan kalium dan kandungan protein yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor. Hasil penelitian menunjukkan ekstrak daun kelor yang diperoleh sebesar 24,06%. Uji fitokimia menunjukkan bahwa ekstrak daun kelor mengandung tanin. Tanin merupakan zat antinutrisi karena dapat membentuk kompleks dengan protein. Yoghurt terfortifikasi didapat melalui penambahan ekstrak daun kelor sebanyak 3% (Y1), 5% (Y2), dan 7% (Y3). Analisis total padatan dan pH menunjukkan yoghurt terfortifikasi telah memenuhi syarat mutu yoghurt. Hasil uji kandungan kalium dan protein menunjukkan bahwa kandungan keduanya lebih tinggi pada yoghurt terfortifikasi dibandingkan pada yoghurt tanpa fortifikasi. Hasil uji hedonik menunjukkan bahwa yoghurt yang paling disukai dari parameter aroma dan rasa adalah yoghurt dengan penambahan ekstrak daun kelor 5%, sedangkan dari parameter tekstur dan warna yang paling disukai adalah yoghurt dengan penambahan ekstrak daun kelor 3%.

**Kata kunci:** daun kelor, fortifikasi, kandungan kalium, kandungan protein, yoghurt

### PENDAHULUAN

Minat masyarakat terhadap produk pangan saat ini tidak hanya berorientasi pada rasa dan kandungan nutrisinya saja, tetapi juga produk yang memberikan pengaruh baik terhadap kesehatan. Salah satu produk pangan yang termasuk kategori tersebut yaitu yoghurt. Yoghurt merupakan salah satu produk diversifikasi susu yang memiliki manfaat baik dalam bidang kesehatan dan diproduksi melalui proses fermentasi, serta mempunyai tekstur semi padat dengan cita rasa khas dan segar<sup>[1]</sup>. Yoghurt juga merupakan salah satu bentuk olahan susu fermentasi yang dapat menjadi solusi bagi penderita alergi susu sapi<sup>[2]</sup>, karena memiliki fungsi probiotik yang dapat membantu pencernaan laktosa bagi penderita *lactose intolerance*, meningkatkan sistem imunitas, serta membantu absorpsi nutrisi<sup>[3]</sup>. Sejauh ini, fortifikasi yoghurt menggunakan antioksidan telah dilakukan oleh peneliti sebelumnya diantaranya dengan penambahan ekstrak biji anggur<sup>[4]</sup>, ekstrak kulit delima<sup>[5]</sup>, serta ekstrak ginseng merah<sup>[6]</sup>. Berdasarkan *United States Department of Agriculture*<sup>[7]</sup>, yoghurt memiliki kandungan kalium sebesar 141 mg/100 g bahan. Angka tersebut tergolong rendah sehingga perlu dilakukan fortifikasi untuk meningkatkan kandungan kalium, diantaranya dengan menggunakan daun kelor.

Daun kelor (*Moringa oleifera*) memiliki kandungan nutrisi yang dapat bermanfaat untuk perbaikan gizi karena mengandung sejumlah serat, mineral diantaranya kalium sekitar 1490 mg/100 g bahan, serta vitamin A, B, dan C yang cukup tinggi<sup>[8] [9]</sup>. Selain itu, daun kelor juga mengandung kuersetin dan kaempferol<sup>[10]</sup>, tokoferol, karotenoid<sup>[11]</sup> yang berperan sebagai antioksidan, serta sejumlah besar asam amino esensial dan kaya akan asam alfa linoleat<sup>[12]</sup>.

Kalium tergolong dalam mineral makro yang perkiraan kebutuhannya bagi orang dewasa sekitar 2000 mg/hari [13]. Kalium merupakan ion intraselular, yang berperan dalam mengatur keseimbangan asam-basa, isotonik sel serta dalam mekanisme pertukaran dengan natrium. Selain itu kalium juga mengaktivasi banyak reaksi enzimatik dan proses fisiologi, seperti transmisi impuls di saraf dan otot, kontraksi otot dan metabolisme karbohidrat [14]. Oleh karena itu, fortifikasi yoghurt menggunakan ekstrak daun kelor sebagai sumber kalium perlu dilakukan.

Selain beberapa kandungan nutrisi yang dimilikinya, daun kelor juga mengandung zat antinutrisi seperti tanin yang dapat menghambat penyerapan nutrisi di dalam tubuh karena dapat membentuk kompleks dengan protein. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui pengaruh penambahan ekstrak daun kelor terhadap kandungan proteinnya. Pemanfaatan daun kelor yang pernah dilakukan diantaranya pada pembuatan roti [15], pembuatan mi [16], serta pada pembuatan cookies dan brownis [17] yang semuanya menunjukkan hasil bahwa penambahan daun kelor meningkatkan nilai gizi yang cukup signifikan. Penelitian ini dilakukan untuk menghasilkan yoghurt terfortifikasi kalium bersumber dari ekstrak daun kelor yang disukai konsumen.

## BAHAN DAN METODA

### *Alat*

Alat yang digunakan meliputi neraca analitik, gelas kimia, corong Buchner, labu Erlenmeyer, gelas ukur, *hot plate*, *rotary evaporator*, tabung reaksi, pipet tetes, inkubator, labu takar, termometer 100°C, spektrofotometer serapan atom, oven, pH meter, spektrofotometer UV-Vis, panci, blender dan saringan.

### *Bahan*

Bahan yang digunakan adalah daun kelor, susu sapi, *starter* yoghurt mengandung bakteri *Lactobacillus bulgaricus* dan *Streptococcus thermophilus*, gula, aqua demineralisasi, kertas saring, *milipore filter*, FeCl<sub>3</sub>, HNO<sub>3</sub> 65%, kasein, NaOH, pereaksi Biuret.

### *Metoda*

#### **Preparasi Daun Kelor**

Daun kelor basah dipilih dan ditimbang sebanyak 1 kg. Kemudian dikeringkan di udara terbuka, dihaluskan dan dimaserasi<sup>[18]</sup>.

#### **Ekstraksi Daun Kelor**

Serbuk daun kelor dimaserasi selama 3 × 24 jam dengan aqua demineralisasi (10 g per 100 mL). Penggantian pelarut dilakukan setiap 1 × 24 jam. Maserat yang diperoleh disaring dan diuapkan dengan *rotary evaporator* hingga diperoleh ekstrak kental daun kelor. Ekstrak yang diperoleh disaring kembali menggunakan Sartorius *Filter Cellulose* untuk selanjutnya ditambahkan pada yoghurt.

### **Uji Tanin**

Uji tanin dilakukan dengan penambahan beberapa tetes larutan  $\text{FeCl}_3$  1% pada 1 mL ekstrak daun kelor. Hasil positif yang menunjukkan keberadaan tanin ditandai oleh timbulnya warna hijau kebiruan.

### **Pembuatan Yoghurt**

Susu murni dipanaskan pada suhu  $85^\circ\text{C}$  selama 30 menit sambil diaduk perlahan. Kemudian susu didinginkan sampai suhu  $44^\circ\text{C}$  dan ditambahkan 5% (v/v) *starter* yoghurt yang mengandung bakteri *Lactobacillus bulgaricus* dan *Streptococcus thermophilus*. Selanjutnya susu diinkubasi pada suhu  $44^\circ\text{C}$  selama 4 jam selanjutnya ditambahkan larutan gula sebanyak 15% (v/v). Yoghurt disimpan di lemari pendingin hingga siap untuk digunakan.

### **Fortifikasi Yoghurt**

Ekstrak daun kelor ditambahkan ke dalam yoghurt dengan tiga variasi konsentrasi, yaitu 3% (Y1); 5% (Y2); dan 7% (Y3)<sup>[19]</sup>. Campuran kemudian diaduk hingga merata dan disimpan dalam lemari es hingga siap untuk digunakan.

### **Analisis Total Padatan dan pH**

Analisis total padatan dan pH dilakukan dengan menggunakan metode AOAC<sup>[20]</sup>.

### **Uji Hedonik Yoghurt Terfortifikasi Ekstrak Daun Kelor**

Ketiga sampel yoghurt yang terfortifikasi ekstrak daun kelor, yakni 3% (Y1), 5% (Y2), 7% (Y3), dan kontrol (Y0) disajikan dalam wadah yang telah diberi kode sampel berbeda. Kemudian ketiga sampel tersebut dianalisis sifat sensorisnya oleh 35 panelis tidak terlatih dengan skala 1-3 (1=sangat tidak suka, 2=cukup suka, 3=suka). Sifat sensoris yang dianalisis yaitu rasa, aroma, tekstur, dan warna dari produk yoghurt. data yang diperoleh kemudian diolah menggunakan *IBM SPSS Statistics 25*.

### **Uji Kandungan Kalium**

Sebanyak 5 g sampel ditimbang dan dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer. Ditambahkan 25 mL  $\text{HNO}_3$  65% v/v dan dibiarkan di suhu ruang selama 24 jam. Campuran dipanaskan di atas *hot plate* pada suhu sekitar  $100^\circ\text{C}$  selama 2 jam atau lebih hingga terbentuk larutan kuning jernih dan uap nitronya hilang. Kemudian diencerkan dengan aquades hingga 100 mL. Sebanyak 5 mL larutan sampel diencerkan hingga 100 mL dan diukur menggunakan AAS pada panjang gelombang 766,5 nm<sup>[20]</sup>.

### **Uji Kandungan Protein**

Uji kandungan protein dilakukan dengan metode Biuret dengan panjang gelombang maksimum hasil pengukuran larutan deret standar.

## **DISKUSI**

### **Hasil Preparasi Daun Kelor**

Sampel yang digunakan yaitu daun kelor segar (*Moringa oleifera*) sebanyak 1000 gram yang dikeringkan di udara terbuka selama  $\pm 2$  minggu<sup>[18]</sup> yang bertujuan untuk mengurangi kadar air sehingga memiliki daya simpan lebih lama, mencegah reaksi enzimatik, serta diketahui memiliki kandungan nutrisi yang lebih tinggi dibandingkan daun segar<sup>[21]</sup>. Daun kelor kering dihaluskan sehingga diperoleh serbuk halus daun kelor, berwarna hijau yang memiliki luas permukaan besar

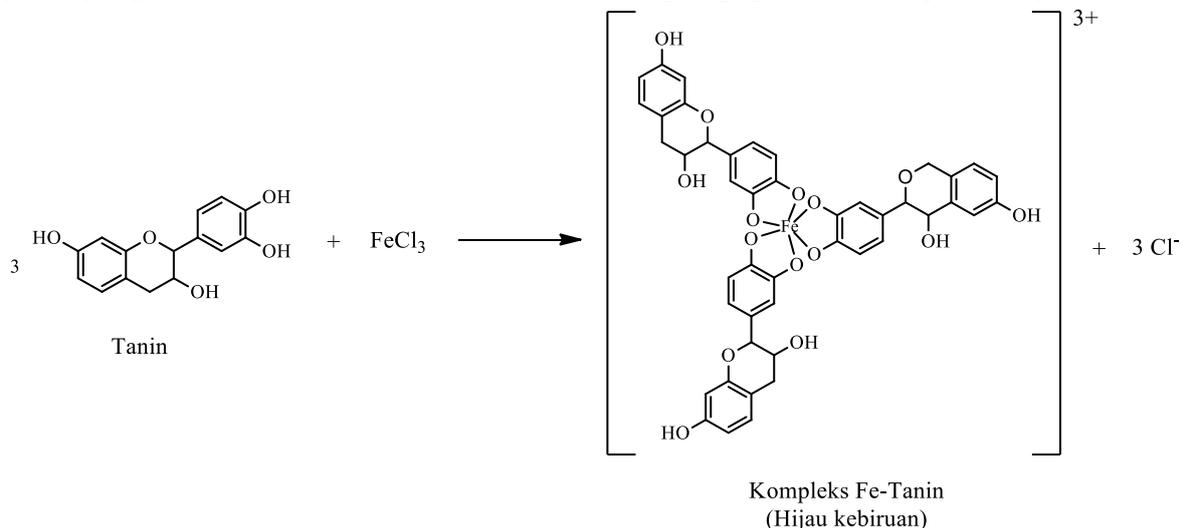
untuk proses ekstraksi sehingga diperoleh hasil ekstraksi yang lebih maksimal. Serbuk daun kelor yang diperoleh sebesar 14,17% .

### Hasil Ekstraksi Daun Kelor

Pada penelitian ini digunakan metode ekstraksi dingin dengan cara maserasi. Maserasi dilakukan dengan merendam serbuk daun kelor dalam aqua demineralisasi dengan perbandingan 1:10 (b/v) selama 3 x 24 jam pada suhu kamar dengan penggantian pelarut setiap 24 jam. Hasil ekstraksi daun kelor berupa cairan berwarna coklat berbau khas, kemudian dilakukan evaporasi hingga diperoleh ekstrak kental dengan rendemen sebesar 24,06%. Ekstrak kental yang diperoleh disterilisasi secara mekanik (filtrasi) menggunakan *Filter Cellulose* dengan ukuran pori 0,2  $\mu\text{m}$ . Sterilisasi secara mekanik dilakukan dengan melewati cairan pada suatu saringan yang berpori sangat kecil dikarenakan bakteri biasanya berukuran 0,5-1,0 x 2,0-5,0  $\mu\text{m}$  <sup>[22]</sup> sehingga mikroba akan tertahan pada saringan tersebut.

### Hasil Uji Tanin

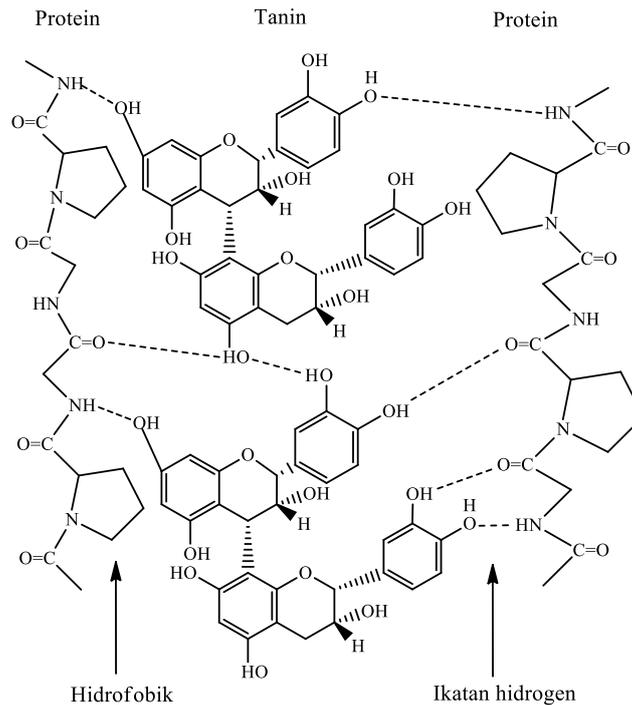
Hasil uji menunjukkan bahwa ekstrak daun kelor mengandung tanin dengan terbentuknya larutan biru kehijauan yang dihasilkan dari reaksi larutan  $\text{FeCl}_3$  dengan gugus hidroksil pada senyawa tanin.



**Gambar 1.** Reaksi pada uji tanin

Tanin merupakan senyawa kimia yang tergolong dalam senyawa polifenol <sup>[23]</sup>. Tanin mempunyai kemampuan mengendapkan protein, karena tanin mengandung sejumlah kelompok ikatan fungsional yang kuat dengan molekul protein yang selanjutnya akan menghasilkan ikatan silang yang besar dan kompleks yaitu protein tanin <sup>[24]</sup> .

Tanin dikenal sebagai senyawa antinutrisi karena kemampuannya membentuk ikatan kompleks dengan protein. Kemampuan tanin untuk mengendapkan protein ini disebabkan karena tanin memiliki sejumlah gugus fungsional yang dapat membentuk kompleks kuat dengan molekul-molekul protein. Oleh karena itu, secara umum tanin dianggap sebagai antinutrisi yang merugikan. Ikatan antara tanin dan protein sangat kuat sehingga protein tidak mampu tercerna oleh saluran pencernaan. Pembentukan kompleks ini terjadi karena adanya ikatan hidrogen, interaksi hidrofobik, dan ikatan kovalen antara kedua senyawa tersebut <sup>[25]</sup>.



**Gambar 2.** Interaksi tanin dengan protein

Menurut Ariningsih <sup>[26]</sup>, ikatan kovalen terbentuk apabila tanin telah mengalami oksidasi dan membentuk polimer kuinon yang selanjutnya melalui reaksi adisi eliminasi atom N dari gugus asam amino protein menggantikan atom oksigen dari senyawa polikuinon. Ikatan hidrogen yang terbentuk merupakan ikatan antara atom H yang polar dengan atom O baik dari protein (dari asam amino yang memiliki rantai samping non-polar) atau tanin (cincin benzena), adapun yang mendominasi kekuatan ikatan ini adalah ikatan hidrogen dan interaksi hidrofobik. Pembentukan ikatan antara tanin-protein dipengaruhi oleh beberapa faktor, yaitu (1) karakteristik protein, seperti komposisi asam amino, struktur, titik isoelektrik dan bobot molekul, (2) karakteristik tanin, seperti berat molekul, struktur, dan heterogenitas tanin, (3) kondisi pereaksi, seperti pH, suhu, waktu, komposisi pelarut. Semakin rendah pH, jumlah tanin yang berinteraksi semakin kecil. Hal ini menunjukkan penurunan afinitas tanin terhadap protein untuk membentuk kompleks dikarenakan adanya efek elektrostatik dari protein, dimana pada pH rendah gugus hidroksil fenol terionisasi maka tanin tidak berinteraksi dengan protein. Menurut Makkar, dkk. <sup>[25]</sup>, keberadaan sejumlah gugus fungsional pada tanin akan menyebabkan terjadinya pengendapan protein, selain membentuk kompleks dengan protein bahan pangan, tanin juga berikatan dengan protein mukosa sehingga mempengaruhi daya penyerapan terhadap nutrisi.

### Produksi dan Fortifikasi Yoghurt

Pembuatan yoghurt diawali dengan melakukan pasteurisasi susu untuk membunuh bakteri patogen yang dapat menghambat pertumbuhan bakteri biakan selama proses fermentasi. Setelah pasteurisasi, susu didinginkan hingga mencapai suhu 45°C untuk selanjutnya dilakukan inokulasi bakteri biakan. Jika inokulasi dilakukan pada saat suhu masih 85°C maka bakteri biakan akan mati. Hal tersebut dikarenakan suhu optimum untuk inokulasi bakteri biakan pada media susu berkisar antara 40-45°C. Penambahan bakteri biakan *Lactobacillus bulgaricus* dan *Streptococcus thermophilus* sebanyak 3-5% dari volume susu, lalu diinkubasi pada suhu 40-45°C selama 4-6 jam hingga keasaman yang diinginkan tercapai yaitu 0,7-1% (asam laktat). Produk yoghurt yang dihasilkan berupa cairan

berwarna putih agak kental dengan rasa asam dan konsistensi yang homogen sesuai dengan syarat mutu SNI.

Produk yoghurt yang dihasilkan selanjutnya siap difortifikasi dengan ekstrak daun kelor. Produk yoghurt dibuat dalam 4 varian konsentrasi dengan kode sampel berbeda, yaitu yoghurt tanpa fortifikasi (Y0), yoghurt dengan penambahan 3% ekstrak (Y1), yoghurt dengan penambahan 5% ekstrak (Y2), dan yoghurt dengan penambahan 7% ekstrak (Y3). Hasil fortifikasi yoghurt menunjukkan perbedaan yang cukup signifikan dari segi warna dikarenakan ekstrak daun kelor yang berwarna coklat. Semakin banyak penambahan ekstrak daun kelor, maka warna yoghurt semakin coklat.

### **Hasil Analisis Total Padatan dan pH Yoghurt Terfortifikasi Ekstrak Daun Kelor**

Analisis total padatan dan pH yoghurt terfortifikasi dilakukan untuk mengetahui apakah produk yoghurt yang dihasilkan sesuai dengan syarat mutu yang telah ditetapkan. Hasil analisis total padatan dan pH yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor dapat dilihat pada **Tabel 1**.

**Tabel 1.** Hasil analisis total padatan dan pH yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor

Sampel	Total Padatan (%)	pH
Y0	13,84	4,34
Y1	14,57	4,37
Y2	15,52	4,42
Y3	17,27	4,44

Keterangan :

Y0 : Yoghurt tanpa penambahan ekstrak daun kelor (kontrol)

Y1 : Yoghurt dengan penambahan 3% ekstrak daun kelor

Y2 : Yoghurt dengan penambahan 5% ekstrak daun kelor

Y3 : Yoghurt dengan penambahan 7% ekstrak daun kelor

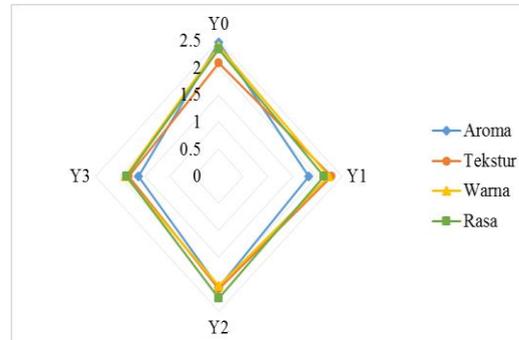
Berdasarkan **Tabel 1**, total padatan produk yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor berada pada rentang 13,84% - 17,27% yang telah memenuhi syarat mutu yoghurt SNI yaitu minimal 8,2%. Total padatan diperoleh dari pengurangan terhadap hasil pengujian kadar air. Kadar air yang tinggi dapat mempercepat kemungkinan kerusakan yoghurt. Semakin tinggi kadar air yoghurt, maka mutu yoghurt akan turun.

Menurut Koswara<sup>[27]</sup>, penurunan pH akan berakibat pada peningkatan keasaman yoghurt akibat peningkatan asam laktat. Kasein merupakan protein utama dalam susu yang terpengaruh oleh perubahan pH atau keasaman. Jika pH susu menjadi sekitar 4,6 atau lebih rendah, maka kasein tidak stabil dan terkoagulasi (menggumpal) sehingga membentuk gel pada yoghurt. Gel yoghurt ini berbentuk semi solid (setengah padat) dan menentukan tekstur yoghurt. Selain berperan dalam pembentukan gel yoghurt, asam laktat juga memberikan ketajaman rasa, rasa asam dan menimbulkan aroma khas pada yoghurt. Asam yang terkandung dalam yoghurt merupakan produk utama yang dapat merupakan ciri khas rasa yoghurt<sup>[28]</sup>.

### **Hasil Uji Hedonik Yoghurt Terfortifikasi Ekstrak Daun Kelor**

Produk yoghurt yang telah difortifikasi selanjutnya diuji tingkat keberterimaannya melalui uji hedonik. Uji hedonik bertujuan untuk mengetahui apakah suatu produk dapat diterima panelis. Panelis diminta untuk menilai dan memberikan tanggapan berdasarkan tingkat kesukaan terhadap produk yoghurt. Uji hedonik pada yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor dilakukan oleh 35 orang panelis tidak terlatih. Parameter uji yang digunakan meliputi aroma, warna, tekstur, dan rasa.

Penilaian terhadap parameter tersebut berdasarkan skor dari skala 1-3 dengan kriteria 1 = sangat tidak suka, 2 = cukup suka, 3 = suka. Sampel yang diuji yaitu yoghurt kontrol (Y0), yoghurt dengan penambahan 3% ekstrak (Y1), yoghurt dengan penambahan 5% ekstrak (Y2), dan yoghurt dengan penambahan 7% ekstrak (Y3). Hasil uji hedonik dapat dilihat pada **Gambar 3**.



**Gambar 3.** Grafik jaring laba-laba tingkat kesukaan panelis terhadap produk yoghurt berdasarkan parameter aroma, tekstur, warna, dan rasa

Pada parameter aroma, panelis rata-rata menyukai yoghurt dengan kode sampel Y2, yaitu yoghurt dengan penambahan 5% ekstrak daun kelor. Dipilihnya yoghurt Y2 sebagai produk yang disukai panelis dikarenakan aroma yoghurt dengan penambahan 5% ekstrak daun kelor paling mendekati yoghurt kontrol.

Pada parameter tekstur, panelis rata-rata menyukai yoghurt dengan kode sampel Y1, yaitu yoghurt dengan penambahan ekstrak daun kelor sebanyak 3%. Dipilihnya yoghurt Y1 sebagai produk yang disukai panelis dikarenakan tekstur yoghurt yang cenderung tidak secair yoghurt yang lainnya. Semakin banyak penambahan ekstrak daun kelor, tekstur yoghurt cenderung sedikit lebih cair sehingga kurang disukai panelis.

Pada parameter warna, panelis rata-rata menyukai yoghurt dengan kode sampel Y1, yaitu yoghurt dengan penambahan ekstrak daun kelor sebanyak 3%. Dipilihnya yoghurt Y1 sebagai produk yang disukai panelis dikarenakan warna yoghurt terfortifikasi ini paling mendekati warna yoghurt kontrol. Semakin banyak penambahan ekstrak daun kelor, warna yoghurt menjadi agak kecoklatan sehingga kurang disukai oleh panelis.

Pada parameter rasa, panelis rata-rata menyukai yoghurt dengan kode sampel Y2, yaitu yoghurt dengan penambahan 5% ekstrak daun kelor. Dipilihnya yoghurt Y2 sebagai produk yang disukai panelis menandakan penambahan volume ekstrak daun kelor sebanyak 5% paling mendekati rasa yoghurt kontrol.

Data hasil uji hedonik yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor pada parameter aroma, tekstur, warna, dan rasa dianalisis dengan uji statistik menggunakan aplikasi *IBM SPSS Statistics 25*. Uji yang dilakukan berupa uji normalitas data dengan uji *Kolmogorov-Smirnov* untuk mengetahui normal atau tidaknya data yang diperoleh. Batas kepercayaan yang digunakan yaitu 95% sehingga jika nilai *Asymp. Sig.*  $\geq 0,05$  maka data yang diperoleh normal, sedangkan jika nilai *Asymp. Sig.*  $\leq 0,05$  maka data yang diperoleh tidak normal.

Berdasarkan hasil uji *Kolmogorov-Smirnov* yoghurt terfortifikasi pada parameter aroma, tekstur, warna, dan rasa, diperoleh nilai *Asymp. Sig.*  $\leq 0,05$  sehingga data yang diperoleh tidak normal. Oleh karena itu, perlu dilakukan uji *Kruskal-Wallis* untuk mengetahui apakah terdapat perbedaan secara

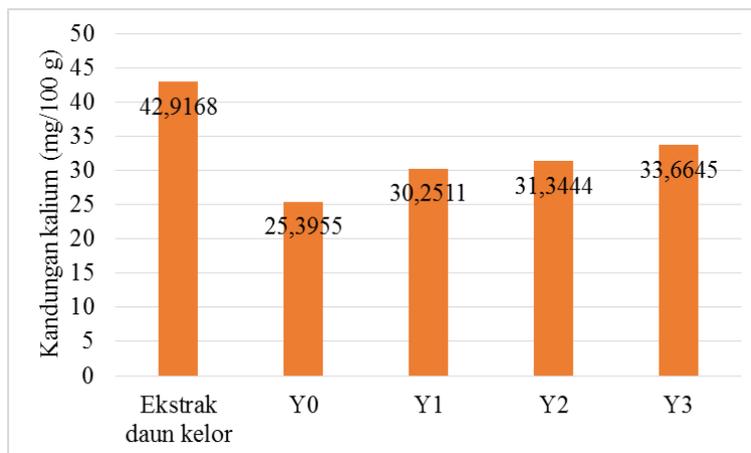
nyata pada tingkat kesukaan panelis dari keseluruhan sampel yang diuji. Batas kepercayaan yang digunakan yaitu 95% sehingga jika nilai *Asymp. Sig.* > 0,05 maka tidak ada perbedaan nyata dari keseluruhan sampel yang diuji sedangkan jika nilai *Asymp. Sig.* < 0,05 maka terdapat perbedaan secara nyata dari keseluruhan sampel yang diuji.

Hasil uji *Kruskal-Wallis* menunjukkan bahwa parameter aroma, tekstur, dan warna memiliki nilai *Asymp. Sig.* < 0,05 yang artinya fortifikasi ekstrak daun kelor terhadap yoghurt menghasilkan perbedaan secara nyata terhadap parameter aroma, tekstur, dan warna. Sedangkan untuk parameter rasa diperoleh nilai *Asymp. Sig.* > 0,05 sehingga fortifikasi ekstrak daun kelor tidak menghasilkan perbedaan secara nyata terhadap rasa sampel yang diuji.

Hasil uji hedonik dari yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor menunjukkan bahwa yang paling disukai panelis dari segi aroma dan rasa yaitu yoghurt dengan penambahan 5% ekstrak (Y2), sedangkan untuk tekstur dan warna yang paling disukai panelis yaitu yoghurt dengan penambahan 3% ekstrak (Y1).

### Hasil Uji Kandungan Kalium

Sampel yang digunakan untuk uji kandungan kalium yaitu ekstrak daun kelor, yoghurt tanpa fortifikasi, dan yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor. Pengukuran sampel dilakukan sebanyak 3 kali. Selanjutnya dihitung konsentrasi kalium dalam mg/100 g bahan. Hasil uji kandungan kalium dapat dilihat pada **Gambar 4**.



**Gambar 4.** Diagram hasil uji kandungan kalium pada ekstrak daun kelor dan yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor

Berdasarkan hasil pengukuran kandungan kalium menggunakan AAS, sampel ekstrak daun kelor mengandung kalium sebanyak 42,92 mg/100 g, sedangkan menurut El-Massry, dkk. <sup>[9]</sup>, daun kelor kering mengandung 1498,75 mg/100 g bahan. Kandungan kalium dari berbagai referensi yang diperoleh diketahui sangat tinggi dikarenakan sampel yang diuji dalam bentuk serbuk. Pada penelitian ini, digunakan metode ekstraksi dengan teknik maserasi menggunakan pelarut air yang menghasilkan kandungan kalium ekstrak daun kelor yang cukup rendah, artinya masih banyak kalium yang belum terekstrak. Hal ini dikarenakan metode ekstraksi yang digunakan belum baku sehingga perlu dicari optimasi kondisi pelarut untuk memperoleh kandungan kalium yang tinggi, seperti yang dilakukan oleh Nweze dan Nwafor <sup>[29]</sup>, yang menggunakan metode ekstraksi panas (dekok) pada daun kelor dengan memperoleh kandungan kalium sebanyak 1620 mg/100 g bahan. Penggunaan metode ekstraksi yang berbeda membuat hasil yang diperoleh juga berbeda.

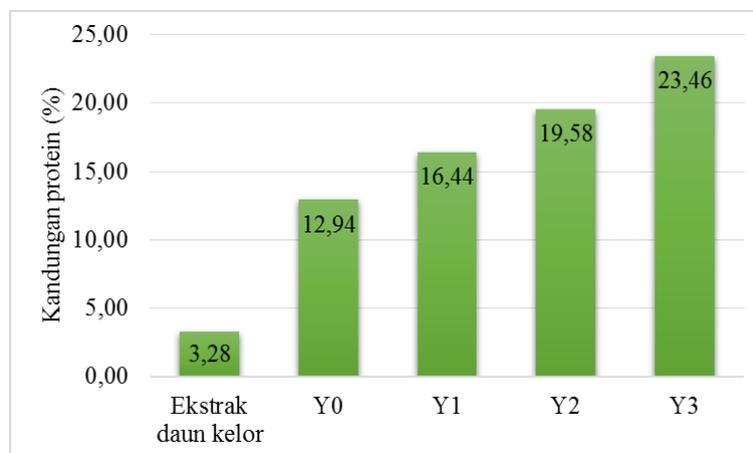
Berdasarkan hasil pengukuran, yoghurt tanpa fortifikasi (Y0) mengandung kalium sebanyak 25,3955 mg/100 g bahan, sedangkan menurut USDA <sup>[7]</sup> (2012), yoghurt mengandung kalium sebanyak 141 mg/100 g bahan. Terjadi penurunan kandungan kalium dikarenakan jenis dan kualitas susu yang digunakan berbeda sehingga kandungan gizi nya pun akan berbeda.

Yoghurt terfortifikasi 3% ekstrak daun kelor (Y1) mengandung kalium sebanyak 30,2511 mg/100 g bahan, yoghurt terfortifikasi 5% ekstrak daun kelor (Y2) mengandung kalium sebanyak 31,3444 mg/100 g bahan, dan yoghurt terfortifikasi 7% kalium (Y3) mengandung kalium sebanyak 33,6645 mg/100 g bahan. Berdasarkan data tersebut, diketahui bahwa terdapat peningkatan kandungan kalium pada yoghurt seiring dengan banyaknya penambahan ekstrak daun kelor. Produk yoghurt dengan penambahan 7% ekstrak daun kelor memiliki kandungan kalium tertinggi.

Kebutuhan kalium dalam tubuh diperkirakan sebanyak 2000 mg per hari untuk orang dewasa, tetapi jumlah ini dapat bervariasi bergantung pada beberapa faktor seperti jenis kelamin, umur, dan massa otot. Kebutuhan minimum kalium diperkirakan sebanyak 782 mg/hari <sup>[30]</sup>. Kebutuhan kalium tidak semata-mata diperoleh hanya dengan mengkonsumsi yoghurt, tetapi juga dari makanan-makanan lain yang kaya akan kalium seperti kacang kedelai, kacang merah, kacang hijau, serta berbagai buah dan sayur lainnya. Pentingnya mengkonsumsi makanan yang mengandung kalium tinggi dikarenakan kalium memiliki fungsi sebagai berikut: kalium merupakan ion bermuatan positif dan terdapat di dalam sel yang berperan dalam pemeliharaan keseimbangan cairan dan elektrolit serta keseimbangan asam dan basa bersama natrium. Bersama kalsium, kalium berperan dalam transmisi saraf dan kontraksi otot. Di dalam sel, kalium berfungsi sebagai katalisator dalam banyak reaksi biologis, terutama metabolisme energi dan sintesis glikogen dan protein <sup>[13]</sup>.

### Hasil Uji Kandungan Protein

Uji kandungan protein dilakukan untuk mengetahui pengaruh kandungan tanin yang terdapat pada ekstrak daun kelor terhadap hasil uji biuret yoghurt. Tanin merupakan senyawa kimia yang tergolong dalam senyawa polifenol <sup>[23]</sup>. Tanin mempunyai kemampuan mengendapkan protein, karena tanin mengandung sejumlah kelompok ikatan fungsional yang kuat dengan molekul protein yang selanjutnya akan menghasilkan ikatan silang yang besar dan kompleks yaitu protein tanin <sup>[24]</sup>. Dalam penelitian ini, pH yang rendah pada yoghurt diharapkan dapat memperkecil kemungkinan adanya interaksi tanin terhadap protein. Hasil uji kandungan protein yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor dapat dilihat pada **Gambar 5**.



**Gambar 5.** Diagram hasil uji kandungan protein pada ekstrak daun kelor dan yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor

Uji kandungan protein dilakukan dengan metode biuret. Uji biuret dilakukan dengan tujuan untuk menentukan adanya senyawa-senyawa yang mengandung ikatan peptida dalam sampel protein berdasarkan pengukuran serapan cahaya oleh ikatan. Prinsip dari analisis protein ini adalah adanya reaksi spesifik suatu senyawa/reagen dengan ikatan peptida. Semakin tinggi kandungan protein dalam sampel, jumlah ikatan peptida semakin banyak.

Yoghurt tanpa fortifikasi (Y0) diketahui memiliki kandungan protein sebanyak 12,94%, sedangkan berdasarkan USDA<sup>[7]</sup>, yoghurt diketahui memiliki kandungan protein sebesar 9%. Yoghurt terfortifikasi 3% ekstrak daun kelor (Y1) memiliki kandungan protein sebesar 16,44%, yoghurt terfortifikasi 5% ekstrak daun kelor (Y2) mengandung protein sebesar 19,58%, dan yoghurt terfortifikasi 7% ekstrak daun kelor (Y3) mengandung protein sebesar 23,46%.

Berdasarkan data tersebut, diketahui bahwa terjadi peningkatan kandungan protein yoghurt seiring dengan semakin banyaknya penambahan ekstrak daun kelor, yang artinya pada kondisi pH yoghurt yang rendah (4,3-4,4) tanin yang terdapat pada ekstrak daun kelor tidak berpengaruh terhadap kandungan protein. Kandungan protein paling tinggi terdapat pada yoghurt dengan 7% penambahan ekstrak daun kelor.

## KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa:

1. Yoghurt terfortifikasi kalium didapat dengan menambahkan tiga varian konsentrasi ekstrak daun kelor, yaitu penambahan 3% ekstrak (Y1), 5% ekstrak (Y2), 7% ekstrak (Y3), dan yoghurt kontrol (Y0).
2. Hasil uji hedonik yoghurt terfortifikasi ekstrak daun kelor yang paling disukai berdasarkan parameter aroma dan rasa yaitu yoghurt dengan penambahan 5% ekstrak daun kelor (Y2), sedangkan untuk parameter tekstur dan warna yaitu pada yoghurt dengan penambahan 3% ekstrak (Y1).
3. Kandungan kalium pada ekstrak daun kelor yaitu sebesar 42,9168 mg/100 g bahan. Kandungan kalium pada yoghurt terfortifikasi lebih tinggi dibandingkan yoghurt tanpa fortifikasi.
4. Kandungan protein pada ekstrak daun kelor yaitu sebesar 3,28% dan yoghurt tanpa fortifikasi (Y0) sebesar 12,94%. Yoghurt terfortifikasi memiliki kandungan protein lebih tinggi dibandingkan yoghurt tanpa fortifikasi, artinya pada kondisi pH yoghurt tanin tidak berpengaruh terhadap kandungan protein.

## REFERENSI

- [1] Akmar, A. (2006). *Aktivitas Protease dan Kandungan Asam Laktat pada Yoghurt yang Dimodifikasi Bifidobacterium bifidum yang Diinokulasi Pseudomonas Fluorescens*. (Skripsi). Program Studi Biokimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- [2] Maitimu, C.V., Anang, M.L., dan Ahman, N.A.B. (2012). Parameter Keasaman Susu Pasteurisasi dengan Penambahan Ekstrak Daun Aileru (*Wrightia caligria*). *Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan*, 1(1): 7-11.
- [3] Widiyaningsih, E.N. (2011). Peran Probiotik untuk Kesehatan. *Jurnal Kesehatan*, 4(1): 14-20.

- [4] Chouchouli, V., Nick, K., Spyros, J.K., Evangelia, K., Dimitris, P.M., dan Vaios, T.K. (2013). Fortification of Yogurts with Grape (*Vitis vinifera*) Seed Extracts. *Food Science and Technology*, 53: 522-529.
- [5] El-Said, M.M., Haggag, H.F., El-Din, H.M.F., Gad, A.S., dan Farahat, A.M. (2014). Antioxidant Activities and Physical Properties of Stirred Yogurt Fortified with Pomegranate Peel Extracts. *Annals of Agricultural Science*, 59(2): 207-212.
- [6] Jung, J., Hyun-Dong, P., Hyun, J.Y., Hye, J.J., Renda, K.C.J., Hee-Sook, J., ... Si-Kyung, L. (2016) Physicochemical Characteristics and Antioxidant Capacity in Yogurt Fortified with Red Ginseng Extract. *Korean J. Food Sci. An.*, 36(3): 412-420.
- [7] United States Department of Agriculture (USDA). (2012). *National Nutrient Database for Standard Reference Legacy Release, Basic Report: 01287, Yogurt, Greek, plain, lowfat*. [Online]. Tersedia: <https://ndb.nal.usda.gov/ndb/foods/show/299513>. (Diakses 22 Februari 2018).
- [8] Fuglie, L.J. (2001). *The Miracle Tree: The multiple Attributes of Moringa*. Dakar, Senegal: Church World Service.
- [9] El-Massry, Fatma, H.M., Mossa, M.E.M., dan Youssef, S.M. (2013). Moringa oleifera Plant “Value and Utilization in Food Processing”. *Egypt. J. Agric. Res.*, 91(4): 1597-1609.
- [10] Coppin, J.P., Yanping, X., Hong, C., Min-Hsiung, P., Chi-Tang, H., Rodolfo, J., ... Qingli, W. (2013). Determination of Flavonoids by LC-MS and Anti-Inflammatory Activity in Moringa oleifera. *Journal of Functional Foods*, 5: 1892-1899.
- [11] Saini, R.K., Prashanth, K.V., Shetty, N.P., dan Giridhar, P. (2014). Elicitors, SA and MJ Enhance Carotenoids and Tocopherol Biosynthesis and Expression of Antioxidant Related Genes in Moringa oleifera Lam. Leaves. *Acta Physiol. Plant.*, 36: 2695-2704.
- [12] Moyo, B., Patrick J.M., Arnold, H., dan Voster, M. (2011). Nutritional Characterization of Moringa (*Moringa oleifera* Lam.) leaves. *African Journal of Biotechnology*, 10(60): 12925-12933.
- [13] Almtsier, S. (2009). *Prinsip Dasar Ilmu Gizi*. Jakarta: PT Gramedia Pustaka Utama.
- [14] Barasi, M. (2007). *Nutrition at a Glance*. Penerjemah: Hermin. (2009). At a Glance: Ilmu Gizi. Jakarta: Penerbit Erlangga
- [15] Bourekoua, H., Renata, R., Urszula, G.D., Leila, B., Mohammed, N.Z., dan Dariusz, D. (2018). Evaluation of Physical, Sensorial, and Antioxidant Properties of Gluten-Free Bread Enriched with Moringa oleifera Leaf Powder. *Eur. Food Res. Technol.*, 244: 189-195.
- [16] Rahayu, W.P. (1998). *Diktat Penuntun Praktikum Penilaian Organoleptik*. Bogor: Fakultas Teknologi Pertanian Institut Pertanian Bogor.
- [17] Zakaria, Salmiah, dan Vani, D.V.F. (2011). Daya Terima dan Analisa Komposisi Gizi pada Cookies dan Brownis Kukus Pandan dengan Substitusi Tepung Daun Kelor (*Moringa oleifera* Lamk.). *Media Gizi Pangan*, 12(2): 11-19.
- [18] Awodele, O., Ibrahim, A.O., Saidi, O., Jaime, A.T.D.S., dan Vincent, O.O. (2012). Toxicological Evaluation of the Aqueous Leaf Extract of Moringa oleifera Lam. (*Moringaceae*). *Journal of Ethnopharmacology*, 139: 330-336.
- [19] Diantoro, A., Muzaki, R., Ratna, B., Hapsari, T.P. (2015). Pengaruh Penambahan Ekstrak Daun Kelor (*Moringa oleifera* L.) Terhadap Kualitas Yoghurt. *Jurnal Teknologi Pangan*, 6(2): 59-66.
- [20] Association of Official Analytical Chemists (AOAC). (1995). *Official Methods of Analysis Chemist. Vol. 1A*. Washington: AOAC, Inc.
- [21] Melo, V., Vargas, N., Quirino, T., dan Calvo, C.M.C. (2013). Moringa oleifera L., an Underutilized Tree with Macronutrients for Human Health. *Emir. J. Food Agric.*, 25(10): 785-789.

- [22] Lestari, P.B. dan Triasih, W.H. (2017). *Mikrobiologi Berbasis Inkuiry*. Malang: Penerbit Gunung Samudera.
- [23] Deaville, E.R., Givens, D.I., dan Mueller Harvey, I. (2010). Chestnut and Mimosa Tannin Silages: Effects in Sheep Differ for Apparent Digestibility, Nitrogen Utilisation and Losses. *Animal Feed Science and Technology*, 157: 129-138.
- [24] Ahadi, M.R. (2003). *Kandungan Tanin Terkondensasi dan Laju Dekomposisi pada Serasah Daun Rhizophora mucronata Lamk pada Ekosistem Tambak Tumpang Sari di Blanakan, Purwakarta, Jawa Barat*. (Skripsi). Fakultas Kehutanan, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- [25] Makkar, H.P.S., Blümmel, M., Borowy, N.K., dan Becker, K. (1993). Gravimetric Determination of Tannins and Their Correlations with Chemical and Protein Precipitation Methods. *J. Sci Food Agric.*, 61: 161-165.
- [26] Ariningsih, K. (2004). *Penambahan Sumber Tanin yang Berbeda dalam Perebusan Telur Asin terhadap Kualitas Mikrobiologi selama Penyimpanan*. (Skripsi). Fakultas Peternakan, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- [27] Koswara, S. (1995). *Jahe dan Hasil Olahannya*. Jakarta: Pustaka Sinar Harapan.
- [28] Askar, S. dan Sugiarto. (2005). *Uji Kimiawi dan Organoleptik Sebagai Uji Mutu Yoghurt*. Bogor: Balai Besar Penelitian Pasca Panen Pertanian.
- [29] Nweze, N. O., dan Felix, I.N. (2014). Phytochemical, Proximate and Mineral Composition of Leaf Extracts of Moringa oleifera Lam. from Nsukka, South-Eastern Nigeria. *IOSR Journal of Pharmacy and Biological Sciences*, 9: 99-103.
- [30] Irawan, M.A. (2007). Cairan Tubuh, Elektrolit dan Mineral. *Sport Science Brief*, 1(1): 53-61.

## PENGARUH BUFER DIALISIS, SUHU, DAN WAKTU PENYIMPANAN TERHADAP AKTIVITAS $\alpha$ -AMILASE DARI *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>

Rija Lailatusy Syifa<sup>a</sup>, Tina Dewi Rosahdi<sup>a</sup>, Anggita Rahmi Hafsari<sup>b</sup>

a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia

b) Jurusan Biologi, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia

e-mail: rijalailatusysyifa36424@gmail.com

### ABSTRAK

$\alpha$ -Amilase sangat dibutuhkan dalam berbagai industri diantaranya dalam industri makanan, farmasi, tekstil, sabun, industri pulp dan kertas, dan industri pertambangan.  $\alpha$ -Amilase dapat diperoleh dari beberapa sumber salah satunya adalah mikroorganisme. Sumber yang digunakan untuk mengisolasi  $\alpha$ -amilase dapat mempengaruhi karakteristik dan kestabilan  $\alpha$ -amilase yang dihasilkan. Pada penelitian ini dilaporkan bahwa  $\alpha$ -amilase berhasil diisolasi dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> dengan cara peremajaan dan kultivasi bakteri dalam media TSB (Trypticase Soy Broth).  $\alpha$ -Amilase difraksinasi dengan metode salting out menggunakan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pada fraksi 60%, 70% dan 80% ammonium sulfat kemudian didialisis menggunakan tiga variasi bufer yang berbeda. Aktivitas  $\alpha$ -amilase ditentukan dengan menggunakan metode DNS dan kadar protein total diukur dengan metode Bradford. Aktivitas spesifik yang paling tinggi diperoleh pada tingkat kejenuhan 60% dengan bufer dialisis optimum kalium fosfat sebesar 6,9892U/mg. Suhu dan waktu penyimpanan mempengaruhi aktivitas spesifik  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>, pada suhu 4 °C aktivitas  $\alpha$ -amilase mengalami penurunan seiring bertambahnya waktu penyimpanan, sedangkan pada suhu -20 °C aktivitas mengalami penurunan drastis pada hari ke-7 dan stabil sampai hari ke-28.

**Kata-kata kunci:**  $\alpha$ -Amilase, *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>, aktivitas spesifik, dialisis, metode DNS, metode Bradford, salting out.

### PENDAHULUAN

Berdasarkan prinsip kimia, amilase bekerja sebagai katalis dengan memecah ikatan-ikatan pada amilum (polisakarida) sehingga membentuk maltosa atau karbohidrat sederhana lainnya <sup>[1]</sup>. Oleh karena itu, enzim ini digunakan dalam industri pangan, industri farmasi, industri sabun, industri pulp dan kertas, serta industri tekstil.  $\alpha$ -Amilase dapat dihasilkan dari berbagai sumber seperti tanaman, binatang, dan yang paling banyak digunakan adalah bersumber dari mikroorganisme karena lebih mudah dan sederhana proses isolasinya dibandingkan dengan enzim yang dihasilkan dari sumber lain <sup>[2]</sup>. Mikroorganisme yang dapat menghasilkan  $\alpha$ -amilase adalah dari bakteri berbentuk batang, seperti *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> yang diisolasi oleh Maulani (2015) dari kawasan rhizosfer dari tanah Karst Citatah Kabupaten Bandung Barat <sup>[3]</sup>.

Produksi  $\alpha$ -amilase dapat dilakukan dengan proses kultivasi media cair, pemisahan metode fraksinasi salting out, dan pemurnian dengan dialisis. Aktivitas enzim hasil fraksinasi akan berbeda setiap fraksinya. Pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Nuraliyah (2017), diketahui bahwa fraksi ammonium sulfat dengan aktivitas spesifik  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> tertinggi ada pada fraksi 70%. Pada proses pemurnian enzim, dilakukan dialisis dengan bufer fosfat 50 mM pH 7 <sup>[4]</sup>.

Selain proses pemurnian enzim, stabilisasi enzim diperlukan untuk menunjang potensi enzim yang berperan sebagai katalis. Salah satu pendekatan yang dapat dilakukan untuk mengetahui kestabilan enzim adalah dengan mengidentifikasi keadaan penyimpanan enzim[5]. Kestabilan  $\alpha$ -amilase yang bersumber dari *Bacillus licheniformis* telah diketahui dapat mempertahankan aktivitas pada suhu penyimpanan  $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Sedangkan pada suhu  $4\text{ }^{\circ}\text{C}$  diketahui bahwa aktivitas spesifik  $\alpha$ -amilase ini menurun seiring bertambahnya waktu [6].

## BAHAN DAN METODA

### *Alat*

Alat-alat yang akan digunakan meliputi erlenmeyer 250 ml, *sentrifuga*, inkubator (oven), gelas kimia ukuran 100 mL, 250 mL dan 1000 mL, pipet mikro 100  $\mu\text{L}$ , pipet ukur 1 mL dan 5 mL, *shaker incubator*, spektrofotometer UV-Vis, neraca analitik, jarum ose, cawan petri, pemanas spiritus, autoklaf, *hot plate*, dan *magnetic stirrer*.

### *Bahan*

Bahan-bahan yang akan digunakan dalam penelitian ini adalah bakteri *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> yang diambil dari Laboratorium Genetika Molekular Jurusan Biologi UIN Sunan Gunung Djati Bandung, medium NA (*nutrien agar*), TSB (*tryptic soy broth*), pati, reagen DNS, alkohol 70 %, akua DM, membran selopan, bufer natrium fosfat, bufer fosfat-sitrat, bufer kalium fosfat, ammonium sulfat, larutan iodium (KI 2% dan I<sub>2</sub> 0,2%), pereaksi Bradford, standar BSA (*bovine serume albumine*), dan BaCl<sub>2</sub>.

### *Prosedur Penelitian*

#### **Uji kualitatif $\alpha$ -amilase**

*Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> dilakukan peremajaan dengan digoreskan pada media padat NA yang mengandung pati 1%. Kemudian diinkubasi selama 18 jam pada suhu  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$  [4]. Bakteri yang telah tumbuh diaktivasi pada suhu  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam, lalu ditambahkan dengan larutan iodine (2% KI dan 0,2% I<sub>2</sub>).

#### **Produksi $\alpha$ -amilase**

$\alpha$ -Amilase diisolasi dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> dengan cara kultivasi di media cair selama 18 jam pada suhu  $35\text{ }^{\circ}\text{C}$  dalam shaker inkubator [4]. Media cair yang ditumbuhi bakteri disentrifugasi 4000 rpm selama 15 menit [7]. Supernatan merupakan ekstrak kasar enzim difraksinasi menggunakan ammonium sulfat pada fraksi 60%, 70%, dan 80%. Endapan enzim yang dihasilkan dilarutkan dalam buffer natrium fosfat pH 7.

#### **Penentuan aktivitas ekstrak kasar $\alpha$ -Amilase**

Aktivitas  $\alpha$ -amilase ditentukan dengan menginkubasi 25  $\mu\text{L}$  ekstrak kasar enzim dan 25  $\mu\text{L}$  pati terlarut (1% w/v) yang dilarutkan dalam 50 mM buffer fosfat pH 7.0 pada suhu  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 10 menit. Reaksi dihentikan dengan menambahkan 50  $\mu\text{L}$  reagen DNS lalu larutan dididihkan selama 10 menit. Campuran reaksi diencerkan dengan akua DM hingga volume 1 mL dan diukur absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer UV Vis pada  $\lambda$  500 nm. Kadar protein larutan enzim diukur dengan metode Bradford dengan menambahkan 500  $\mu\text{L}$  pereaksi Bradford ke dalam 500  $\mu\text{L}$  larutan enzim lalu diukur absorbansi pada  $\lambda$  595 nm [8].

#### **Karakterisasi**

Pengaruh bufer dialisis dilakukan dengan dialisis menggunakan 3 variasi buffer (natrium fosfat, kalium fosfat, fosfat-sitrat) pH 7 pada suhu  $4\text{ }^{\circ}\text{C}$  selama 4 jam dengan penggantian buffer setiap 1 jam. Larutan enzim diuji aktivitas dengan metode yang sama dengan ekstrak kasar. Larutan enzim

dengan aktivitas tertinggi disimpan pada suhu 4 °C dan -20 °C) selama 4 minggu dan diuji aktivitasnya setiap selang waktu 7 hari <sup>[5]</sup>.

## DISKUSI

### Uji Kualitatif $\alpha$ -amilase

Uji kualitatif  $\alpha$ -amilase pada *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> menunjukkan hasil yang positif ditandai dengan terbentuknya zona bening di sekitar bakteri seperti yang terlihat pada **Gambar 1**. Zona bening ini terbentuk karena kandungan pati dalam media di sekitar koloni telah terhidrolisis. Sedangkan adanya warna biru kehitaman di media yang bukan sekitar isolat menandakan bahwa pati belum terhidrolisis sehingga membentuk kompleks dengan iodine <sup>[9]</sup>.



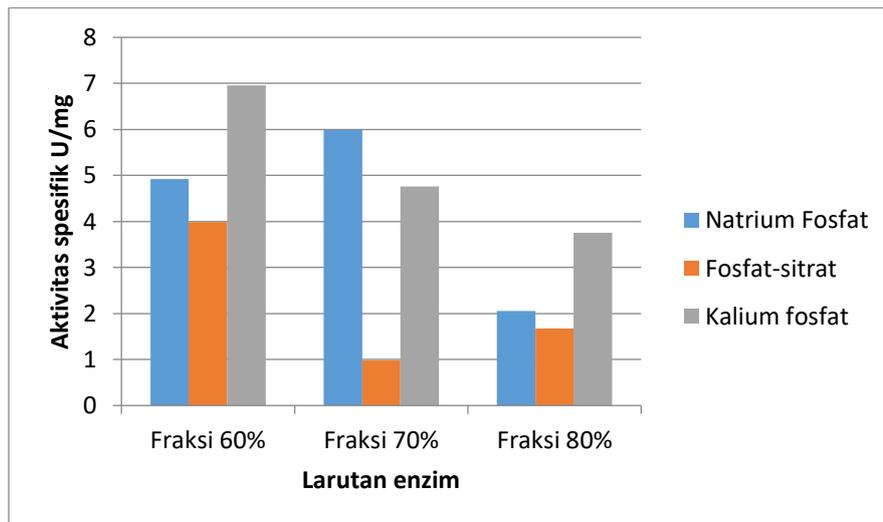
**Gambar 1** Zona Bening sekitar *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>

### Pengaruh bufer dialisis terhadap aktivitas $\alpha$ -amilase pada setiap fraksi (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Aktivitas spesifik enzim terbesar terdapat pada tingkat kejenuhan 60% dengan bufer dialisis kalium fosfat yaitu sebesar 6,9580 U/mg, sedangkan aktivitas spesifik enzim terkecil terdapat pada tingkat kejenuhan 70% dengan bufer dialisis fosfat-sitrat yaitu sebesar 0,9797 U/mg seperti yang terlihat pada **Gambar 2**. Hasil ini berbeda dengan penelitian yang dilakukan Nuraliyah yang menghasilkan aktivitas tertinggi pada fraksi 70% <sup>[4]</sup>. Perbedaan bufer yang digunakan dapat mempengaruhi kemurnian enzim yang diperoleh karena setiap bufer memiliki kapasitas yang berbeda.

Perbedaan penggunaan metode juga dapat menjadi faktor perbedaan hasil dengan penelitian sebelumnya. Metode Fuwa yang digunakan sebelumnya menghitung aktivitas enzim dengan menganalisis pati yang tidak terhidrolisis setelah direaksikan dengan enzim. Pati tersisa ini membentuk kompleks dengan iodine sehingga menghasilkan warna biru <sup>[10]</sup>. Sedangkan metode DNS menghitung aktivitas enzim dengan menganalisis kadar glukosa yang terhidrolisis dari pati oleh enzim <sup>[11]</sup>.

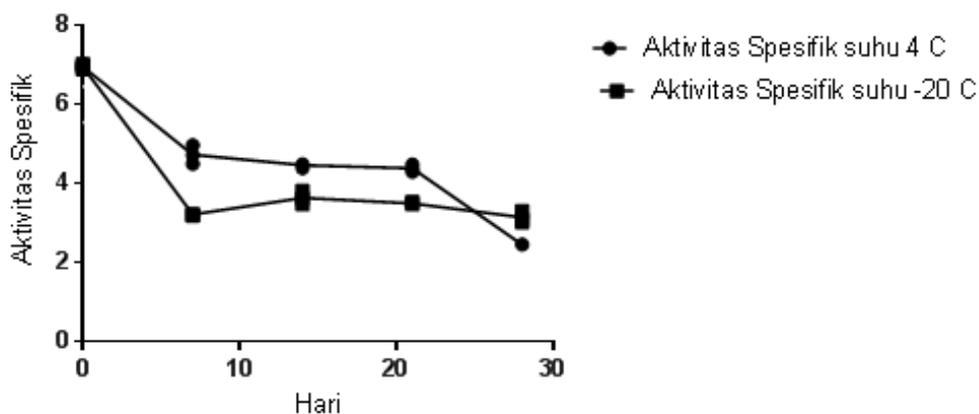
Bufer kalium fosfat merupakan bufer dialisis optimum yang digunakan untuk pemurnian  $\alpha$ -amilase. Hal ini terjadi karena kemampuan unsur kalium yang berperan sebagai proton lebih baik dalam mengikat elektron daripada unsur natrium. Selain itu, dapat dilihat juga dari aktivasi enzim oleh kation logam alkali. Berdasarkan teori, kation logam alkali akan membentuk kompleks enzim dengan sangat lemah. Namun ion K<sup>+</sup> diketahui dapat meningkatkan aktivitas enzim khususnya dalam mengkatalisis reaksi pemindahan fosfor. Ion K<sup>+</sup> dapat mengikat gugus muatan negatif pada bentuk enzim inaktif sehingga dapat berubah menjadi bentuk aktif <sup>[12]</sup>.



**Gambar 2** Grafik pengaruh bufer dialisis terhadap aktivitas  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp.  $K_2Br_5$

### Pengaruh suhu dan waktu penyimpanan

Dari hasil diperoleh diketahui bahwa  $\alpha$ -amilase masih bekerja meskipun disimpan dalam waktu yang cukup lama, namun mengalami penurunan sesuai dengan **Gambar 3**. Baik pada suhu  $4\text{ }^\circ\text{C}$  maupun  $-20\text{ }^\circ\text{C}$  aktivitas spesifik amilase menurun pada hari ke-7. Sedangkan untuk pengukuran selanjutnya, enzim yang disimpan pada suhu  $4\text{ }^\circ\text{C}$  mengalami penurunan aktivitas seiring bertambahnya waktu. Ini terjadi dikarenakan pada suhu  $4\text{ }^\circ\text{C}$  amilase tidak memiliki ketahanan yang cukup untuk mempertahankan aktivitasnya. Penurunan aktivitas spesifik enzim terjadi akibat terjadinya denaturasi protein pada saat penyimpanan. Denaturasi protein akan mendegradasi struktur sekunder, tersier, dan kuaterner pada protein. Proses ini mengakibatkan enzim menjadi inaktif dan hilangnya sisi aktif enzim <sup>[12]</sup>.



**Gambar 1** Grafik pengaruh waktu penyimpanan  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp.  $K_2Br_5$  pada suhu  $4\text{ }^\circ\text{C}$  dan  $-20\text{ }^\circ\text{C}$

### KESIMPULAN

1. Aktivitas spesifik ekstrak kasar  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp.  $K_2Br_5$  sebesar 1,8722 U/mg.
2. Aktivitas spesifik tertinggi  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp.  $K_2Br_5$  hasil fraksinasi adalah fraksi 60% ammonium sulfat dengan bufer dialisis kalium fosfat yaitu sebesar 6,9892 U/mg.

3. Suhu dan waktu penyimpanan mempengaruhi aktivitas spesifik  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>, yaitu terjadi penurunan aktivitas pada suhu 4 °C sedangkan pada suhu -20 °C terjadi penurunan aktivitas pada hari ke-7 dan stabil hingga hari ke-28.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] A. Poedjiadi, *Dasar-dasar Biokimia*. Jakarta: UI Press, 2007.
- [2] D. R. Ningsih, U. Rastuti, and R. Kamaludin, "Karakterisasi Enzim Amilase dari Bakteri *Bacillus amyloliquefaciens*," pp. 39-41, November 2012.
- [3] S. Maulani, "Isolasi dan Identifikasi Bakteri pada Tanah Rhizosper di Kawasan Karst Citatah Kabupaten Bandung Barat serta Aplikasinya pada Perkecambahan Tanaman Cabai Merah (*Capsicum annum L.*)," UIN Sunan Gunung Djati, Bandung, 2015.
- [4] E. Nuraliyah, "Isolasi dan Karakterisasi Alfa Amilase dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>," UIN Sunan Gunung Djati, Bandung, 2017.
- [5] M. A. El-Sherbiny and G. A. El-Chaghaby, "Storage Temperature and Stabilizers in Relation to the Activity of Commercial Liquid Feed Enzymes: a Case Study from Egypt," *Journal of Agrobiology*, vol. 28, no. 2, pp. 129-137, 2011.
- [6] E. S. Dawood, S. A. Ibrahim, and S. A. El-Nagerabi, "Some Properties of Thermostable  $\alpha$ -Amylase of Four Isolates of *Bacillus licheniformis*," *Nusantara Bioscience*, vol. 7, no. 2, pp. 90-95, November 2015.
- [7] D. Nangin and A. Sutrisno, "Enzim Amilase Pemecah Pati Mentah dari Mikroba," *Jurnal Pangan dan Agroindustri*, vol. 3, pp. 1032-1039, 2015.
- [8] S. S. El-Louboudey and A. R. Boyumi, "Production, Purification, and Characterization Thermoalkalophilic Lipase for Application in Biodetergent Industry," *Journal of Applied Sciences Research*, vol. 3, no. 12, pp. 1752-1765, 2007.
- [9] Y. S. Soeka, "Karakterisasi Bakteri Peghasil Alfa Amilase dan Identifikasi Isolat C2 yang Diisolasi dari Terasi Curah Samarinda, Kalimantan Timur," *Jurnal Ilmu Hayati*, vol. 15, pp. 185-192, Agustus 2016.
- [10] Wahyuni, "Konversi Enzimatik Pengujian Aktivitas Enzim alfa Amilase," ITB, Bandung, 2015.
- [11] C Breuil and J N Saddler, "Comparison of the 3,5-dinitrosalicylic acid and Nelson-Somogyi Methods of Assaying for Reducing Sugars and Determining Cellulase Activity," *Enzyme and Microb. Technol.*, vol. 7, pp. 327-332, July 1984.
- [12] R. K. Murray, D. K. Granner, P. A. Mayes, and V. W. Rodwell, *Biokimia Harper*, 25th ed., Alih Bahasa : Andry Hartono, Ed. Jakarta, Indonesia: Buku Kedokteran EGC, 2003.

## PENGARUH pH, SUHU DAN BUFER TERHADAP AKTIVITAS $\alpha$ -AMILASE DARI *BACILLUS* sp. K<sub>2</sub>BR<sub>5</sub>

Fitriani Nurul Hidayati<sup>a</sup>, Tina Dewi Rosahdi<sup>a</sup>, Anggita Rahmi Hafsari<sup>b</sup>

a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia

b) Jurusan Biologi, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia

e-mail: nurulfitriyani173@gmail.com

### ABSTRAK

$\alpha$ -Amilase merupakan enzim yang digunakan dalam proses hidrolisis ikatan  $\alpha$ -1,4 glikosida pada bagian dalam rantai amilosa atau amilopektin yang menghasilkan monosakarida berukuran lebih sederhana.  $\alpha$ -Amilase berhasil diisolasi dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> dalam media TSB (*Trypticase Soy Broth*) dan difraksinasi dengan menambahkan (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 60%. Hasil fraksinasi selanjutnya didialisis menggunakan bufer kalium fosfat 50 mM pH 7 lalu diuji aktivitas enzim dengan metode DNS dan kadar protein dengan metode Bradford. Aktivitas ekstrak kasar  $\alpha$ -amilase sebesar 3,185 U/mg dan meningkat setelah dimurnikan menjadi 5,452 U/mg. Untuk efektivitas penggunaan enzim perlu diketahui kondisi optimum. Karakteristik enzim ditentukan melalui variasi pH, suhu dan bufer pelarut pati. pH optimum  $\alpha$ -amilase berada pada pH 6 dengan aktivitas spesifik sebesar 6,011 U/mg, sedangkan suhu optimumnya adalah 40°C dengan aktivitas spesifik sebesar 8,403 U/mg. Bufer optimum yaitu bufer fosfat sitrat 50 mM pH 6 dengan aktivitas spesifik sebesar 8,982 U/mg.

**Kata Kunci:**  $\alpha$ -Amilase, *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>, metode DNS, bufer optimum

### PENDAHULUAN

Saat ini perhatian pasar dunia sangat besar terhadap sektor bioteknologi, terutama pada enzim ekstraseluler yang banyak digunakan pada proses industri.  $\alpha$ -Amilase dapat menghidrolisis ikatan  $\alpha$ -1,4 glikosida pada bagian dalam rantai amilosa atau amilopektin menghasilkan monosakarida yang berukuran lebih kecil seperti glukosa dan dekstrin [1].

Pasar dunia membutuhkan lebih dari 30% produksi amilase dari kebutuhan total produksi enzim dunia [1]. Peluang ini dapat dimanfaatkan untuk mengeksplorasi sumber amilase lain yang keberadaannya cukup berlimpah di alam yaitu: hewan, tumbuhan dan mikroorganisme. Diantara sumber tersebut mikroorganisme merupakan sumber amilase yang menguntungkan pada proses industri karena pertumbuhannya dapat dikendalikan dan dimanipulasi sesuai dengan kondisi dan lingkungan, dapat diproduksi dalam skala besar, serta waktu yang efisien. [2].

Mathew C.D dan Rathnayake S (2014) menyatakan bahwa  $\alpha$ -amilase yang umum digunakan pada proses industri terutama berasal dari genus *Bacillus* antara lain: *Bacillus licheniformis*, *Bacillus stearothermophilus*, dan *Bacillus amiloliquefaciens* yang termasuk mikroorganisme termofilik yang mensekresikan  $\alpha$ -amilase termostabil [2].

Pada umumnya  $\alpha$ -amilase diisolasi dari sumber air panas untuk mendapatkan enzim termostabil. Namun pada penelitian ini  $\alpha$ -amilase diisolasi dari bakteri *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> yang telah diisolasi oleh

Maulani (2015) dari rhizosfer kawasan Karst Citatah [3]. Keunikan lingkungan bakteri *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> diharapkan dapat menghasilkan enzim amilase yang memiliki sifat yang berbeda dan lebih baik dibandingkan enzim amilase dari sumber lain.

Beberapa penelitian telah dilakukan seperti  $\alpha$ -amilase dari genus *Bacillus* sp. MB6 yang diisolasi dari sampah sayuran mencapai aktivitas optimum pada suhu 40°C dan pH 6 [1]. Hasil penelitian juga dilaporkan oleh Nuraliyah (2017) bahwa bakteri *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> yang diisolasi dari kawasan karst dan diuji aktivitasnya dengan metode FUWA bekerja optimum pada pH 6 dan suhu 40°C [4].

Berdasarkan penelitian tersebut dapat diketahui bahwa genus *Bacillus* dengan spesies yang berbeda akan menghasilkan aktivitas spesifik dan kondisi optimum yang berbeda pula. Hal ini dipengaruhi oleh lingkungan, kondisi dan metode percobaan. Oleh karena itu diperlukan penelitian lanjutan untuk membandingkan hasil karakterisasi yang diuji dengan metode yang berbeda, yaitu metode FUWA dan metode DNS dalam penentuan aktivitas  $\alpha$ -amilase. Karakterisasi  $\alpha$ -amilase yang dilakukan pada penelitian ini adalah penentuan pH optimum, suhu optimum dan bufer yang dapat meningkatkan aktivitas  $\alpha$ -amilase. Ketiga sifat tersebut merupakan sifat yang paling mempengaruhi sistem kerja enzim karena berhubungan langsung dengan ion dan struktur enzim.

## METODE PENELITIAN

### Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan meliputi: cawan petri, jarum ose, tabung falcon, tabung reaksi, gelas kimia, pipet ukur, labu ukur, gelas ukur, spatula, alat sentrifuga, neraca analitik, lemari pendingin, *Water Bath* (Memmert), *magnetic stirrer*, *Hot Plate*, mikropipet 25  $\mu$ L-100  $\mu$ L, botol vial.

Bahan yang digunakan meliputi: *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>, media bakteri NA (Natrium Agar) dan TSB (*Trypticase Soy Broth*), reagen DNS (pa), NaOH (pa), K Tartrat (pa), media bufer meliputi bufer fosfat, bufer universal (asam suksinat, NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>, glisin), bufer Kalium fosfat (KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>-NaOH), bufer natrium fosfat (NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>-Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>), bufer fosfat sitrat (Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>-C<sub>6</sub>H<sub>8</sub>O<sub>7</sub>), akua DM, amonium sulfat (Pa), pati (Pa), membran selofan (SERVA diameter 21 mm), benang kasur, pereaksi *Coomassie Brilliant Blue* (pereaksi Bradford), standar BSA (*Bovine Serum Albumin*).

### Isolasi $\alpha$ -amilase

$\alpha$ -Amilase diisolasi dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> diambil dari tanah karst dengan cara kultivasi pada media cair TSB (*triptic soy broth*) selama 18 jam dengan suhu 35 °C dalam shaker inkubator. Media cair yang ditumbuhi bakteri disentrifugasi pada 4000 rpm selama 15 menit kemudian diuji aktivitas amilase secara kualitatif menggunakan metode Fuwa dengan hasil uji positif yaitu adanya zona bening. Supernatan yang diperoleh disebut sebagai ekstrak kasar enzim dan ditentukan uji aktivitas dan konsentrasi total amilase [4].

### Uji Aktivitas dan Kadar Protein Total $\alpha$ -amilase

Aktivitas amilase diuji menggunakan metode DNS untuk menentukan gula pereduksi. Sebanyak 25  $\mu$ L larutan enzim ditambah 25  $\mu$ L larutan pati 1% (w/v) dalam 50 mM buffer fosfat pH 7.0 diinkubasi pada suhu 40°C selama 10 menit. Aktivitas  $\alpha$ -amilase dihentikan dengan menambahkan 50  $\mu$ L reagen DNS (asam dinitrosalisilat) lalu dipanaskan dalam penangas air selama 10 menit. Campuran reaksi dibiarkan dingin lalu ditambah akua dm sampai dengan volume tepat 1 mL dan selanjutnya diukur absorbansinya dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 500 nm [5].

Kadar protein total diuji menggunakan metode Bradford. Sebanyak 500  $\mu\text{L}$  ekstrak enzim ditambah 500  $\mu\text{L}$  pereaksi Bradford lalu divortex sesaat dan diinkubasi selama 5-10 menit pada suhu ruang. Campuran selanjutnya diukur absorbansi dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 595 nm. Kadar protein total ditentukan berdasarkan kurva standar protein, yaitu BSA (*Bovine Serume Albumin*) [6].

### Fraksinasi $\alpha$ -amilase

Pada proses fraksinasi,  $\alpha$ -amilase yang didapatkan ditambah amonium sulfat diaduk, selanjutnya disentrifugasi pada 4000 rpm selama 15 menit. Endapan yang didapatkan ditambah buffer fosfat 50 mM pada pH 7 [4].

### Dialisis

Proses dialisis dilakukan dengan merendam kantung selofan yang berisi larutan enzim di dalam buffer kalium fosfat 50 mM pH 7 sambil diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 4°C selama 4 jam (dengan mengganti larutan buffer kalium fosfat setiap 1 jam sekali). Larutan enzim hasil dialisis diuji kembali aktivitas dan kadar protein totalnya.

### Karakterisasi

#### Pengaruh pH dan Suhu terhadap Aktivitas $\alpha$ -Amilase

pH optimum ditentukan pada rentang pH 4.0-10,0 dengan buffer universal (asam suksinat,  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ , glisin) menggunakan metode DNS. Sedangkan suhu optimum ditentukan pada rentang suhu 30-90 °C menggunakan pH optimum yang telah diperoleh.

#### Pengaruh Buffer Terhadap Aktivitas $\alpha$ -Amilase

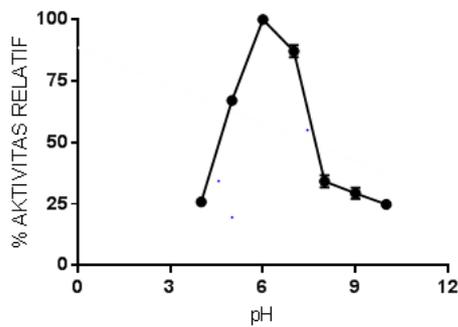
Pengaruh bufer terhadap aktivitas enzim ditentukan dengan evaluasi variasi bufer sebagai pelarut pati dengan variasi bufer yaitu natrium fosfat, fosfat sitrat dan kalium fosfat pada pH dan suhu optimum yang telah diperoleh sebelumnya.

## DISKUSI

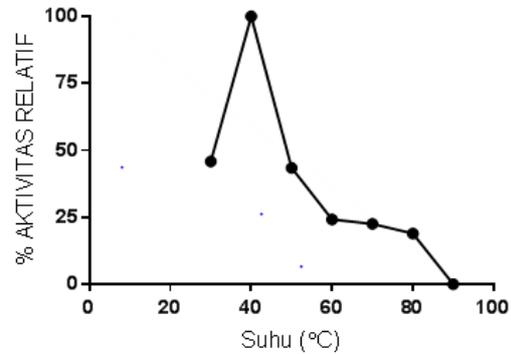
Aktivitas spesifik dari ekstrak kasar sebesar 3,185 U/mg dan meningkat setelah dilakukan proses pemurnian menjadi 5,452 U/mg. Hal ini dikarenakan enzim dengan tingkat kemurnian yang tinggi akan bekerja lebih efektif. Untuk meminimalkan penurunan aktivitas enzim selama proses pemurnian diperlukan langkah yang tepat. Kerja enzim dapat dibuat lebih efisien jika sifat-sifatnya, seperti pH optimal, suhu, titik isoelektrik, dan berat molekul dari enzim diketahui karena untuk sepenuhnya mengkarakterisasi sifat biokimia suatu enzim harus bebas dari kontaminan, seperti asam nukleat, komponen membran sel, atau protein lainnya.

Untuk pH optimum diperoleh pada pH 6 dengan aktivitas spesifik sebesar 6.011 U/mg seperti yang dapat dilihat pada **Gambar 1**. Aktivitas enzim terus meningkat dari pH 4 hingga pH 6 dan menurun tajam saat pH lebih besar dari 6. Pada pH optimum jumlah ion  $\text{H}^+$  tidak mempengaruhi konformasi enzim sehingga konformasinya sama dengan konformasi substrat. Hal ini menyebabkan interaksi antara enzim dan substrat meningkat dan mencapai aktivitas yang paling tinggi [5]. Menurut Sharma (2013), enzim amilase pemecah pati bekerja optimum pada 2 rentang, yaitu pada rentang pH asam dan netral. Untuk  $\alpha$ -amilase yang stabil pada suasana asam bekerja pada pH optimum 3.0-6.0 dengan suhu 40°C - 115 °C, sedangkan untuk  $\alpha$ -amilase yang stabil pada suasana netral bekerja pada pH optimum 6.5-8.0 dengan suhu 37°C - 90°C [7]. Berdasarkan hasil penelitian diketahui bahwa  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> merupakan  $\alpha$ -amilase yang stabil pada pH asam yaitu pada pH 6,0.

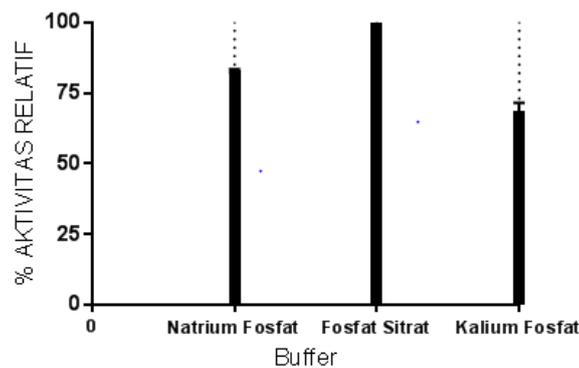
Hal ini didukung oleh penelitian Jai Shankar Paul (2016) yang menyebutkan bahwa aktivitas terbesar pada  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. MB6 yaitu pada pH 6,0 [1]. Hasil yang sama juga didapatkan  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus licheniformis* IFO12196[8], *Bacillus licheniformis* NRRLB14368 [8] dan *Bacillus* sp. KR8104 [7].



**Gambar 1.** Grafik pengaruh pH terhadap aktivitas  $\alpha$ -amilase



**Gambar 2.** Grafik pengaruh suhu terhadap aktivitas  $\alpha$ -amilase



**Gambar 3.** Grafik pengaruh bufer terhadap aktivitas  $\alpha$ -amilase

Selain pH, faktor penting yang dapat mempengaruhi kerja enzim adalah suhu. Aktivitas spesifik  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> dapat dilihat pada **Gambar 2** yang menunjukkan aktivitas paling tinggi yaitu pada suhu 40°C sebesar 8.403 U/mg. Pada suhu optimum enzim, tumbukan antar molekul terjadi sangat efektif sehingga aktivitas enzim maksimal dan tidak menyebabkan denaturasi protein [9]. Setelah mencapai kondisi optimum terlihat bahwa aktivitas enzim menurun dikarenakan pada suhu tinggi struktur tersier terjadi pemutusan karena menyerap energi tinggi dan mengakibatkan terjadinya pembukaan struktur tersier dan kuaterner yang menyebabkan konformasi enzim berubah bahkan terdenaturasi pada suhu 90 °C. Hasil untuk suhu optimum 40°C juga diperoleh Jai Shankar Paul (2016) pada  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. MB6 [1] dan Iraj Rasooli (2014) pada  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus subtilis* [10].

Aktivitas optimum enzim diperoleh pada buffer fosfat sitrat 50 mM pH 6 sebesar 8.982 U/mg. Aktivitas enzim meningkat tajam setelah karakteristik pH, suhu dan buffer pelarut pati diketahui yang dapat dilihat pada **Gambar 3**. Hal ini menunjukkan bahwa karakteristik enzim sangat mempengaruhi kerja enzim karena enzim yang berada pada kondisi optimum nya dapat bekerja lebih efektif dan maksimal. Dari hasil penelitian diperoleh pH optimum enzim adalah 6,0. Menurut Chandra Mohan (2006) buffer dapat bekerja optimum saat nilai pKa buffer mendekati nilai pH optimum enzim [11]. Hal ini juga sesuai dengan syarat pemilihan buffer yaitu pKa dari buffer harus berada dalam  $\pm 0,5$  unit pH yang diinginkan [12]. Hasil yang sama juga diperoleh Fitriani A (2013) pada *Bacillus subtilis*

[13] dan Jusuf Ginting (2009) pada ekstrak kasar enzim amilase termofil isolat SG [14] yang menggunakan buffer fosfat sitrat sebagai buffer optimum.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] J. S. Paul, B. M. Lall, S. K. Jadhav, and K. L. Tiwari, "Parameter's optimization and kinetics study of  $\alpha$ -amylase enzyme of *Bacillus* sp. MB6 isolated from vegetable waste," *Process Biochem.*, vol. 52, pp. 123–129, 2017.
- [2] S. Mathew, C. D. & Rathnayake, "Isolation and characterization of alpha amylase isolated from a hot water spring in Sri Lanka," *Int. Res. J. Microbiol.*, vol. 5, no. 4, pp. 50–61, 2014.
- [3] S. Maulani, "Isolasi dan Identifikasi Bakteri pada Tanah Rhizosfer di Kawasan Karst Citatah Kabupaten Bandung Barat serta Aplikasinya pada Perkecambahan Tanaman Cabai Merah (*Capsicum annuum* L.)," Bandung, 2015.
- [4] E. Nuraliyah, "Isolasi dan Karakterisasi alfa amilase dari *Bacillus* sp. K2Br5," Bandung, 2017.
- [5] K. Ashwini, K. Gaurav, L. Karthik, and K. V. Bhaskara, "Optimization, production and partial purification of extracellular  $\alpha$ -amylase from *Bacillus* sp. Marini," *Arch. Appl. Sci. Res.*, vol. 3, no. 1, pp. 33–42, 2011.
- [6] H. Bisswanger, "Enzyme assays," *Perspect. Sci.*, vol. 1, no. 1–6, pp. 41–55, 2014.
- [7] A. Sharma and T. Satyanarayana, "Microbial acid-stable  $\alpha$ -amylases: Characteristics, genetic engineering and applications," *Process Biochem.*, vol. 48, no. 2, pp. 201–211, 2013.
- [8] N. Hmidet, A. Bayoudh, J. G. Berrin, S. Kanoun, N. Juge, and M. Nasri, "Purification and biochemical characterization of a novel  $\alpha$ -amylase from *Bacillus licheniformis* NH1. Cloning, nucleotide sequence and expression of amyN gene in *Escherichia coli*," *Process Biochem.*, vol. 43, no. 5, pp. 499–510, 2008.
- [9] Debora Nangin, "Enzim Amilase Pemecah Pati Mentah dari Mikroba:Kajian Pustaka," *J. Pangan dan Agroindustri*, vol. 3, no. 3, pp. 1032–1039, 2015.
- [10] I. Rasooli, D. A. A. Shakiba, H. Borna, and K. Azizi Barchini, "A Thermostable  $\alpha$  -Amylase Producing Natural Variant of *Bacillus* s pp . Isolated From Soil in Iran," *Am. J. Agric. Biol. Sci.*, vol. 3, no. 3, pp. 591–596, 2008.
- [11] C. Mohan, "A guide for the preparation and use of buffers in biological systems," *Calbiochem*, p. 32, 2003.
- [12] A. Salis and M. Monduzzi, "Current Opinion in Colloid & Interface Science Not only pH . Specific buffer effects in biological systems," *Curr. Opin. Colloid Interface Sci.*, vol. 23, pp. 1–9, 2016.
- [13] F. Aliya, "Penentuan Aktivitas Amilase Kasar Termofil *Bacillus subtilis* Isolat Kawah Gunung Darajat Garut," vol. 15, no. 2, pp. 107–113, 2013.
- [14] J. Ginting, "Jusuf Ginting : Isolasi Bakteri Dan Uji Aktivitas Enzim Amilase Kasar Termofilik Dari Sumber Air Panas Semangat Gunung Kabupaten Karo, Sumatera Utara," pp. 1–80, 2009.

## AKTIVITAS ENZIM AMILASE HASIL FERMENTASI LIMBAH KAIN TENUN GREY KAPAS OLEH JAMUR *ASPERGILLUS NIGER*

Ika Natalia Mauliza<sup>a</sup>, Irvan Fauzi Rochman<sup>b</sup>

<sup>a,b</sup> Politeknik STTT Bandung, Jalan Jakarta No. 31 Bandung, Telp. (022) 7272580, Fax. (022) 7271694  
e-mail: nataliamauliza@gmail.com

### ABSTRAK

Penggunaan enzim amilase pada proses tekstil diantaranya untuk proses biodesizing. Proses biodesizing kain kapas menggunakan enzim amilase memiliki keunggulan dalam hal spesifikasi kinerja enzim pada substrat berbasis pati sehingga dapat mengurangi efek negatif kerusakan serat serta kondisi prosesnya lebih ramah lingkungan. Enzim amilase dapat dihasilkan dengan cara fermentasi substrat yang mengandung amilosa. Limbah kain tenun grey kapas mengandung amilosa. Pemanfaatan limbah kain tenun grey kapas belum dikelola dengan baik dan dapat dijadikan sebagai media alternatif pembuatan enzim amilase yang murah, mudah, serta memiliki nilai sustainability yang tinggi. Percobaan meliputi uji kandungan pati pada kain tenun grey kapas, sterilisasi, inokulasi, pemanenan enzim, dan pengujian aktivitas enzim. Inokulasi jamur *Aspergillus niger* dilakukan pada substrat limbah kain tenun grey kapas dengan variasi waktu fermentasi 3,5,7, dan 9 hari. Pemanenan enzim dilakukan dengan mengekstraksi substrat padat untuk menghasilkan crude enzim. Crude enzim amilase yang dihasilkan kemudian diuji aktivitasnya pada substrat kanji dengan berbagai kondisi pH dan suhu. Hasil pengujian menunjukkan bahwa kandungan pati pada kain grey kapas sebesar 7,16%. Hasil uji aktivitas enzim amilase menunjukkan aktivitas tertinggi pada pembuatan enzim dengan waktu fermentasi 7 hari. Aktivitas enzim tertinggi terjadi pada kondisi proses pH 7 dan suhu 70°C. Kondisi optimum aktivitas enzim tersebut dapat dijadikan sebagai dasar penggunaan enzim amilase yang dihasilkan untuk proses biodesizing kain kapas pada proses pretreatment.

**Kata kunci:** amilase, *Aspergillus niger*, biodesizing, grey, kapas.

### PENDAHULUAN

Proses biodesizing adalah proses penghilangan kanji pada kain tenun grey dengan menggunakan enzim untuk mendegradasi pati menjadi molekul yang lebih sederhana, seperti glukosa, maltose, dan dekstrin. Enzim yang digunakan pada proses penghilangan kanji biasanya berupa enzim jenis  $\alpha$ -amilase. Enzim jenis ini salah satunya berasal dari pertumbuhan jamur *Aspergillus niger*. Jamur dari kelompok kapang tersebut akan menghasilkan enzim-enzim amilolitik yang akan memecahkan amilum pada bahan dasar menjadi gula-gula yang lebih sederhana (disakarida dan monosakarida). *Aspergillus niger* adalah kapang anggota genus *Aspergillus*, famili Eurotiaceae, ordo Eutiales, sub-kelas Plectomycetidae, kelas Ascomycetes, sub-divisi Ascomycotina dan divisi Amastigmycota (Hardjo et al. 1989). Kapang tersebut dapat tumbuh optimum pada suhu 35-37 oC, dengan suhu minimum 6-8 oC, suhu maksimum 45-47 oC. Produktivitas jamur *Aspergillus niger* untuk tumbuh dan menyintesis produk pada suatu lingkungan dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya konsentrasi substrat dan nutrisi, suhu, pH, aerasi dan agitasi, serta lama waktu fermentasi. Kapang memerlukan nutrisi dengan komposisi tertentu untuk tumbuh dan membelah diri sehingga menghasilkan enzim. Komposisi nutrisi untuk pertumbuhan mikroba berbeda-beda. Untuk kapang berfilamen, rata-rata mengandung 10-25% protein, 1-3% asam nukleat, 20-50% lipida (% berat

kering). Sejumlah mineral dan unsur hara terdapat didalam tubuh mikroba untuk menjalankan fungsi khusus; K, Ca, Mg, Fe, Co, Zn dan Mo, dengan sendirinya kandungan kimiawi ini mempengaruhi kebutuhan nutrisi untuk menunjang penggandaan sel dan pertumbuhannya (Suhartono, 1989). Salah satu nutrisi yang paling banyak dibutuhkan oleh *Aspergillus niger* untuk pertumbuhannya adalah karbohidrat. Sumber karbohidrat banyak terdapat pada beras, jagung dan singkong. Salah satu hasil produk olahan ini yaitu dibuat menjadi tepung tanpa mengurangi kadar karbohidrat yang terkandung di dalamnya. Sumber karbon biasanya merupakan gula sederhana, misalnya dekstrosa. Meskipun demikian untuk tujuan tertentu dapat pula digunakan karbohidrat kompleks sebagai sumber karbon, misalnya selulosa. Meskipun dalam jumlah sedikit, unsur hara seperti natrium, kalium, kalsium, fosfor, magnesium, besi, mangan, tembaga, seng, klor dan kobalt dapat dikatakan diperlukan oleh organisme, dengan demikian media biakkan pun harus tersusun dari unsur hara tersebut dalam jumlah yang kecil (Fardiaz, 1987).

Kain grey kapas merupakan kain mentah berbahan dasar selulosa yang belum diolah sehingga belum terkontaminasi zat-zat kimia. Dalam proses pembuatannya menjadi kain, benang kapas grey perlu dilakukan penganjian yang berfungsi untuk meningkatkan kekuatan benang lusi agar saat proses pertunannya tidak mudah putus. Penganjian benang lusi dilakukan dengan menggunakan kanji alam (pati) dengan persentase kanji mengikuti jumlah tetal lusi kain. Kandungan karbohidrat (selulosa dan kanji pati) yang tinggi pada limbah kain tenun grey kapas sama halnya dengan kandungan yang terdapat pada dedak padi. Singh, S., Sharma, S., Kaur, C., Dutt, D. (2013) melaporkan bahwa *Aspergillus niger* tumbuh optimum pada substrat dedak padi dan menghasilkan enzim amilase. Suhu akan mempengaruhi laju pertumbuhan jamur *Aspergillus niger*, pada suhu optimal pertumbuhan koloni jamur dalam mengkonversi substrat menjadi produk akan lebih meningkat dan efektif. Penelitian (Irfan et al, 2012) menyatakan suhu optimum media jamur *Aspergillus niger* pada substrat dedak padi dengan nilai aktivitas enzim tertinggi adalah 30 oC. pH optimum dibutuhkan untuk memproduksi enzim oleh jamur *Aspergillus niger*. Selama proses fermentasi, pH media cenderung mengalami perubahan oleh berbagai faktor, perubahan pH lingkungan akan berpengaruh pada proses metabolisme jamur *Aspergillus niger* hasil optimasi pH optimum media pertumbuhan jamur *Aspergillus niger* adalah pada pH 7 (Varalakshmi et al, 2008). Waktu yang diperlukan untuk proses fermentasi sehingga dihasilkan enzim yang optimal adalah 1-5 hari, tergantung pada kondisi pertumbuhan mikroba. Menurut penelitian (Veerapagu, 2016) produksi maksimum enzim amilase oleh jamur *Aspergillus niger* didapatkan setelah 2 hari waktu fermentasi, sedangkan menurut (Hermansyah, 2014) produksi maksimum enzim amilase oleh jamur *Aspergillus niger* didapatkan setelah 6 hari waktu fermentasi. Hal berbeda ditunjukkan oleh penelitian yang melaporkan bahwa aktivitas enzim tertinggi dari hasil fermentasi jamur *Aspergillus niger* terjadi pada lama waktu fermentasi 7 hari. Lama waktu fermentasi tentu akan mempengaruhi produk akhir yang diinginkan, merujuk pada fase pertumbuhan mikroorganisme, jamur akan mengawali masa pertumbuhannya melalui fase adaptasi, fase log, fase stasioner dan fase kematian. Makin singkat waktu fermentasi kemampuan kapang untuk beradaptasi dalam menghasilkan enzim akan semakin singkat dan makin lama waktu fermentasi semakin menurun produktivitas jamur dalam menyintesis enzim. Enzim amilase yang diperoleh memiliki karakteristik yang berbeda-beda. Kerja suatu enzim akan dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya konsentrasi enzim dan substrat, suhu, pH, dan inhibitor (Poedjiaji, 1994). Faktor ini akan mempengaruhi enzim dalam menghasilkan produk. Pada temperature optimum, tumbukan antara enzim dan substrat sangat efektif, sehingga pembentukan kompleks enzim-substrat makin mudah dan produk yang terbentuk meningkat (Masfufatun, 2011). Suhu optimum enzim amilase umumnya berkisar pada suhu 40-70 oC (Suprpto, 2005), dan konsentrasi enzim optimum yang berasal dari bakteri atau jamur untuk proses penghilangan kanji adalah 0,5-1 g/L (Karmakar, 1999). Suhu enzim amilase dari jamur *Aspergillus niger* untuk proses penghilangan kanji pada penelitiannya optimum pada suhu 70 oC. Kondisi pH optimum dibutuhkan

enzim untuk mengaktifkan seluruh enzim dalam mengikat substrat (Susanti,2011). pH optimum enzim amilase adalah pada pH 7 (Mojsov,2012). Berdasarkan hal tersebut, dapat dinyatakan bahwa limbah kain tenun grey kapas yang memiliki kandungan karbohidrat yang tinggi akan menghasilkan glukosa yang tinggi pula untuk nutrisi pertumbuhan jamur *Aspergillus niger* dalam menghasilkan enzim amilase. Aktivitas enzim amilase yang dihasilkan oleh *Aspergillus niger* pada media kain tenun grey kapas dengan variasi suhu dan pH dapat menjadi dasar penentuan kondisi proses biodesizing.

## **BAHAN DAN METODA**

### ***Alat***

Peralatan yang digunakan antara lain : Labu erlenmeyer 500 ml, desikator, tabung reaksi, incubator, rak tabung reaksi, shaker, piala gelas 500 ml, kertas saring, jarum ose, kapas lemak, pH meter, aluminium foil, oven / Autoclave, kain kasa, sentrifuge, dan tabung sentrifuge, neraca analitik, pemanas spiritus, spektrofotometer, pipet volume, labu ukur 50 dan 100 ml, batang pengaduk, gelas ukur, pipet tetes.

### ***Bahan***

Bahan yang digunakan pada penelitian ini antara lain : kain tenun grey kapas dengan berat kain 220 g/m<sup>2</sup>, biakan murni *Aspergillus niger*, PDA, aquades, kanji, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (Merck), NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> (Merck), MgSO<sub>4</sub> (Merck), Dinitrosalicylic Acid (Sigma Aldrich).

### ***Prosedur Penelitian***

#### ***Analisis Kandungan Pati pada Substrat***

Kandungan pati pada substrat limbah kain tenun grey kapas dilakukan menggunakan metode pengurangan berat kain menggunakan enzim amilase. Pengujian dilakukan dengan menghitung selisih berat kain sebelum dan sesudah perlakuan dengan enzim.

#### ***Pembuatan Biakan Murni *Aspergillus niger****

Biakan murni *Aspergillus niger* dibuat dengan cara menumbuhkan *Aspergillus niger* pada media potato dextrose agar. Proses ini diawali dengan proses sterilisasi, dilanjutkan dengan inokulasi dan inkubasi selama 5 hari.

#### ***Pembuatan Media Fermentasi***

Kain tenun grey kapas dipotong kecil-kecil, kemudian ditiras dan ditimbang hingga 8 gram. Kain dimasukkan ke dalam Erlenmeyer kemudian disterilisasikan pada suhu 121oC selama 15 menit dan didinginkan hingga suhu kamar. *Aspergillus niger* kemudian diinokulasikan ke dalam media fermentasi, dan diinkubasi selama 3, 5, 7, dan 9 hari.

#### ***Pemanenan Hasil Fermentasi***

Setelah mencapai waktu fermentasi yang ditentukan, ke dalam masing-masing Erlenmeyer ditambahkan aquades sebanyak 100 ml dan disentrifuge dengan kecepatan 5000 rpm selama 20 menit. Crude enzim yang diperoleh kemudian dipisahkan.

#### ***Pengujian Aktivitas Enzim (Miller, 1959)***

Aktivitas enzim  $\alpha$ -amilase yang dihasilkan dari proses fermentasi jamur *Aspergillus niger*, dengan cara mengukur kandungan gula pereduksi hasil hidrolisis amilosa oleh enzim  $\alpha$ -amilase. Larutan standar glukosa dibuat dengan larutan induk sebesar 5000 ppm, kemudian diencerkan untuk mendapatkan konsentrasi 0-225 ppm. Dari larutan glukosa standar diambil 1 ml ditambahkan 1 ml akuades dan 3 ml pereaksi DNS. Dipanaskan pada suhu 100 oC selama 10 menit kemudian

didinginkan. Absorbansinya diukur pada panjang gelombang 540 nm. 1 ml crude enzim diambil dan dimasukkan kedalam tabung reaksi. 1 ml substrat kanji ditambahkan ke dalam tabung reaksi, homogenkan. Larutan tersebut kemudian diinkubasi pada suhu 40 oC selama 15 menit. Setelah diinkubasi larutan ditambahkan 3 ml DNS, panaskan dengan air mendidih pada suhu 100 OC selama 10 menit, kemudian dinginkan dan diukur absorbansinya pada panjang gelombang 540 nm. Aktivitas enzim amilase dihitung dengan rumus :

$$\boxed{AE = \frac{MG \times 1000}{MR \text{ glukosa} \times t}} \dots\dots\dots (1)$$

- Keterangan :
- AE = Aktivitas enzim (unit/mL)
  - MG = Miligram glukosa
  - Mr glukosa = 180
  - t = Waktu inkubasi (menit)

### DISKUSI

Berdasarkan hasil pengujian kandungan pati pada kain tenun grey, diketahui bahwa limbah kain tenun grey kapas yang digunakan memiliki kandungan pati sebesar 7,16%. Kandungan pati tersebut terdapat pada benang lusi. Adanya kandungan pati sebagai sumber karbohidrat dalam kain tenun grey merupakan sumber nutrisi dan sumber energi utama jamur *Aspergillus niger* dalam bermetabolisme sehingga menghasilkan senyawa-senyawa sederhana berupa glukosa dan menghasilkan enzim. Pati merupakan sumber karbon, hidrogen, dan oksigen.

Adanya nutrisi yang tepat dapat meningkatkan kecepatan pertumbuhan jamur *Aspergillus niger*, karena kebutuhan nutrisi masing-masing spesies berbeda-beda. Pada penelitian ini jamur *Aspergillus niger* difermentasikan pada substrat kain tenun grey yang telah dipotong kecil-kecil dan diurai dalam bentuk serat. Ke dalam substrat ditambahkan nutrisi tambahan sebagai sumber Nitrogen dan mialal lainnya yang berasal dari  $KH_2PO_4$ ,  $NaNO_3$  dan  $MgSO_4$ . Nutrisi tambahan diberikan untuk dapat memenuhi kebutuhan nutrisi yang dapat diterima oleh jamur *Aspergillus niger* selain asupan nutrisi dari media pertumbuhannya sendiri.

Proses fermentasi dilakukan bervariasi, yaitu 3,5,7, dan 9 hari. Hasil proses inokulasi dapat dilihat pada **Gambar 1**.



**Gambar 1.** Hasil Inokulasi Jamur *Aspergillus niger* pada Substrat Kain Tenun Grey Kapas

Pada **Gambar 1** dari kiri ke kanan adalah tabung erlenmeyer berisi kain tenun grey kapas dengan waktu inokulasi berturut turut 3, 5, 7, dan 9 hari. Pada Gambar 3 tampak pertumbuhan jamur pada substrat yang ditandai dengan munculnya bintik kehitaman berserabut di sekitar serat kapas. Bintik hitam tersebut adalah indikasi adanya *Aspergillus niger* yang memiliki kemampuan untuk menghasilkan pigmen berwarna hitam. Bintik hitam yang muncul makin banyak dari waktu ke waktu. Makin lama waktu fermentasi, tampilan serat grey kapas secara visual makin memperlihatkan penambahan jumlah spora jamur secara kualitatif.

Setelah proses inokulasi berakhir, dilakukan proses pemanenan enzim melalui teknik ekstraksi dengan bantuan shaker. Hasil ekstraksi menggunakan shaker menghasilkan filtrate seperti tampak pada **Gambar 2**.



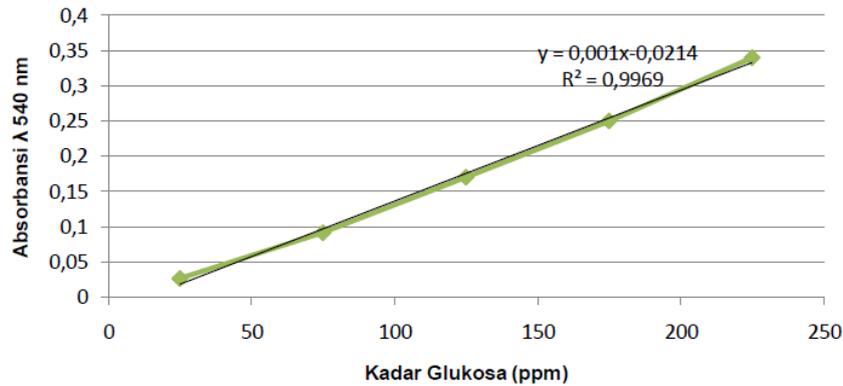
**Gambar 2.** Filtrat Hasil Ekstraksi

Setelah melalui proses ekstraksi, filtrat yang dihasilkan kemudian dipisahkan dari pengotornya dengan teknik sentrifugasi. Hasil proses sentrifugasi dapat dilihat pada **Gambar 3**.



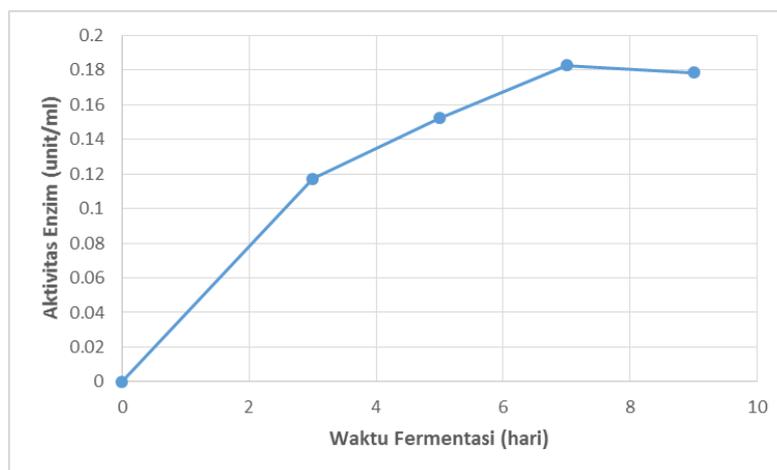
**Gambar 3.** Enzim Amilasi Hasil Proses Fermentasi Kain Tenun Grey Kapas oleh *Aspergillus niger*

Pengujian terhadap banyaknya enzim amilase yang dihasilkan dilakukan dengan cara mengukur nilai aktivitas enzim amilase yang mengubah substrat menjadi produk.. Aktivitas enzim adalah kemampuan kerja enzim dalam mengubah substrat menjadi produk (gula reduksi). Nilai aktivitas enzim dapat diketahui dengan mengukur jumlah senyawa yang terlibat dalam proses hidrolisis enzim yaitu berupa substrat sisa yang tidak terhidrolisis atau tidak terrombak dari produk hasil hidrolisis enzim. Analisis penentuan aktivitas enzim dilakukan dengan metode DNS (dinitrosalicyclic acid, Miller,1959), adanya kadar gula reduksi yang tinggi pada hasil fermentasi enzim ditandai dengan perubahan warna oranye menjadi merah kecoklatan. Kadar gula reduksi ditentukan dengan membuat kurva standar glukosa yang berfungsi untuk mengetahui konsentrasi larutan dengan absorbansinya. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 540 nm yang akan menghasilkan persamaan garis linier untuk selanjutnya digunakan dalam menghitung nilai aktivitas enzim amilase. Kurva kalibrasi glukosa standar dapat dilihat pada Gambar 4.



**Gambar 4.** Kurva Kalibrasi Glukosa Standar

Kurva kalibrasi pada **Gambar 4** digunakan untuk menghitung nilai aktivitas enzim amilase produk fermentasi pati pada kain tenun grey kapas oleh *Aspergillus niger*. Aktivitas enzim amilase yang dihasilkan pada berbagai waktu fermentasi dapat dilihat pada **Gambar 5**.

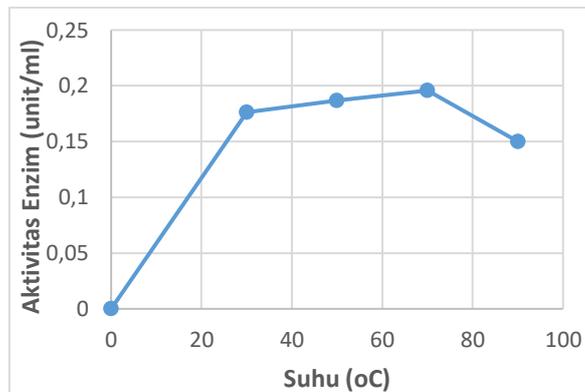


**Gambar 5.** Lama Waktu Fermentasi terhadap Aktivitas Enzim Amilase

Aktivitas enzim amilase pada variasi waktu fermentasi 3,5,7, dan 9 hari memiliki nilai aktivitas enzim yang berbeda-beda. Nilai aktivitas enzim mengalami kenaikan dengan bertambahnya lama waktu fermentasi, aktivitas enzim amilase yang tertinggi didapatkan pada lama waktu fermentasi 7 hari dengan nilai aktivitas enzim amilase sebesar 0,1827 u/mL. Pada waktu fermentasi 9 hari mengalami penurunan aktivitas enzim dengan nilai aktivitas enzim sebesar 0,1785 u/mL. Hal ini menunjukkan bahwa lama waktu fermentasi mempengaruhi produksi enzim amilase yang dihasilkan. Makin lama waktu fermentasi, makin rendah jumlah konsentrasi substrat, nutrisi, dan populasi jamur *Aspergillus niger*. Populasi jamur *Aspergillus niger* menurun berdampak pada produksi enzim amilase. Penurunan aktivitas enzim pada hari ke-9 merupakan dampak dari terjadinya fase kematian, pada kondisi ini medium kehabisan nutrisi maka populasi mikroba akan menurun jumlahnya, pada saat ini jumlah sel yang mati lebih banyak dari pada sel yang hidup (Fardiaz,1988). Waktu fermentasi 7 hari merupakan waktu ideal dalam memproduksi enzim amilase meskipun pada waktu 3 atau 5 hari mikroorganisme sudah bisa memproduksi enzim akan tetapi hanya terbatas pada 1 atau 2 fase saja yakni baru akan melewati fase adaptasi namun belum cukup maksimal pada fase log yang mana mikroorganisme membelah dengan cepat dan konstan. Waktu 7 hari mewakili proses yang terjadi selama fase pertumbuhan mikroorganisme berlangsung. Kecepatan pertumbuhan sangat dipengaruhi oleh pH, kandungan nutrisi, suhu dan kelembaban udara. Enzim amilase yang diperoleh dari mikroorganisme jamur memiliki karakteristik yang berbeda-beda. Hal ini dikarenakan enzim  $\alpha$ -

amilase dalam melakukan aktivitas katalitiknya dipengaruhi oleh beberapa faktor diantaranya suhu dan pH. Oleh karena itu, untuk mengetahui karakteristik enzim amilase dari jamur *Aspergillus niger* yang disintesis dari substrat limbah kain tenun grey kapas, perlu dilakukan optimasi di berbagai kondisi yang meliputi optimasi suhu dan pH melalui pengujian aktivitas enzim, sehingga didapatkan kondisi yang sesuai dengan karakteristik enzimnya.

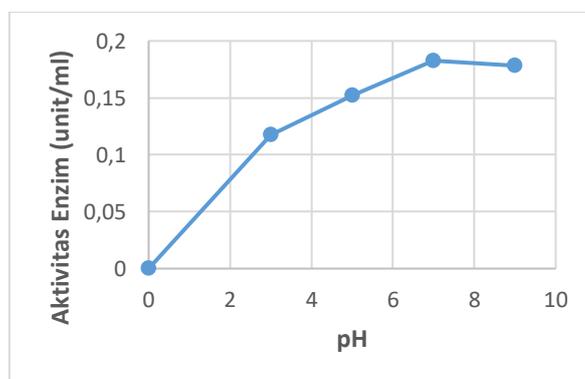
Uji aktivitas enzim amilase dilakukan pada variasi suhu dan pH dengan contoh uji enzim amilase yang dihasilkan dari proses fermentasi selama 7 hari. Uji aktivitas enzim dengan variasi suhu 30, 50, 70, dan 90 °C menghasilkan data seperti terlihat pada **Gambar 6**.



**Gambar 6.** Hasil pengujian aktivitas enzim variasi suhu metode DNS pada panjang gelombang 540 nm

Hasil pengukuran uji aktivitas enzim mengalami peningkatan seiring dengan kenaikan suhu. Aktivitas enzim berlangsung paling tinggi pada suhu 70 °C dengan nilai aktivitas enzim sebesar 0,1958 Unit/mL. Kondisi ini menunjukkan adanya peningkatan energi kinetik atau peningkatan efektivitas enzim yang akan mempermudah pembentukan kompleks enzim substrat, sehingga produk yang dihasilkan lebih banyak (Susanti,2011). Pada suhu 90 °C aktivitas enzim mengalami penurunan dengan nilai uji aktivitas enzim sebesar 0,1502 Unit/mL hal ini terjadi karena enzim mengalami denaturasi.

Pengaruh pH terhadap aktivitas enzim amilase dilakukan pada variasi pH 3, 5, 7, dan 9. Data hasil pengujian aktivitas enzim variasi pH dapat dilihat pada **Gambar 7**.



**Gambar 7.** Hasil pengujian aktivitas enzim variasi pH metode DNS pada panjang gelombang 540 nm

Berdasarkan data hasil pengujian, didapatkan hasil pengukuran uji aktivitas enzim. Nilai aktivitas enzim mengalami kenaikan dengan bertambahnya nilai pH dengan nilai uji aktivitas optimum ada pada pH 7 dengan nilai aktivitas enzim sebesar 0,1921 Unit/mL dan mengalami penurunan pada pH 9 dengan nilai aktivitas enzim sebesar 0,1627 Unit/mL. Penurunan efektivitas kerja enzim amilase ini disebabkan oleh rusaknya enzim amilase pada pH tinggi. pH merupakan salah satu faktor penting yang harus sangat diperhatikan. Hal ini dikarenakan, bahwa enzim merupakan molekul protein, molekul protein kestabilannya sangat dipengaruhi oleh tingkat keasaman lingkungan, pada kondisi pH yang tidak sesuai molekul-molekul protein dari enzim akan rusak (terdenaturasi).

Aktivitas enzim amilase terbaik pada kondisi suhu 70 °C dan pH 7 dapat dipertimbangkan untuk proses biodesizing kain tenun kapas. Hasil uji aktivitas enzim amilase yang cukup baik dapat menjadi peluang produksi enzim amilase menggunakan limbah padat tekstil berupa kain tenun grey kapas.

### KESIMPULAN

Penggunaan kain tenun grey kapas sebagai media pertumbuhan *Aspergillus niger* menghasilkan enzim amilase dengan waktu fermentasi terbaik selama 7 hari. Aktivitas enzim terbaik pada suhu 70°C dengan nilai aktivitas enzim sebesar 0,1958 Unit/mL dan pH 7 dengan nilai aktivitas enzim sebesar 0,1921 Unit/mL. Berdasarkan hasil pengujian yang telah dilakukan, maka kain tenun grey kapas dapat direkomendasikan sebagai substrat pembuatan enzim amilase untuk proses biodesizing.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Hardjo, SS, N.S. Indrasti, B.Tajudin. Pemanfaatan Limbah Industri Pertanian Biokonveksi, Jurnal Universitas Pangan dan Gizi, IPB, Bogor. (1989).
- [2] Suhartono, Maggy T. Enzim dan Bioteknologi. IUC-Bank Dunia XVII. Bogor. (1989).
- [3] Fardiaz. S. Mikrobiologi Pangan I. PT Gramedia Pustaka Utama, Jakarta. (1992)
- [4] Singh, S., Sharma, S., Kaur, C & Dutt, D. Potential of cheap cellulosic residu as carbon source in amylase production by *Aspergillus niger* SH-2 for application in enzymatic desizing at high temperature. Journal of cellulose chemistry and technology, Indian Institute of Technology Roorke, India. (2013).
- [5] Irfan, Muhammad. Nadeem, Muhammad & Syedd, Quratualain. Media optimization for amylase production in solid state fermentation of wheat bran by fungal strains, Journal of Cell and Molecular Biology 10(1): 55-64, Haliç University, Turkey. (2012).
- [6] Varalakshmi, K.N et al. Production and Characterization of  $\alpha$ -Amylase from *Aspergillus niger* JGI 24 Isolated In Bangalore, Polish Journal of Microbiology, Vol. 58, No.1, 29-36. (2009).
- [7] Veerapagu, M., Jeya, K.R. & Sankaranarayanan, A. Screening and Production Of Fungal Amylase from *Aspergillus* sp By SSF Journal of Global Biosciences Volume 5, Number 8, 2016, pp. 4443-4450. (2016).
- [8] Hermansyah, H., & Ramdani, R Produksi Enzim Hidrolisis  $\alpha$ -amilase dan  $\beta$ - Glukosidase dari *Aspergillus Niger* dalam Substrat Sekam Padi, Bagas dan Tongkol Jangung dengan Metode Fermentasi Padat. Jurnal Penelitian, Program Studi Bioproses, Fakultas Teknik, Universitas Indonesia, Depok. (2014)
- [9] Poedjiaji, A Dasar-Dasar Biokimia. Penerbit Universitas Indonesia, Jakarta. (1994).
- [10] Masfufatun. Isolasi dan Karakterisasi Enzim Selulase. Jurnal, Surabaya, Universitas Wijaya Kusuma, Surabaya. (2011).

- [11] Suprpto, Agus dkk. Teknologi Persiapan Penyempurnaan, Sekolah Tinggi Teknologi Tekstil, Bandung. (2005).
- [12] Karmakar. S.R Chemical Technology In The Pre-Treatment Processes Of Textiles, College Of Textile Technology Serampore, Hooghly, West Bengal, India. (1999).
- [13] Susanti, E. Optimasi Produksi dan Karakterisasi Sistem Selulase dari *Bacillus circulans* strain Lokal dengan Induser Avicel, Jurnal Ilmu Dasar, Volume 12, No.1: 40-49. (2011).
- [14] Mojsov, Kiro Enzymatic Desizing Of Cotton: A Review, International Journal of Management, IT and Engineering, Volume 4, Issue 1. (2014).
- [15] Miller GL. Use of dinitrosalicylic acid reagent for determination of reducing sugar. Anal Chem 31(3):426–428. (1959).

## **PENGARUH PENAMBAHAN BUAH NAGA MERAH (*Hylocereus polyrhizus*) TERHADAP KUALITAS SELAI KULIT PISANG KEPOK (*Musa paradisiaca* *formatypica*)**

**Rina Budi Satiyarti<sup>a</sup>, Selvia Rani Rahayu<sup>a</sup>, Indarto<sup>a</sup>**

<sup>a</sup>*Pendidikan Biologi, Fakultas Tarbiyah dan Keguruan Universitas Islam Negeri Raden Intan Lampung*

### **ABSTRAK**

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui kualitas selai kulit pisang kepok dengan penambahan konsentrasi buah naga merah. Metode penelitian ini menggunakan metode Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan menggunakan dua faktor yaitu konsentrasi kulit pisang kepok dan konsentrasi buah naga merah dengan 5 perlakuan yang diberi kode PN<sub>1</sub> (100% kulit pisang kepok), PN<sub>2</sub> (90% kulit pisang kepok dan 10% buah naga merah), PN<sub>3</sub> (80% kulit pisang kepok dan 20% buah naga merah), PN<sub>4</sub> (70% kulit pisang kepok dan 30% buah naga merah) dan PN<sub>5</sub> (60% kulit pisang kepok dan 40% buah naga merah) dengan 3 kali ulangan. Data pengamatan dianalisis dengan uji Anova pada  $\alpha=5\%$  untuk mengetahui faktor yang berpengaruh nyata maka dilakukan uji lanjut menggunakan uji Duncan pada  $\alpha=5\%$ . Hasil penelitian menunjukkan uji kadar proksimat perlakuan terbaik diperoleh perlakuan PN<sub>5</sub> dengan diperoleh kadar air sebesar 28,01%, kadar abu sebesar 0,83%, kadar lemak sebesar 0,28%, kadar serat kasar sebesar 1,31%, kadar protein sebesar 0,59%, kadar karbohidrat sebesar 69,01%, dan kadar vitamin C sebesar 0,80%. Sedangkan, warna diperoleh berwarna merah dengan rasa manis, beraroma masih agak berbau pisang dengan tekstur yang halus.

**Kata kunci:** Selai, Kulit Pisang Kepok, Buah Naga Merah, Rancangan Acak Lengkap, analisis proksimat

### **PENDAHULUAN**

Pisang menjadi buah yang penting di masyarakat Indonesia karena pisang merupakan buah yang sering di konsumsi di bandingkan dengan buah yang lain. Buah pisang sangat digemari oleh lapisan masyarakat karena selain enak pisang juga memiliki nilai gizi yang tinggi dan sebagai sumber mineral, karbohidrat serta vitamin (Hendro Sunarjono,1998). Pisang termasuk dalam famili Musaceae, dan terdiri atas berbagai varietas dengan penampilan warna, bentuk dan ukuran yang berbeda-beda. Varietas pisang yang diunggulkan antara lain ambon kuning, lumut, pisang barangan, pisang badak, pisang raja, pisang kepok, pisang susu, pisang tanduk dan pisang nangka.

Pisang kepok merupakan pisang olahan. Pisang ini dapat diolah menjadi berbagai jenis makanan seperti keripik, pisang goreng, tepung pisang, kolak pisang, bubur bayi dan lain-lain. Pemanfaatan pisang kepok sangat besar sehingga menghasilkan limbah kulit pisang yang besar pula dan belum dimanfaatkan secara maksimal oleh masyarakat, khusus nya Lampung dan hanya dijadikan sebagai pakan ternak seperti kambing, sapi, kerbau dan sebagainya ataupun hanya dibuang di kotak sampah sebagai sampah organik.

Kulit pisang kepok masih memiliki gizi yang cukup baik seperti karbohidrat, lemak, protein, berbagai mineral (kalsium, fosfor dan besi ), vitamin B dan vitamin C (Budiman, et.all, 2017). Salah satu nya

dengan memanfaatkan kulit pisang kepok sebagai bahan pembuatan selai. Selai adalah bahan dengan konsistensi gel atau semi gel yang dibuat dari buah segar yang direbus dengan gula, pektin dan asam. Biasanya selai terbuat dari buah yang telah masak, gula, asam sitrat dan pektin (Lies Suprapti, 2004). Selai yang terbuat dari kulit pisang kepok mempunyai warna yang kurang menarik berwarna kecoklatan dan rasa agak sepat (Yudi Sutriyono, et.all, 2016). Salah satu alternatif untuk rasa dan warna pada selai kulit pisang kepok yaitu dengan menambahkan buah naga dalam pembuatan selai. Buah naga merah memiliki warna yang menarik dan juga buah ini memiliki kandungan betasianin, buah naga merah ini dapat memberikan warna yang dapat menjadi daya tarik bagi para masyarakat terhadap suatu produk. penambahan buah naga merah mempengaruhi rasa dan warna selai, semakin banyak daging buah naga yang dicampurkan akan semakin kuat rasa dan warna yang dihasilkan (ade herianto, et.all, 2015).

## **BAHAN DAN METODA**

### ***Alat***

Alat –alat yang digunakan pada penelitian ini adalah timbangan analitik, blender, baskom, panci, pengaduk, pisau, talenan, sendok, dan kompor. Peralatan analisis yaitu pipet tetes, kertas saring, erlenmeyer, pH meter, soxhlet, refraktrometer, spatula, desikator, cawan petri, gelas kimia, labu erlenmeyer, labu takar, penangas, sendok, cup, nampan, alat tulis, kamera dan kertas label.

### ***Bahan***

Bahan-bahan antara lain, buah kulit pisang kepok sebanyak 3,5 kg dan buah naga merah sebanyak 1 kg yang diperoleh dari pasar Tempel Rajabasa, gula pasir sebanyak 4,5 kg dan asam sitrat sebanyak 30 gram. Bahan kimia yang digunakan untuk analisis yaitu aquades, HCl 0,1 N, NaOH 45%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10%, alkohol 95 %, Phenolptalin 1 % dan N-Heksana.

### ***Prosedur Penelitian***

#### **Pembuatan selai**

Pembuatan selai dimulai dengan bubur kulit pisang kepok sesuai perlakuan dipanaskan pada suhu  $\pm 70^{\circ}\text{C}$  selama  $\pm 10$  menit di dalam panci. Selanjutnya ditambahkan gula pasir sebanyak 300 gram dan asam sitrat sebanyak 2 gram. Lalu, aduk semua bahan dalam suatu wadah hingga semua bahan-bahan bercampur. Setelah bahan tercampur semua lalu masak sampai mengental selama 20 menit. Proses pemasakan dihentikan apabila adonan tidak jatuh saat diangkat menggunakan sendok. Lalu selai dimasukkan ke dalam wadah air bersih dengan menggunakan sendok apabila selai mengalami pecah maka selai belum masak jika selai sudah kompak saat dimasukkan ke dalam air maka sudah masak optimal. Selai didinginkan hingga suhu  $40^{\circ}\text{C}$ , kemudian dituangkan dalam botol jar, gelembung dikeluarkan, ditutup longgar, sehingga diperoleh selai.

#### **Rancangan Penelitian**

Rancangan percobaan yang digunakan pada penelitian pembuatan selai kulit pisang kepok ini adalah Rancangan Acak Lengkap (RAL) dengan perlakuan perbandingan kulit pisang kepok (P) dan buah naga merah (N) yang terdiri dari 5 perlakuan dan 3 kali ulangan, sehingga didapatkan 15 kali unit percobaan. Formulasi penelitian yaitu perbandingan bubur kulit pisang kepok dan buah naga merah yaitu:

- PN1 = 100% kulit pisang kepok dan 0% daging buah naga merah
- PN2 = 90% kulit pisang kepok dan 10% daging buah naga merah
- PN3 = 80% kulit pisang kepok dan 20% daging buah naga merah
- PN4 = 70% kulit pisang kepok dan 30% daging buah naga merah
- PN5 = 60% kulit pisang kepok dan 40% daging buah naga merah

Parameter yang diamati yaitu melihat kadar air, kadar abu, kadar lemak, kadar serat kasar, kadar protein, kadar karbohidrat, kadar vitamin C dan penilaian organoleptik secara deskriptif yang meliputi warna, aroma, rasa, tekstur.

## DISKUSI

Hasil sidik ragam menunjukkan bahwa rasio bubur kulit pisang dan bubur buah naga merah dalam pembentukan selai memberikan pengaruh nyata terhadap kadar air, kadar abu, kadar lemak, kadar serat kasar, kadar protein, kadar karbohidrat dan kadar vitamin C selai. Rata-rata hasil analisis uji kimia dapat dilihat pada Tabel.1

**Tabel 1. Analisis proksimat**

Perlakuan	Analisis kimia						
	Kadar air (%)	Kadar abu (%)	Kadar lemak (%)	Kadar serat kasar (%)	Kadar protein (%)	Kadar karbohidrat (%)	Kadar vit. C (%)
PN <sub>1</sub>	11,83 <sup>a</sup>	0,72 <sup>a</sup>	0,06 <sup>a</sup>	0,76 <sup>a</sup>	0,14 <sup>a</sup>	86,48 <sup>a</sup>	0,53 <sup>a</sup>
PN <sub>2</sub>	14,27 <sup>b</sup>	0,75 <sup>b</sup>	0,12 <sup>b</sup>	0,81 <sup>ab</sup>	0,19 <sup>b</sup>	83,86 <sup>b</sup>	0,61 <sup>b</sup>
PN <sub>3</sub>	23,97 <sup>c</sup>	0,79 <sup>c</sup>	0,13 <sup>b</sup>	0,88 <sup>b</sup>	0,27 <sup>c</sup>	73,96 <sup>c</sup>	0,76 <sup>c</sup>
PN <sub>4</sub>	27,26 <sup>d</sup>	0,81 <sup>d</sup>	0,16 <sup>c</sup>	1,04 <sup>c</sup>	0,31 <sup>c</sup>	70,42 <sup>d</sup>	0,77 <sup>c</sup>
PN <sub>5</sub>	28,01 <sup>e</sup>	0,83 <sup>d</sup>	0,28 <sup>d</sup>	1,31 <sup>d</sup>	0,59 <sup>d</sup>	69,01 <sup>e</sup>	0,80 <sup>c</sup>

Keterangan: angka yang diikuti huruf kecil yang berbeda menunjukkan berbeda nyata menurut DMRT pada taraf 5%.

### Kadar air

Air merupakan suatu komponen penting yang harus diperhatikan dalam bahan makanan. Kadar air berbeda jumlahnya pada setiap bahan makanan, ada bahan makanan yang mengandung kadar air yang tinggi dan ada pula bahan makanan yang mengandung kadar air yang rendah. Penentuan kadar air dalam makanan sangat menentukan kualitas pangan tersebut.

Hasil Tabel 1 di atas, menunjukkan bahwa kadar air selai kulit pisang berkisar antara 11,83% - 28,01%. Kadar air paling tinggi terdapat pada PN5 yaitu dengan penambahan buah naga merah sebanyak 40% adalah 28,01%. Sedangkan kadar air paling rendah terdapat pada PN1 yaitu tanpa penambahan buah naga merah adalah 11,83%. Tabel 1. Menunjukkan bahwa adanya peningkatan kadar air seiring dengan dengan meningkatnya penggunaan daging buah naga merah mengakibatkan kadar air selai cenderung naik. Hal ini dikarenakan oleh kandungan air pada daging buah naga merah lebih tinggi dibandingkan dengan kulit pisang. Pada setiap perlakuan kadar air selai mengalami perbedaan. Hal ini disebabkan oleh bahan dasar utama selai yaitu kulit pisang kepok dan daging buah naga merah yang memiliki kadar air sebesar 85,77% (Ade Herianto, Faiz Hamzah, Yusmarini, 2015). Semakin banyak penggunaan buah naga merah maka kadar air selai akan meningkat (M. Ricky Ramadhan, Noviar Harun, dan Faizah Hamzah, 2014).

Kadar air juga mempengaruhi lama penyimpanan selai. Semakin banyak kadar air dalam suatu pangan maka masa simpannya akan semakin cepat. Pada penelitian ini kadar air memenuhi standar SNI yaitu kadar air sebesar max.35% (Rianto, Raswen Efendi, Yelmira Zalfiatri, 2017).

### **Kadar abu**

Abu merupakan suatu zat organik sisa hasil pembakaran bahan organik. Sebagian besar bahan makanan terdiri dari 96% air dan bahan organik. Sisanya terdiri dari mineral yang dikenal sebagai bahan anorganik atau kadar abu. Bahan organik dapat terbakar saat proses pemasakan namun, bahan anorganik tidak dapat terbakar meskipun dengan suhu tinggi. Pada Tabel 1. Menunjukkan penambahan buah naga merah akan meningkatkan kadar abu selai yang dihasilkan. kadar abu yang dihasilkan berkisar antara 0,72%-0,83%. Semakin besar kadar abu menunjukkan semakin banyak kadar mineral yang terkandung dalam bahan makanan tersebut.

### **Kadar lemak**

Lemak merupakan molekul-molekul yang terdiri dari unsur-unsur karbon, hidrogen dan oksigen yang meliputi asam dan vitamin yang larut dalam lemak (A,D,E dan K) (Ayyub Wibowo dan Farida Fathul, 2017). Lemak merupakan salah satu sumber energi selain karbohidrat. Namun, lemak berfungsi sebagai penghangat tubuh bagi makhluk hidup.

Uji statistik pada Tabel 1. di atas dengan uji kadar lemak pada selai yang dihasilkan diatas memiliki kisaran rata-rata antara 0,07 - 0,28%. Semakin banyak buah naga merah yang ditambahkan semakin meningkat kadar lemak yang dihasilkan. Hal ini ditunjukkan dengan penelitian Slamet Widodo pada seminar nasional yang menyatakan bahwa perubahan kadar lemak makanan setelah penambahan bahan yang mengandung rendah lemak akan meningkatkan kandungan lemak produk yang dihasilkan 0.23 kali dibandingkan sebelumnya (Slamet Widodo, 2017).

**Tabel 1** Menunjukkan penambahan konsentrasi buah naga merah yang berbeda menghasilkan kadar lemak yang berbeda pula. Konsentrasi dengan penambahan buah naga merah paling banyak memiliki kadar lemak yang paling tinggi yaitu 0,28% sedangkan kadar lemak terkecil pada sampel PN<sub>1</sub> kulit pisang tanpa penambahan buah naga merah yaitu 0,07%. Hal ini dikarenakan peningkatan pada setiap perlakuan dipengaruhi oleh kandungan lemak pada bahan dasar pembentuknya.

### **Kadar serat kasar**

Serat adalah bagian yang terdapat dalam tumbuhan. Serat dapat membantu memperlancar sistem pencernaan. Serat kasar merupakan bagian dari pangan yang tidak dapat dihidrolisis.

Berdasarkan **Tabel 1**, kandungan serat kasar dengan penambahan buah naga merah pada selai kulit pisang berkisar antara 0,76-1,31%. Total serat kasar tertinggi terdapat pada sampel PN<sub>5</sub> yaitu sebesar 1,31% dan nilai serat terendah terdapat pada sampel PN<sub>1</sub> yaitu 0,76. Menurut penelitian, Kadar serat tidak perlu terlalu tinggi dikarenakan dapat menghambat penyerapan mineral tertentu. Namun, serat kasar diperlukan karena berfungsi dalam proses eksresi (Rianto, Raswen Efendi, Yelmira Zalfiatri, 2017).

### **Kadar protein**

Protein merupakan biomolekul raksasa penyusun makhluk hidup selain lipid dan polisakarida. Protein menyumbang sekitar 20% dari berat total tubuh. Protein berfungsi sebagai pembentuk struktur, fungsi dan regulasi sel dari makhluk hidup. Selain itu, protein berfungsi sebagai sumber energi tubuh.

**Tabel 1**, Menunjukkan bahwa Kadar protein yang dihasilkan memiliki kisaran 0,14-0,59% menunjukkan ada peningkatan. Semakin banyak konsentrasi buah naga merah yang ditambahkan akan semakin tinggi kadar protein yang dihasilkan. Peningkatan kadar protein dipengaruhi pada bahan dasar yang digunakan. Kementerian Republik Indonesia melalui BPOM menyatakan bahwa

kandungan protein persaji paling sedikit 20% maka sumber makanan tersebut dapat dikatakan sebagai sumber protein yang baik.

### **Kadar karbohidrat**

Karbohidrat merupakan sumber energi utama bagi tubuh. Karbohidrat dapat diperoleh dari makanan yang dikonsumsi, biasanya karbohidrat berasal dari tanaman atau tumbuh-tumbuhan. Pada penelitian ini, uji karbohidrat menggunakan uji *by different* yaitu hasil akumulasi semua proksimat yaitu air, abu, lemak, serat kasar dan protein, dimana 100 akan dikurang dengan jumlah proksimat sehingga akan didapatkan jumlah karbohidrat.

Tabel 1. Uji statistik pada kadar karbohidrat selai menunjukkan bahwa rata-rata kadar karbohidrat yang dihasilkan antara 69,01% - 86,48%, dengan kadar karbohidrat tertinggi terdapat pada sampel PN<sub>1</sub> yaitu sebesar 86,48% dan kadar karbohidrat terendah pada konsentrasi terdapat pada PN<sub>5</sub> sebesar 69,01%. Hal ini menunjukkan adanya penurunan kadar karbohidrat dengan banyaknya konsentrasi buah naga merah yang ditambahkan. Menurut penelitian Slamet Widodo, menyatakan kadar karbohidrat selai kulit semangka lembaran dengan penambahan jelli berada pada kisaran 29,8% sampai 33,76% (Slamet Widodo, 2017).

Kadar karbohidrat merupakan kadar proksimat terbesar yang dihasilkan dari selai kulit pisang kepok. Hal ini disebabkan kulit pisang kepok memiliki kadar karbohidrat tinggi yakni sebesar 11,48% per 100 gram kulit pisang. Namun, kadar karbohidrat tertinggi terdapat pada perlakuan dengan tanpa penambahan buah naga merah yakni pada konsentrasi 100% kulit pisang kepok.

### **Kadar Vitamin C**

Vitamin C merupakan vitamin yang paling mudah rusak oleh pemanasan dibanding dengan jenis vitamin lainnya. Selain mudah larut air, vitamin C mudah teroksidasi oleh panas, sinar alkali dan oksidator lainnya (Suroto Hadi Saputra, 2017).

Tabel 1. menunjukkan bahwa rata-rata kadar vitamin C yang dihasilkan yaitu 0,53%-0,80%. Semakin banyak konsentrasi buah naga merah yang ditambahkan semakin banyak kadar vitamin C yang dihasilkan. Hal ini sama menurut penelitian Risti Febriani menyatakan bahwa semakin banyak rasio penambahan jambu biji merah kadar vitamin C semakin meningkat (Risti Febriani, et.al, 2016).

### **Penilaian organoleptik**

#### **Warna**

Warna merupakan salah satu indikator kualitas selai karena dapat memberikan hasil penilaian produk sehingga produk tersebut dapat dipasarkan. Semakin menarik warna makanan maka konsumen akan semakin tertarik pada produk makanan tersebut.

Berdasarkan penilaian panelis terhadap warna dari selai kulit pisang kepok dengan penambahan buah naga merah terhadap 25 panelis dengan 3 kali pengulangan didapatkan warna yaitu mulai dari merah kecoklatan sampai merah dengan konsentrasi yang didapatkan yaitu dengan persentase tertinggi yaitu pada PN<sub>5</sub> dengan warna terpilih yaitu merah. warna merah yang dihasilkan yaitu dari penambahan daging buah naga merah yang ditambahkan pada selai kulit pisang kepok. Buah naga mengandung betasianin yang dapat memberikan warna merah pada makanan. Hal ini sesuai dengan penelitian menyatakan bahwa selai yang lebih tinggi daging buah naga akan memiliki warna yang merah (Ade Herianto, Faiz Hamzah, Yusmarini, 2015).

### **Aroma**

Aroma merupakan salah satu indikator pada selai. Aroma menentukan layak tidak nya sebuah produk untuk dipasarkan. Aroma pula dapat menentukan bahan dari produk yang digunakan. Berdasarkan penilaian panelis terhadap aroma selai kulit pisang kepok dengan 3 kali pengulangan dihasilkan nilai pemilihan aroma tertinggi terdapat pada PN<sub>5</sub> dengan aroma terpilih yaitu "agak berbau pisang". Jumlah buah naga yang ditambahkan akan mempengaruhi aroma dari selai kulit pisang kepok. Jika tanpa penambahan buah naga merah aroma dari selai sangat berbau pisang namun seiring dengan penambahan buah naga merah maka aroma selai akan berkurang. Hal ini dinyatakan pada penelitian bahwa dalam matriks makanan terdapat hidrokaloid yang dapat meningkatkan ketebalan produk sehingga akan meningkatkan persepsi rasa panelis yang sebagian dapat dikaitkan dengan penurunan aroma (Deanisa Matondang, 2014).

### **Rasa (Tingkat kemanisan)**

Rasa merupakan salah satu indikator penting dalam produk makanan. Hal pertama yang akan diperhatikan konsumen dalam membeli suatu produk makanan adalah rasa karena rasa dapat menentukan makanan tersebut layak konsumsi. Rasa merupakan rangsangan yang ditimbulkan bahan makanan yang dimakan, rangsangan tersebut akan dirasakan oleh indera pengecap yaitu lidah.

Berdasarkan penilaian panelis dengan 3 kali pengulangan didapatkan rasa dengan tingkat kemanisan yang berbeda yaitu antara tidak manis sampai manis. Namun, secara keseluruhan pemilihan tertinggi terhadap rasa (tingkat kemanisan) selai yang dihasilkan yaitu didapatkan hasil yaitu pada PN<sub>5</sub> dengan rasa yang terpilih yaitu "manis". Hal ini menunjukkan bahwa penambahan buah naga merah tidak terlalu mempengaruhi rasa selai kulit pisang kepok.

### **Tekstur**

Tekstur merupakan salah satu indikator penting pada selai. Tekstur yang keras akan menimbulkan ketidaksukaan panelis terhadap selai. Tekstur dapat dirasakan dengan indera peraba, dimana panelis dapat merasakan kasar atau halus nya tekstur dari selai.

Berdasarkan penilaian panelis terhadap tekstur dari selai kulit pisang kepok dengan penambahan buah naga merah terhadap 25 panelis dengan 3 kali pengulangan didapatkan tekstur yaitu mulai dari bertekstur agak halus sampai halus. Namun, secara keseluruhan pemilihan tertinggi terhadap tekstur selai yang dihasilkan yaitu pada PN<sub>5</sub> dengan tekstur yang terpilih yaitu "halus". Tingkat kehalusan dari selai yang dihasilkan tergantung pada saat penghancuran bahan.

Tekstur adalah sifat penting dalam pembuatan produk selai. Tekstur yang keras akan menurunkan nilai produk selai karena selai tidak dapat dioleskan, begitupun sebaliknya tekstur selai yang sangat encer akan menurunkan tingkat kesukaan panelis terhadap selai. Hal ini disebabkan karena terlalu keras dan encer produk selai membuat selai tidak dapat dioleskan.

## **KESIMPULAN**

Berdasarkan hasil penelitian bahwa penambahan buah naga memberikan pengaruh nyata terhadap kadar abu, kadar air, kadar karbohidrat, kadar protein, kadar serat kasar kadar lemak dan kadar vitamin C yang dihasilkan. Namun secara deskriptif uji organoleptik penambahan buah naga tidak mempengaruhi aroma dari selai tetapi mempengaruhi warna, rasa dan tekstur dari selai kulit pisang kepok. Uji kadar proksimat didapatkan kadar terbaik dari kelima konsentrasi yaitu pada PN<sub>5</sub> (60 kulit pisang kepok dan 40% buah naga merah) diperoleh kadar air sebesar 28,01%, kadar abu sebesar

0,83%, kadar lemak sebesar 0,28%, kadar serat kasar sebesar 1,31%, kadar protein sebesar 0,59%, kadar karbohidrat sebesar 69,01%, dan kadar vitamin C sebesar 0,80%. Sedangkan, warna diperoleh berwarna merah dengan rasa manis, beraroma masih agak berbau pisang dengan tekstur yang halus.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ade Herianto, Faiz Hamzah, Yusmarini (2015): Studi Pemanfaatan Buah Pisang Mas (*Musa acuminata*) dan Buah Naga Merah (*Hylocereus Polyrhizus*) Dalam Pembuatan Selai. *Jom FAPERTA*, Vol. 2 No. 2.
- [2] Ayyub Wibowo, Farida Fathul (2017): Identifikasi Kandungan Zat Makanan pada Biji Buah di Pasar Bandar Lampung. *Jurnal Ilmiah Peternakan Terpadu* Vol. 5 No. 1.
- [3] Budiman, Faizah Hamzah, Vonny Setiaries Johan (2017): Pembuatan Selai dari Campuran Buah Sirsak (*Annona Muricata L.*) dengan Buah Naga Merah (*Hylocereus Polyrhizus*). *Jurnal JOM Faperta* Vol.4 No. 2.
- [4] M. Lies Suprpti (2001): *Membuat Aneka Olahan Nanas*. Jakarta: Puspa Swara.
- [5] Ruth Dwi Elsa Manalu (2013): Kandungan Zat Gizi Makro dan Vitamin Produk Buah Pedada (*Sonneralia Caseolaris*). *Penelitian Gizi dan Makanan*, Vol. 36 No. 2.

## ELEKTROLISIS UNTUK PRODUKSI AIR ALKALI DAN ASAM DENGAN SUMBER ENERGI MODUL SEL SURYA

Ekki Kurniawan<sup>a</sup>, M Ramdhani<sup>a</sup>, Rintis Manfaati<sup>b</sup>, Deden Indra Dinata<sup>c</sup>  
Anni Angraini<sup>d</sup>, Iman Rahayu<sup>d</sup>, Husein Bahti<sup>d</sup>

<sup>a</sup>Telkom University, Bandung

<sup>b</sup>Politeknik Negri, Bandung

<sup>c</sup>Sekolah Tinggi Farmasi Bandung

<sup>d</sup>Universitas Padjajaran, Bandung

e-mail: [ekki.kurniawan@telkomuniversity.ac.id](mailto:ekki.kurniawan@telkomuniversity.ac.id)

### ABSTRAK

Indonesia merupakan negara dengan banyak air dan sinar matahari. Sumber energi matahari berlimpah belum dimanfaatkan secara optimal. Air mineral yang sudah ada belum diproses menjadi air yang lebih berkualitas dan memiliki nilai tambah bagi masyarakat Indonesia. Salah satu cara mengolah air mineral yaitu dengan proses elektrolisis. Elektrolisis air mineral dapat menghasilkan air alkali di bagian katode dan air basa di bagian anode. Pada saat ini mesin elektrolisis masih cukup mahal sehingga belum dicapai oleh masyarakat banyak di Indonesia. Penelitian ini bermaksud menganalisis sistem instrumen untuk produksi air alkali dan air asam yang sederhana dengan sumber energi dari Modul Sel Surya (MSS). Hukum elektrolisis Faraday, konsep termodinamika Kimia Fisik, energi bebas Gibbs, persamaan Nernst digunakan untuk menghitung kembali tegangan yang diperlukan pada elektrolisis air. Diagram Pourbaix terbalik dipakai untuk menganalisis keadaan kesetimbangan antara asam-basa, antara reaksi reduksi-oksidasi, garis kestabilan antara gas hidrogen, air, dan gas oksigen. Air alkali dan air asam telah berhasil dibuat dengan sumber energi matahari. Energi surya diserap oleh MSS 10Wp dan disimpan baterai 12Volt - 7,2 Amperehour. Konverter elektronika daya digunakan untuk menaikkan tegangannya hingga 120 Volt. Arus rata-rata elektrolisis sebesar 9 mikroampere hingga 7 miliampere. Proses elektrolisis dilakukan selama 6 jam pada lima liter air di sisi katode, dan satu liter di sisi anode, pH air pada sisi katode berubah dari 7,12 menjadi 9,80 dan pH air pada sisi anode berubah dari 7,12 menjadi 5,04.

**Kata Kunci:** elektrolisis,, Modul Sel Surya (MSS), pH, alkali, asam

### PENDAHULUAN

Indonesia terletak pada daerah khatulistiwa, memiliki potensi air laut dan energi surya yang melimpah. Dalam kondisi cuaca akan selalu disinari matahari selama 10-12 jam dalam sehari. Matahari bersinar berkisar 2000 jam per tahun, dengan total energi Intensitas radiasi (Ir) rata-rata 4,5 kWh/m<sup>2</sup>/hari. Potensi energi matahari di Indonesia rata-rata mencapai 4,8 kilowatt-hour (KWh). Saat ini kapasitas terpasang ± 86 Megawatt (MW), atau sekitar 0,041% dari total potensi di seluruh Indonesia sebanyak 207,9 GW. Data yang diberikan oleh Direktorat Jenderal Energi Terbarukan dan Konservasi Energi Indonesia ditunjukkan pada Tabel 1<sup>[1]</sup>.

**Tabel 1.** Potensi daya dan kapasitas terpasang dari energi terbarukan di Indonesia 2017

Jenis Sumber energi	Potensi daya (GW)	Kapasitas terpasang GW)	% pemanfaatan
PLTA	75	5,124	6,8
Mikro hidro	19,3	0,173	0,89
Sel Surya	207,9	0,086	0,041
Tenaga angin	60,6	0,0011	0,0018
Lautan	28,5	0,0018	0,0065
Panas bumi	32,6	0,1304	0,4
Bioenergi	17,9	0	0

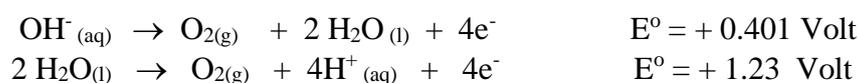
Pemanfaatan energi matahari ini masih belum optimal, sehingga perlu ada usaha-usaha mengoptimalkan sumber energi tersebut, di antaranya dengan menyimpan energi tersebut dalam bentuk tegangan listrik DC melalui sel surya dan baterai. Salah satu alat yang menggunakan tegangan DC adalah sistem elektrolisis. Elektrolisis memerlukan energi yang cukup besar. Peningkatan efisiensi dari sistem elektrolisis merupakan hal yang sangat penting, di antaranya dengan mengatur sumber tegangan catu daya. Besar tegangan yang diperlukan untuk suatu sel elektrolisis biasanya lebih besar dari tegangan dekomposisi molekul larutan, kelebihan tegangan ini disebut *overpotential*. Usaha untuk mengatur tegangan sel elektrolisis diperlukan untuk mencapai besar arus yang optimal<sup>[5]</sup>.

### *Elektrolisis Air*

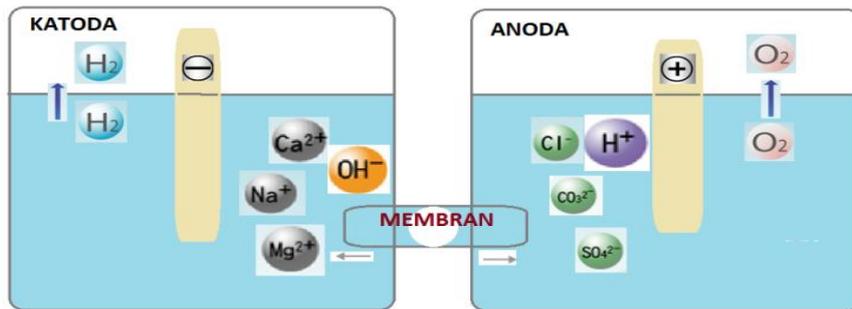
Elektrolisis adalah reaksi kimia memerlukan energi listrik. Pada elektrolisis air, molekul air dapat terurai menjadi hidrogen dan oksigen dengan aliran arus listrik. Arus listrik menyebabkan ion-ion yang bermuatan positif bergerak ke katode yang bermuatan negatif dan sebaliknya. Pada sisi katode terjadi reaksi reduksi membentuk ion OH<sup>-</sup> dan gas hidrogen (H<sub>2</sub>). Pada katode, terjadi dua reaksi reduksi, yaitu dua mol elektron (2e<sup>-</sup>) dua mol ion hidrogen (H<sub>2</sub>O) membentuk satu mol gas hidrogen (H<sub>2</sub>) pada keadaan standar dengan besar E<sup>o</sup> = 0,00 Volt. Reaksi yang kedua adalah dua mol elektron (2e<sup>-</sup>) dua mol air (H<sub>2</sub>O) membentuk satu mol gas hidrogen (H<sub>2</sub>) dan satu mol ion hidroksil OH<sup>-</sup>, dengan potensial pada keadaan standar E<sup>o</sup> = -0,83 Volt.



Pada sisi anode terjadi oksidasi menghasilkan ion H<sup>+</sup> atau gas oksigen (O<sub>2</sub>). Pada anode terjadi dua reaksi yaitu, dengan tegangan E<sup>o</sup> = + 0.401 Volt, ion OH<sup>-</sup> membentuk gas oksigen (O<sub>2</sub>), dan molekul air H<sub>2</sub>O<sub>(l)</sub>, sementara itu dengan peningkatan tegangan E<sup>o</sup> menjadi + 1.23 Volt molekul air terurai menjadi gas oksigen (O<sub>2</sub>), melepaskan 4 ion H<sup>+</sup> serta mengalirkan elektron ke sumber melalui aliran listrik.



Ion negatif OH<sup>-</sup> akan bergabung dengan ion-ion basa mineral seperti Ca<sup>2+</sup>, Mg<sup>2+</sup>, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>, membentuk air alkali. Sebaliknya ion-ion asam seperti Cl<sup>-</sup>, F<sup>-</sup>, S<sup>2-</sup>, dan lain-lain akan berkumpul pada kutub positif, bergabung dengan ion H<sup>+</sup> sehingga terbentuk air asam. Sementara itu sisa ion H<sup>+</sup> dan OH<sup>-</sup> mengalami netralisasi sehingga terbentuk kembali beberapa molekul air.



Gambar 1 Elektrolisis air mineral (Kurniawan, 2017).

### Gradien Nernst

Persamaan Nernst dapat digunakan untuk melakukan perhitungan yang berkaitan dengan sel elektrokimia. Persamaan Nernst digunakan untuk mengetahui hubungan antara tegangan yang dihasilkan sensor dan nilai pH yang terukur. Persamaan Nernst diturunkan dari potensial sel standar termodinamika dapat diperoleh dari perhitungan energi bebas Gibbs dalam keadaan standar  $\Delta G^\circ$  dengan menggunakan persamaan (1), (2), dan (3):

$$\Delta G^\circ = -nFE^\circ \quad (1)$$

$$E = E^\circ - (RT/nF) \ln Q \quad (2)$$

$$E = E^\circ + (2,3 RT/nF) \log [H^+] \quad (3)$$

E = potensial sel dalam keadaan tidak standar (Volt)

$E^\circ$  = potensial sel dalam keadaan standar (Volt)

R = gas konstan, yaitu 8.31 (Volt-Coulomb) / (mol-K)

T = temperatur (K)

n = jumlah mol elektron yang dipertukarkan dalam reaksi elektrokimia (mol)

F = konstanta Faraday = 96.500 Coulomb /mol

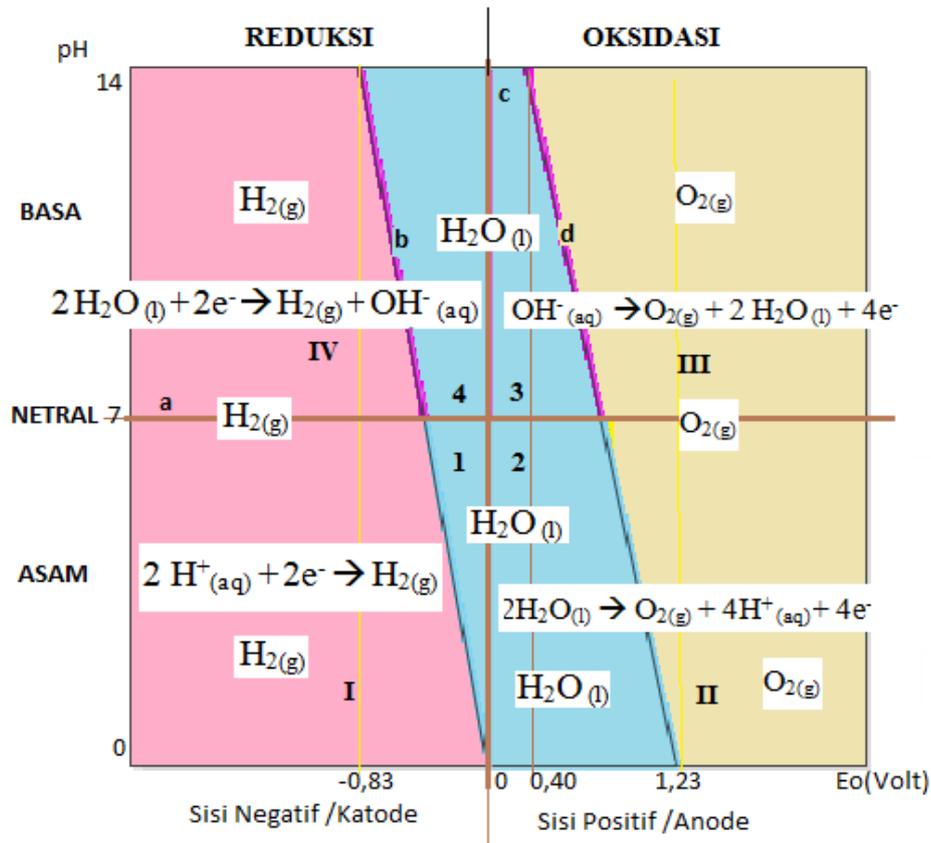
Q = hasil bagi reaksi, yang merupakan ungkapan kesetimbangan dengan konsentrasi awal daripada konsentrasi kesetimbangan.

Konstanta  $(2,3 RT/nF)$  merupakan gradien Nernst yang berubah terhadap temperatur. Dalam prakteknya sel elektrokimia memerlukan tegangan yang lebih besar. Tegangan itu diperlukan untuk menghasilkan energi aktivasi, memobilisasi ion. Konsentrasi larutan, resistansi kawat, hambatan permukaan termasuk pembentukan gelembung menyebabkan penyumbatan pada daerah elektrode. Untuk mengatasi faktor-faktor ini maka diperlukan kenaikan potensi yang disebut *overpotential*. Isana (2010), menjelaskan proses elektrolisis air berlangsung sangat lambat, sehingga perlu diupayakan modifikasi elektrolisis air dapat meliputi penambahan zat terlarut yang bersifat elektrolit, atau dengan modifikasi elektrode yang digunakan atau dengan cara lain.

### Diagram Pourbaix

Dalam elektrokimia, diagram Pourbaix, juga dikenal sebagai diagram potensial elektrolisis terhadap pH. Diagram memetakan fasa stabil (ekuilibrium) dari suatu larutan. Persamaan garis dengan gradien Nernst membatasi ion-ion yang dominan. Dengan menggunakan persamaan Nernst, pada temperatur dan tekanan standar, daerah air asam dibatasi oleh tegangan  $E^\circ = 0$  Volt dan  $E^\circ = 1,23$  Volt pada pH sama dengan 0. Daerah basa dibatasi oleh tegangan  $E^\circ = 0,410$  Volt dan  $E^\circ = -0,83$  Volt pada pH sama dengan 14. Diagram Pourbaix dapat dibaca seperti diagram fasa pada keadaan standar, tidak memperhatikan laju reaksi atau efek kinetik.

Persamaan garis stabilitas air pada berada antara garis  $E = -0,0591 \text{ pH}$  dan  $E = 1,23 \text{ V} - 0,0591 \text{ pH}$ . Dengan kenaikan tegangan tidak lebih dari  $E = 1,23 \text{ Volt}$ , fasa air satu mol dalam keadaan standar tetap stabil, tidak membentuk gas oksigen atau pun hidrogen. **Gambar 2** merupakan diagram pourbaix dengan posisi terbalik dengan pH sebagai sumbu vertical dan tegangan  $E^\circ$  sebagai sumbu horizontal. Persamaan garis b dan d membatasi fasa air dengan fasa gas hidrogen dan oksigen, dengan gradien sebesar  $1/-0,059 \approx -17$ .



**Gambar 2** Diagram Pourbaix Terbalik Pada Elektrolisis Air (Kurniawan, 2018).

Persamaan garis a, garis  $\text{pH} = 7$ , garis netral, merupakan garis keseimbangan asam-basa. Persamaan garis b,  $\text{pH} = -17E_o$ , garis batas pembentukan air menjadi gas hidrogen. Persamaan garis c,  $\text{pH} = -17E_o + 20,8$ , garis batas pembentukan air menjadi gas oksigen. Persamaan garis d, garis  $E_o = 0$ , garis batas antara katode dan anode, tidak terjadi reaksi reduksi atau oksidasi.

- Kuadran I : Daerah katode  $E < 0$ ,  $\text{pH} < 7$ , terjadi reduksi asam ( $\text{H}^+$ ) menjadi gas hidrogen.
- Kuadran II : Daerah anode  $E > 0$ ,  $\text{pH} < 7$ , terjadi oksidasi air menjadi ( $\text{H}^+$ ) dan gas oksigen.
- Kuadran III : Daerah anode  $E > 0$ ,  $\text{pH} > 7$ , terjadi oksidasi basa ( $\text{OH}^-$ ) menjadi air dan gas oksigen.
- Kuadran IV: Daerah katode  $E < 0$ ,  $\text{pH} > 7$ , terjadi reduksi air menjadi ( $\text{OH}^-$ ) dan gas hidrogen.
- Daerah 1 : air di sisi katode yang masih mengandung ( $\text{H}^+$ ).
- Daerah 2 : air di sisi anode yang banyak mengandung ( $\text{H}^+$ ) bersifat asam.
- Daerah 3 : air di sisi anode yang masih mengandung ( $\text{OH}^-$ ).
- Daerah 4 : air di sisi katode yang banyak mengandung ( $\text{OH}^-$ ) bersifat basa.

## BAHAN, ALAT DAN METODE

### *Bahan*

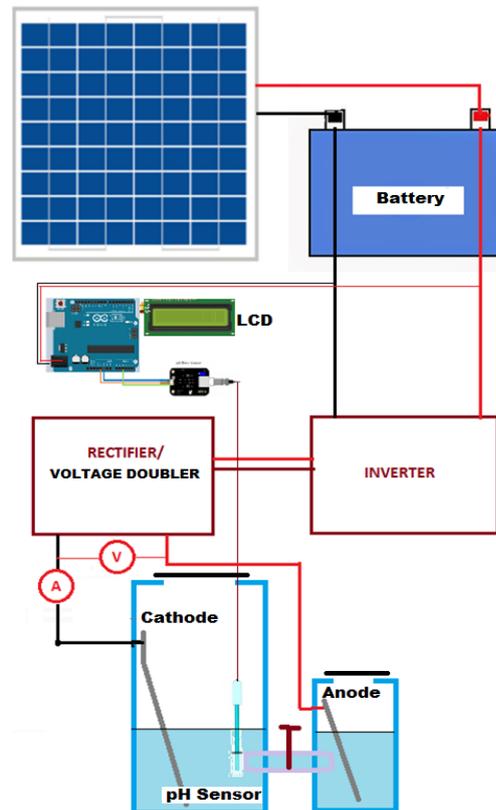
Bahan-bahan kimia yang digunakan adalah air mineral. Air mineral diperoleh dari air PDAM yang sudah dimatangkan dan air kemasan yang dijual di pasaran. Membran yang akan digunakan berupa kapas, tabung (wadah) yang digunakan merupakan tempat yang harus sama posisinya, tahan panas, dan tidak menghantarkan listrik. Pipa paralel digunakan sebagai pemisah sekaligus penghubung antara dua tabung dan diisi dengan kapas sebagai membran. Ukuran kontainer sekitar 7 liter untuk sisi katode dan sekitar 3 liter untuk sisi anode.

Jenis elektrode terbuat dari bahan Stainless Steel (SS) 304, berfungsi sebagai penghantar listrik yang akan melepas elektron atau menerima elektron. Ukuran elektrodanya, tebal 0,8 mm, panjang 190 mm, dan lebar 25 mm. SS 304 dengan komposisi 18/8 atau 18/10. Arti dari kode ini menunjukkan komposisi kromium dan nikel. Kromium berfungsi untuk mengikat oksigen pada permukaan SS dan melindungi material dari proses oksidasi yang bias menyebabkan karat. Selain itu, kandungan nikel membuat SS lebih kuat. Seri 304 lebih tahan terhadap korosi dan aman kontak langsung dengan unsur-unsur yang terkandung dalam air.

### *Alat*

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Modul Sel Surya (MSS), baterai, *Inverter-Rectifier* bejana elektrolisis, elektrode Stainless-steel, sensor pH, sensor temperatur, mikrokontroler arduino, laptop dan peralatan gelas seperti labu ukur, erlenmeyer, dan gelas ukur. Spesifikasi MSS tipe SP-10 dengan daya maksimum terukur 10Wp, tegangan listrik maksimum 17,4 Volt, arus pada daya maksimum sebesar 0,58 Ampere, tegangan rangkaian terbuka 21.28Volt, arus hubung singkat 0,63 Ampere, jumlah sel 36 (6 x 6), dimensi sel 350mm x 300mm x25mm, jenis monokristalin, berat satu modul 1,5 kg. Tegangan sistem maksimum adalah 700Volt, suhu kisaran -45 hingga 80 0C. Spesifikasi baterai yang digunakan dari Jenis Asam-Timbal dengan tegangan 12 Volt dan kapasitas 7.2 Ah. **Gambar 3** menunjukkan diagram koneksi kabel dari peralatan sistem instrumentasi elektrolisis.

Sensor pH merupakan bagian dari alat untuk mengukur kadar keasaman suatu larutan. *Liquid Crystal Display* (LCD) menunjukkan hasil pengukuran pH, tampilannya dapat disesuaikan berdasarkan rangkaian dan program pada mikrokontroler. Arduino uno merupakan mikrokontroler yang dipilih karena memiliki kemudahan karena sudah dilengkapi komunikasi *Universal Serial Bus* (USB), sudah memiliki *bootloader* sehingga memudahkan untuk *upload* program dari komputer. Voltmeter dan Amperemeter berfungsi untuk mengukur tegangan dan arus yang digunakan selama proses pengujian elektrolisis berlangsung. *Inverter dan Rectifier* konverter elektronika daya (merubah tegangan DC ke AC dan AC ke DC dapat menaikkan tegangan DC yang dihasilkan oleh MSS dan Baterai).



**Gambar 3** Diagram koneksi kabel sistem instrumentasi elektrolisis (Kurniawan, 2017).

### Metode

Setelah sistem instrumentasinya dibuat maka dilakukan metode percobaan sebagai berikut: sediakan catu daya dari tegangan 12-120 Volt, air mineral kemasan atau air PDAM. Jika air dari PDAM, maka proses pembuatan air alkali dapat dilihat pada **Gambar 4** Air baku atau air mineral dari PDAM atau air sumur, ditampung agar terjadi pengendapan kotoran, difilter hingga bersih dan higienes, kemudian dimasukkan ke dalam bejana untuk dipanaskan hingga mendidih, sebelum dielektrolisis air tersebut didinginkan hingga mencapai temperatur kamar. Jika air kemasan yang biasa diminum, maka air langsung dielektrolisis. Hasil elektrolisis, berupa air alkali dan air asam disimpan pada bejana yang terpisah.

#### Air baku dari air mineral PDAM

- Ditampung, pengendapan kotoran
- Disaring, supaya bersih
- Dipreparasi, pemanasan hingga 100 °C
- Didinginkan hingga temperatur kamar 24-27 °C
- Dielektrolisis pada  $V, P, T, t$ ,
- Dimasukkan pada bejana yang terpisah

#### Air alkali dan air asam

**Gambar 4** Diagram alir pembuatan air alkali & air asam (Kurniawan, 2017)

Untuk menghasilkan energi listrik maksimum 86,4 Watt jam atau 311040 Joule, yang dapat digunakan selama 20 jam dengan arus 0,36 Ampere elektrolisis baik siang maupun malam hari. MSS

diletakan di ruang yang tembus cahaya matahari, kemiringan yang paling efektif adalah kira-kira 10-15 derajat menghadap timur, di mana matahari terbit. Terminal keluaran dari modul sel surya, dihubungkan dengan terminal baterai. Terminal positifnya dihubungkan dengan terminal positif baterai, terminal negatifnya dihubungkan dengan terminal negatif baterai. Penyambungan tersebut dilakukan seterusnya sepanjang hari.

Untuk dapat menghasilkan air alkali dengan variasi pH dari 9-11 sebanyak lima liter air alkali dan satu liter air asam pH 3-5, dalam waktu 6 jam, arus mulai dari 9  $\mu$ A hingga 10 mA, tegangan DC rata-rata 120 Volt. Metodenya, enam liter bahan baku air mineral yang sudah layak minum, dimasukkan ke dalam wadah elektrolisis. Elektrode negatif atau katode dihubungkan dengan terminal negatif konverter elektronika daya, elektrode positif atau anode dihubungkan dengan terminal konverter elektronika daya. Tegangan keluaran diatur konverter hingga 120 Volt. Tegangan dan arus elektrolisis diukur langsung dengan multimeter.

### ***Hasil Pengukuran dan Perhitungan***

MSS terhubung langsung ke baterai tanpa pengendali pengisi daya. Pada 05.48 am tegangan baterai diukur (nominal adalah 12V; 7.2 Ah). Baterai sudah digunakan, tetapi masih ada sisa tegangan output yaitu: 6,68; 6,94; 6,95; 6,55; 6,75; 6,4; 6.65 volt (tujuh kali pengukuran). MSS dipasang menghadap ke timur secara vertikal, yang menyebabkan naiknya tegangan output MSS matahari adalah 16.33 Volt, Pada pukul 6 pagi output tegangan MSS meningkat menjadi 17,08 Volt. Kemudian proses pengisian baterai dilakukan. Terminal MSS terhubung ke terminal baterai, terminal positif MSS terhubung ke terminal positif baterai, terminal negatif MSS terhubung ke terminal negatif baterai, sehingga terhubung paralel. Tabel 3. Menyajikan hasil pengukuran tegangan dari proses pengisian sebagai berikut:

**Tabel 3** Pengukuran tegangan pengisian baterai dengan MSS

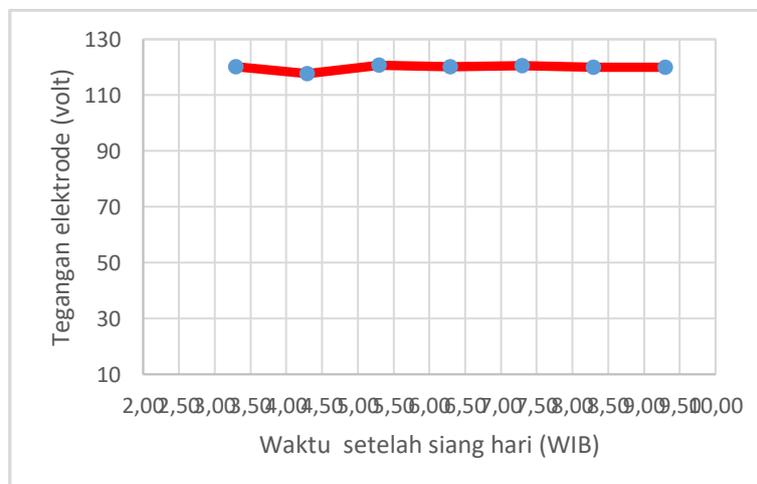
Waktu pagi	Tegangan(volt)
00.60	10.95
00.70	12.81
00.80	13.20
00.90	13.14
10.00	12.97
11.00	12.76
12.00	12.76

Hasil pengukuran dapat dilihat pada **Tabel 4**. Elektrolisis dilakukan selama enam jam dari pukul 03.00 hingga 09.30. Nilai pH diukur dalam sisi katode. Tegangan hampir konstan selama pengukuran tetapi cenderung berkurang karena meningkatkan nilai pH. Munculnya ion dari kedua sisi dan bergabung untuk membuat molekul baru yang dapat menurunkan nilai resistansi larutan.

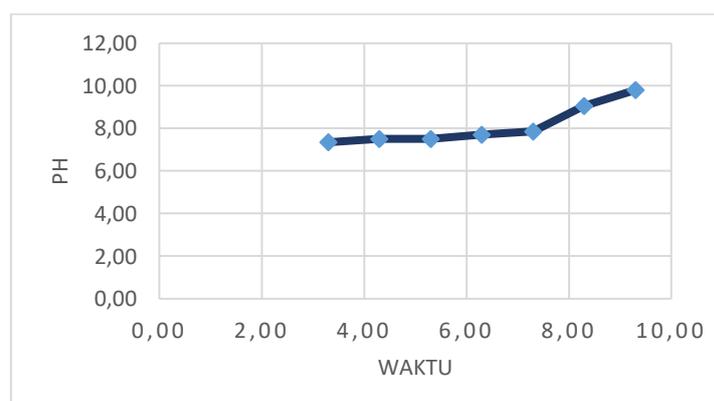
**Tabel 4** Hasil pengukuran dan perhitungan elektrolisis air

No	Waktu pukul	Tegangan (Volt)	Arus $\mu\text{A}$	Resistansi ( $\text{K } \Omega$ )	pH	pOH
1	3.30	120.17	9.54	12.596,44	7.35	6.65
2	4.30	117.7	9.03	13.034,33	7.50	6.50
3	5.30	120.7	9.30	12.978,49	7.51	6.49
4	6.30	120.1	8.97	13.389,07	7.70	6.30
5	7.30	120.6	8.64	13.958,33	7.86	6.14
6	8.30	120.02	7490	16,024	9.07	4.93
7	9.30	120	7310	16,415	9.80	4.20

**Tabel 4** menyajikan hasil pengukuran tegangan, arus elektrolisis dan nilai pH pada sisi katode. Nilai resistansi dan pOH diperoleh dengan melakukan perhitungan. **Gambar 6** menunjukkan bahwa tegangan yang dihasilkan baterai selama enam jam elektrolisis cenderung tetap, dan **Gambar 7** menunjukkan nilai pH yang diukur di sisi katode.



**Gambar 6** Grafik tegangan terhadap waktu pelaksanaan elektrolisis (Kurniawan, 2018)



**Gambar 7** Grafik pH terhadap waktu pelaksanaan elektrolisis di sisi katode (Kurniawan, 2018)

## DISKUSI

### *Termodinamika Elektrolisis*

Energi dari MSS disimpan pada baterai yang disambung dengan konverter elektronika daya (elda). Air (H<sub>2</sub>O) dapat dipisahkan menjadi molekul diatomik hidrogen (H<sub>2</sub>) dan oksigen (O<sub>2</sub>). Elektrolisis satu mol air menghasilkan satu mol gas hidrogen dan setengah mol gas oksigen. Proses ini berada pada suhu 298K dan tekanan satu atmosfer, dan nilai-nilai yang relevan diambil dari tabel-tabel sifat termodinamika dan kemudian diringkaskan menjadi **Tabel 5**.

Jumlah yang harus dipasok oleh baterai sebesar perubahan energi bebas Gibbs:

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (4)$$

$$H = U + PV \quad (5)$$

Perubahan energi dalam ( $\Delta U$ ) digunakan untuk menguraikan air menjadi ion-ion hidronium, hidroksil, gas hidrogen dan oksigen, disertai penambahan volume gas yang dihasilkan. Perubahan entalpi merupakan energi yang diperlukan untuk mencapai elektrolisis. Proses ini memerlukan energi untuk disosiasi ditambah energi untuk memperluas gas yang dihasilkan. Pada suhu 298K dan satu atmosfer tekanan, sistem ini bekerja sebesar :  $W = P\Delta V = (101.3 \times 10^3 \text{ Pa})(1.5 \text{ mol})(22.4 \times 10^{-3} \text{ m}^3/\text{mol})(298\text{K}/273\text{K}) = 3715 \text{ J}$ . Perubahan energi dalam U adalah  $\Delta U = \Delta H - P\Delta V = 285.83 \text{ kJ} - 3.72 \text{ kJ} = 282.1 \text{ kJ}$ .

**Tabel 5.** Nilai energi termodinamika elektrolisis air

Kuantitas Energi (Simbol)	H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub>	½ mol O <sub>2</sub>	Perubahan energi (KJ)
Entalpi(H)	-285.83	0	0	-285,83
Entropi(S)	69.91	130.68	102.57	-48,7
Energi Gibbs(G)				<b>-237,1</b>

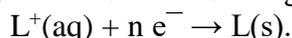
Besar energi bebas Gibbs menginformasikan jumlah energi listrik minimal yang harus diberikan untuk mendapatkan proses yang berkelanjutan. Nilai yang diperoleh sebesar 285,83 kJ - 48,7 kJ = 237,1 kJ. Jadi potensial reduksi standar (E<sub>o</sub>) satu mol air sebesar -237,1 / nF = -1.23 Volt. Jika jumlah air yang dielektrolisis sebanyak tujuh liter air (7000 gram) maka tegangan listrik yang diperlukan sebesar sekitar 7000/18 = 323 Volt.

#### ***Hukum Elektrolisis Faraday***

Hukum Faraday menyatakan bahwa jumlah mol unsur atau molekul yang dihasilkan pada suatu elektrolisis berbanding lurus dengan jumlah muatan (Q) atau arus listrik (I) yang mengalir dalam waktu tertentu (t). Secara matematis dapat dituliskan seperti berikut pada persamaan (6), dan persamaan (7).

$$Q = I.t \quad (6)$$

Dalam reaksi elektrolisis di katode terjadi reaksi reduksi dengan persamaan reaksi :



Untuk menghasilkan satu mol L diperlukan sejumlah n mol elektron.

$$n e^- = Q / F \quad (7)$$

Keterangan :

Q = jumlah listrik yang digunakan (Coulomb), I = kuat arus (ampere), t = waktu (sekon),

n = muatan ion L (biloks), n e<sup>-</sup> = mol electron.

Pada reaksi elektrolisis air terjadi pembentukan dan penguraian OH<sup>-</sup>, di sisi katode dua mol air dengan dua mol elektron, menghasilkan satu mol OH<sup>-</sup> tambah satu mol H<sub>2</sub>. 2 mol H<sup>+</sup> dengan bantuan dua mol elektron berubah menjadi gas hidrogen.

Di sisi anode satu mol OH<sup>-</sup> terurai menjadi menjadi 1 mol oksigen dan dua mol air dengan 4 mol electron. Reaksi pembentukan dan penguraian/perubahan H<sup>+</sup> dua mol air menjadi empat mol H<sup>+</sup>, satu mol oksigen dengan empat mol elektron. Hal ini dapat memberikan perbedaan antara nilai hasil perhitungan pH dengan hasil pengukuran. Hasil pengukuran di sisi katode dan anode dapat dilihat pada **Tabel 6** dan **Tabel 7**.

**Tabel 6** Analisis elektrolisis Faraday di sisi katode

I (Ampere)	t (sekon)	Q (coulomb)	mol elektron	mol OH <sup>-</sup>	[OH <sup>-</sup> ] akhir	pH
0.00000954	3600	0.034344	3.556E-07	1.77948E-07	2.59E-07	7.41
0.00000903	3600	0.032508	3.367E-07	1.68435E-07	2.93E-07	7.46
0.0000093	3600	0.03348	3.469E-07	1.73472E-07	3.28E-07	7.51
0.00000897	3600	0.032292	3.346E-07	1.67316E-07	3.61E-07	7.55
0.00000864	3600	0.031104	3.22E-07	1.61161E-07	3.93E-07	7.54
0.00749	3600	26.964	0.00027942	0.00013971	2.83E-05	9.45
0.00731	3600	26.316	0.000272705	0.000136352	5.56E-05	9.75

**Tabel 7** Analisis elektrolisis Faraday di sisi anode

I (Ampere)	t (sekon)	Q (coulomb)	mol elektron	mol H <sup>+</sup>	[H <sup>+</sup> ]	pH
0.00000954	3600	0.034344	3.55896E-07	3.55896E-07	1.779E-07	6.75
0.00000903	3600	0.032508	3.3687E-07	3.3687E-07	1.684E-07	6.77
0.0000093	3600	0.03348	3.46943E-07	3.46943E-07	1.734E-07	6.76
0.00000897	3600	0.032292	3.34632E-07	3.34632E-07	1.673E-07	6.78
0.00000864	3600	0.031104	3.22321E-07	3.22321E-07	1.611E-07	6.79
0.00749	3600	26.964	0.00027942	0.00027942	0.0001397	3.85
0.00731	3600	26.316	0.00027270	0.00027270	0.0001364	3.86

## KESIMPULAN

Energi dari MSS dapat disimpan dalam baterai untuk menjadi catu daya sistem instrumentasi sistem elecrolisis air. Pada penelitian ini kapasitas baterai yang digunakan sebesar 7.2 Ah, sedang kapasitas yang terpakai selama eletrolisis berlangsung hingga mencapai pH yang diharapkan kira-kira sebesar 0,042 Ah, atau sekita 0,6% nya. Tegangan output baterai semula hanya 12 volt dinaikkan dengan konverter daya elektronik. Tegangan output diukur dari konverter memiliki rata-rata 120 Volt, dengan asumsi arus rata-rata diambil yang maksimum sebesar 7 miliampere, sehingga konsumsi dayanya sebesar 0,84 watt digunakan selama 6 jam. Dengan demikian energi yang digunakan untuk sistem adalah 5,04 Wh atau 181,44 kJoule.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini didukung oleh Kementerian Riset dan Teknologi dan Pendidikan Tinggi Indonesia, Kami juga menyampaikan rasa terima kasih kami kepada Prof Ukun sebagai Ketua Program Pascasarjana Departemen Kimia, Fakultas Matematika dan Sains, Universitas Padjajaran, Doktor Bambang sebagai Dekan Fakultas Listrik Teknik, Universitas Telkom.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Maritje Hutapea Solusi Listrik *Off-Grid* Berbasis Energi Terbarukan Di Indonesia: Kerangka Regulasi Dan Program, Kementerian Energi Dan Sumber Daya Mineral Direktorat Jenderal Energi Baru Terbarukan Dan Konservasi Energi, Februari 2016, <https://iesr.or.id/wp-content/uploads/Energi-Terbarukan.pdf>, 18/9/2018
- [2] Kai, Z. Dongke, Z. Recent progress in alkaline water electrolysis for hydrogen production and applications, *Progress in Energy and Combustion Science*. Volume 36, Issue 3, June 2010. 307-326.
- [3] Isana, S. Behavior of Water Electrolysis Cells with Stainless Steel Electrodes (Perilaku Sel Elektrolisis Air dengan Elektrode Stainless Steel. Pros. Seminar Nasional) ISBN: 978-979-98117-7-6. Department of Chemistry Education FMIPA UNY, 2010.
- [4] Alfian, S., Nahwa, A., Hardian . Comparison of Serum Sodium Level Before and After Alkaline Water Giving in Groups with Physical Exercise (Perbandingan Kadar Natrium Serum Sebelum dan Setelah Pemberian Air Alkali pada Kelompok dengan Latihan Fisik), *Jurnal Kedokteran Diponegoro, Diponegoro Medical Journal, JKD*, Vol. 6, No. 2, April 2017. 215-225
- [5] Mazloomi, K., Sulaiman, N.B., Hossein, M. An Investigation into the Electrical Impedance of Water Electrolysis Cells With A View To Saving Energy, *International Journal Of Electrochemical Science, Int. J. Electrochem. Sci. No 7*, 2012. 3466 – 3481.
- [6] Zoulias, E., Elli, V., Nicolaos, L., Christodoulos N., Christodoulou, George, N. K.. A Review on Water Electrolysis. *The Cyprus Journal of Science and Technology* Vol. 4, No. 3, 2005. 69-74.
- [7] Henry, M, Chambron, J. Review Physico-Chemical, Biological and Therapeutic Characteristics of Electrolyzed Reduced Alkaline Water (ERAW) ISSN 2073-4441, 5, 2013. 2094-2115. [www.mdpi.com/journal/water](http://www.mdpi.com/journal/water)
- [8] Ashton, J. & Leo, G. The Effects of Temperature on pH Measurement Technical Service. Department, 2011. [http://www.reagecon.com/pdf/technicalpapers/Effects\\_of\\_Temperature\\_on\\_pH\\_v4-TSP-01-2.pdf](http://www.reagecon.com/pdf/technicalpapers/Effects_of_Temperature_on_pH_v4-TSP-01-2.pdf).
- [9] El-Sayed H.M., Safie, E. M , El Shenawy E.T, Ramadan, A, Farag, N.M. Performance Study of Photovoltaic-Water Electrolysis System for Hydrogen Production: A Case Study of Egypt, *Int. J. of Thermal & Environmental Engineering* Volume 15, No. 2, 2017. 129-133

## **PERAN AIF MITOKONDRIA DALAM REGULASI KEMATIAN SEL: STUDI KOMPUTASI INTERAKSI MENGGUNAKAN DOCKING**

**Muklisatun Listyawati<sup>a</sup>, Fida Madayanti Warganegara<sup>a</sup>, dan Muhamad Abdulkadir  
Martoprawiro<sup>a</sup>**

*<sup>a</sup>Institut Teknologi Bandung, Bandung  
e-mail: bunda.hifa@gmail.com*

### **ABSTRAK**

AIF memainkan peranan vital dalam mitokondria pada sel sehat, yaitu dengan meregulasi aktivitas rantai respirasi. Di samping itu AIF merupakan salah satu protein lethal yang awalnya diketahui sebagai efektor bebas kaspase. Pada sel-sel yang terinduksi untuk mati, AIF yang semula berada di dalam mitokondria akan bertranslokasi ke sitoplasma, lalu ke inti sel untuk berpartisipasi dalam kondensasi kromatin dan degradasi DNA. Baru-baru ini diusulkan adanya peran tambahan AIF, yaitu aktivitasnya dalam metabolisme senyawa kuinon, salah satunya menadion (2-methyl-1,4-naphthaquinone; vitamin K3), dengan bertindak sebagai NADH : kuinon reduktase, dengan memfasilitasi reaksi reduksi kuinon menjadi senyawa semikuinon atau hidrokuinon yang bersifat toksik. Reduksi menadion dikaitkan dengan kecepatan siklus redoks yang berkonsekuensi pada terjadinya stress oksidatif di dalam sel. Selain reduksi menadion ditemukan indikasi bahwa AIF terlibat dalam arilasi melalui domain FAD dengan antioksidan glutation (GSH) dengan membentuk senyawa tiodion yang juga bersifat toksik. Mekanisme detail mengenai kedua cara keterlibatan AIF ini masih belum terungkap. Oleh karena itu, memahami metabolisme seluler kuinon merupakan hal penting dalam bidang onkologi karena senyawa kuinon telah berhasil dieksplorasi berkaitan dengan potensi anti kankernya. Penelitian secara laboratorium dan studi komputasi secara docking telah dilakukan untuk mengevaluasi dan menganalisis interaksi gugus fungsi menadion dan residu-residu AIF. Penelitian ini bertujuan untuk mengklarifikasi peran AIF secara molekuler menggunakan komputasi menggunakan metode multiscale. Pertama-tama, metode ini digunakan untuk melihat interaksi AIF dengan ligan-ligan yang berperan dalam keaktifan AIF dengan menggunakan docking autodock vina. Data yang diperoleh dari penelitian ini dengan menggunakan docking autodock vina menunjukkan adanya kemiripan interaksi gugus fungsi menadion, GSH dan tiodion dengan residu-residu AIF sekitar 85%. Lligan tiodion memberi hasil lebih kuat dengan nilai afinitas -9.7 dan nilai afinitas terlemah -8.9.

**Kata Kunci :** mitokondria, AIF, Docking, Multiscale

### **PENDAHULUAN**

Mitokondria merupakan organel yang memiliki dua fungsi. Pada sel sehat, mitokondria berperan sebagai pabrik energi yang sangat diperlukan bagi kelangsungan hidup sel. Pada beberapa kondisi yang ditimbulkan oleh agen stress, mitokondria mengarahkan sel untuk berada pada fase kematian yang tidak dapat balik. Molekul sitotoksik dapat mempengaruhi kelangsungan hidup sel, tidak hanya memprovokasi terjadinya gangguan fungsi mitokondria, tetapi juga menyebabkan pelepasan protein-protein letal mitokondria ke sitoplasma. Salah satu protein tersebut adalah Apoptosis-Inducing Factor (AIF), yang awalnya diketahui sebagai efektor kematian yang bebas kaspase. Pada sel-sel yang terinduksi untuk mati, melalui permeabilitas membran luar mitokondria, AIF yang semula berada di dalam mitokondria akan bertranslokasi ke sitoplasma, lalu ke inti sel untuk berpartisipasi dalam

kondensasi kromatin dan degradasi DNA. Disamping regulasinya dalam kematian sel, AIF memainkan peran vital dalam mitokondria pada sel sehat, yaitu dengan meregulasi aktivitas rantai respirasi.

Baru-baru ini diusulkan peran tambahan AIF yaitu aktifitasnya dalam metabolisme senyawa kuinon, salah satunya adalah menadion (2-methyl-1,4-naphthoquinone; vitamin K3), dengan bertindak sebagai NADH : kuinon reduktase, dengan memfasilitasi reaksi reduksi kuinon menjadi senyawa semikuinon atau hidrokuinon yang bersifat toksik. Reduksi menadion dikaitkan dengan kecepatan siklus redoks yang berkonsekuensi pada terjadinya stress oksidatif di dalam sel. Selain reduksi, menadion biasa melakukan arilasi dengan antioksidan glutation (GSH) dengan membentuk senyawa tiodion yang juga bersifat toksik. Oleh karena itu, memahami metabolisme selular kuinon merupakan hal penting dalam bidang onkologi karena senyawa kuinon telah berhasil dieksplorasi berkaitan dengan potensi anti kanker. Selain itu, mempelajari peran kematian AIF mitokondria sangat penting, khususnya berkaitan dengan perkembangan resistensi kanker dan kontribusinya dalam penemuan target terapi baru.

Penelitian ini bertujuan mengklarifikasi peran AIF domain FAD dan NADH secara molekuler. Studi komputasi menggunakan metode Multiscale digunakan dalam penelitian ini. Beberapa penelitian laboratorium yang bersesuaian untuk mempelajari respon sel terhadap menadion telah dilakukan, diantaranya kultur sel mamalia, perlakuan sel dengan obat, transfeksi sel dengan siRNA (small interference Ribonucleic Acid). Studi komputasi yang sudah dilakukan adalah docking menggunakan program Autodock vina untuk mengevaluasi dan menganalisa interaksi gugus fungsi menadion terhadap residu-residu AIF dan peran AIF mitokondria dalam metabolisme menadion.

Pada penelitian ini di teliti peran AIF mitokondria pada domain FAD dan domain NADH dan interaksinya dengan ligan. Untuk mengetahui lebih rinci ikatan antara FAD dan NADH dengan ligan-ligan yang berperan, maka penelitian ini menggunakan pemodelan menggunakan Autodock Vina.

## **BAHAN DAN METODA**

### ***Alat***

Perangkat keras dan lunak. Pada penelitian ini semua perhitungan dilakukan menggunakan hukum-hukum kimia fisika dengan bantuan komputer. Peralatan yang digunakan meliputi perangkat lunak dan perangkat keras komputer.

Perangkat lunak yang digunakan dalam penelitian ini ada tujuh jenis, yaitu Gaussian 09, Autodock Vina, Gauss View 5.0, Chemcraft, Jmol, dan Avogadro. Perangkat lunak Gaussian 09 digunakan untuk optimasi geometri dan perhitungan energi struktur senyawa protein AIF dan menadion, GSH dan tiodion. Autodock Vina digunakan untuk perhitungan docking dan Gauss View 5.0 digunakan untuk membuat file input Multiscale. Sementara, perangkat Chemcraft, Yasar, Jmol dan Avogadro digunakan untuk visualisasi struktur molekul protein AIF, AIF(FAD), AIF(NADH), AIF(FAD)/(NADH) ligan hasil optimasi geometri dan visualisasi hasil docking dan Multiscale.

Perangkat keras yang digunakan dalam penelitian ini yaitu komputer, HPC, HD dengan 20 nodes dan masing-masing nodes terdiri atas 24 cores intel prosesor 16GB dengan sistem operasi Rocks Cluster.

### ***Prosedur Penelitian***

Perhitungan komputasi seluruhnya dilakukan dengan menggunakan server ITB. Tahap-tahap perhitungan komputasi meliputi tahap persiapan yaitu pembuatan file input kemudian dilanjutkan

dengan melakukan optimasi geometri awal dari file input yang telah dibuat. Tahap berikutnya yaitu optimasi keseluruhan struktur sampai diperoleh energi yang paling minimum, sehingga didapat struktur yang paling stabil. Tahap selanjutnya setelah diperoleh struktur senyawa AIF yang stabil, lalu dilanjutkan pada tahap docking dengan ligan menadion, GSH dan tiodion informasi dari tahap docking ini dipakai sebagai file input untuk perhitungan Multiscale.

## DISKUSI

Dalam penelitian ini, optimasi geometri untuk molekul sederhana seperti menadion, GSH dan tiodion, untuk keperluan docking. Setelah diperoleh struktur stabil senyawa kompleks FAD-menadion, GSH, dan ligan lainnya (menadion, tiodion, dll.), dilanjutkan perhitungan docking. Program yang digunakan untuk perhitungan ini adalah Autodock Vina dan Autodock 4.0, dan semua file input disiapkan dalam bentuk .pdb dan .pdbqt. Pada tahap ini file input protein yang digunakan adalah AIF dengan kode 3DG4 yang diperoleh dari Protein Data Bank.

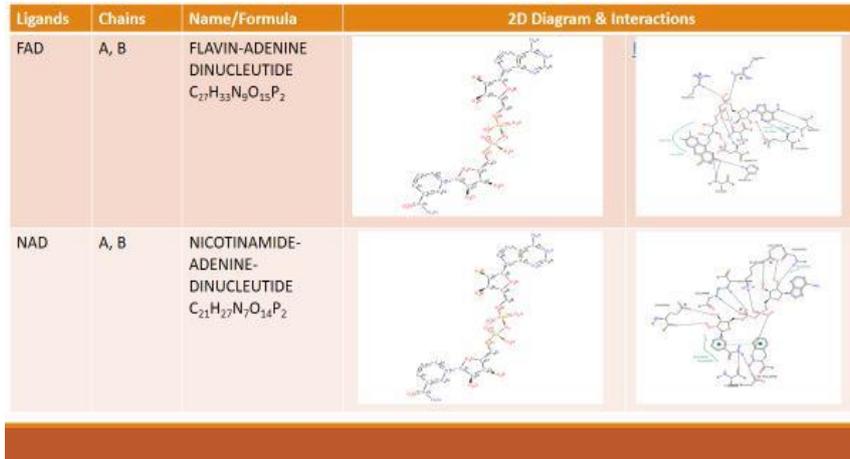
Sebelum dilakukan perhitungan docking dengan ligan menadion, GSH dan tiodion terlebih dahulu dilakukan redocking. Tujuannya adalah untuk memastikan posisi ligan sesuai dengan sisi aktif protein. Redocking dilakukan dengan mendocking ligan bawaan (ligan natif) dari PTP, kemudian memasukkan kembali ke PTP. Docking terhadap ligan natif, dilakukan untuk mencari konformasi 3D ligan natif.

Konformasi hasil docking yang diperoleh disejajarkan dengan ligan natif hasil pengukuran kristalografi yang dinyatakan dengan nilai root Mean Square Deviation (RMSD).

Docking ligan uji dilakukan untuk menghasilkan nilai binding energi dalam satuan  $\text{kcal.mol}^{-1}$ . Nilai binding energi yang digunakan adalah yang berharga negatif, semakin negatif nilai binding energi maka interaksi untuk terbentuknya ikatan dapat terjadi. Data energi ligan protein ditampilkan dengan menggunakan PMV untuk melihat residu yang terlibat. Hasil perhitungan docking adalah data-data asam amino yang berinteraksi dan nilai energi interaksi.

Dari hasil penelitian awal telah didapatkan struktur geometri ligan-ligan berperan dalam AIF yaitu FAD, NAD, Menadion, GSH dan Tiodion yang sudah di optimasi dengan Avogadro. diperoleh hasil konformasi docking AIF dengan beberapa ligan yang berperan.

Ligan yang berinteraksi pada 3gd4 PDB



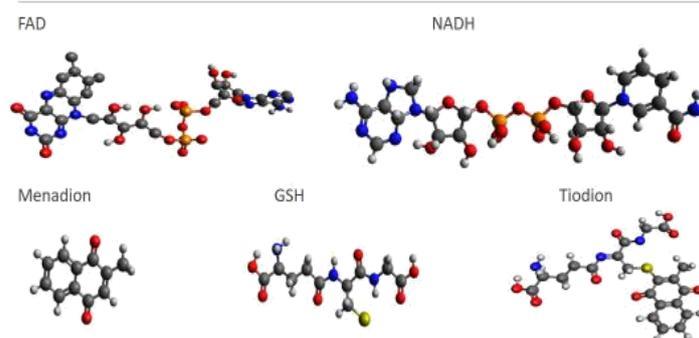
Gambar 1. Stuktur ligan yang berperan pada AIF

Tabel 1. Ligan yang berinteraksi pada AIF(3gd4) PDB  
Hasil docking 3gd4 dengan menadion, GSH dan Tiodion

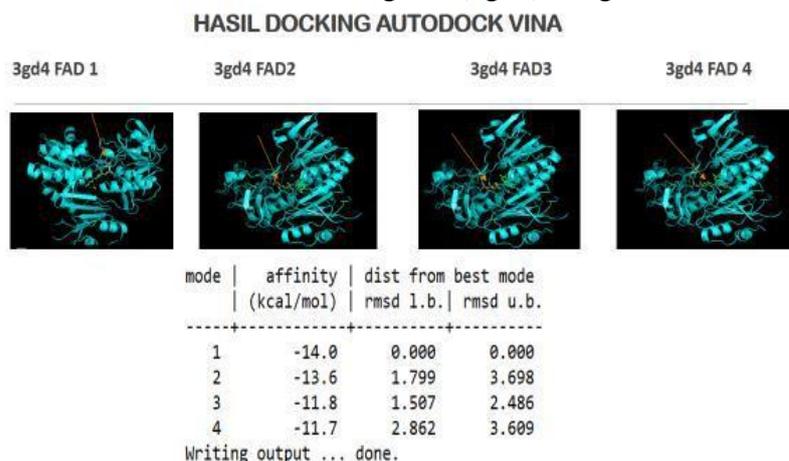
MENADION				GSH				TIODION			
mode	affinity (kcal/mol)	dist from best mode rmsd l.b.   rmsd u.b.		mode	affinity (kcal/mol)	dist from best mode rmsd l.b.   rmsd u.b.		mode	affinity (kcal/mol)	dist from best mode rmsd l.b.   rmsd u.b.	
1	-7.8	0.000	0.000	1	-9.5	0.000	0.000	1	-9.7	0.000	0.000
2	-7.8	0.481	2.913	2	-9.4	2.281	2.833	2	-9.2	1.499	5.406
3	-7.4	2.758	5.131	3	-8.2	5.111	8.983	3	-9.1	1.974	3.555
4	-7.2	1.507	3.722	4	-8.1	7.307	10.301	4	-9.1	1.944	6.058
5	-7.2	0.947	3.856	5	-8.1	8.556	10.819	5	-9.1	1.778	2.889
6	-7.0	0.967	4.723	6	-7.7	6.306	8.734	6	-9.1	2.803	5.591
7	-6.9	17.046	19.110	7	-7.7	6.575	9.058	7	-9.0	3.074	5.707
8	-6.9	1.254	4.458	8	-7.6	6.375	7.681	8	-8.9	2.884	4.466
9	-6.9	3.063	4.361	9	-7.6	6.814	8.268	9	-8.9	3.443	7.241

Writing output ... done.      Writing output ... done.      Writing output ... done.

Struktur stabil Ligan-ligan yang berperan



**Gambar.2** Hasil docking AIF(3gd4) dengan FAD



**Gambar 3.** Hasil docking AIF(3gd4) dengan menadion, GSH dan Tiodion

### KESIMPULAN

1. Validasi hasil docking AIF(3gd4) pada struktur Kristal PDB menunjukkan kemiripan 85%
2. Hasil docking AIF(3gd) dengan beberapa ligan yang berperang menunjukkan bahwa ligan tiodion memberi hasil yang lebih terkuta dengan nilai afinitas -9.7 dan nilai terlemah -8.9.
3. Validasi hasil docking dengan peneliti sebelumnya memiliki kesamaan.

### UCAPAN TERIMA KASIH

1. Segala puji milik Allah yang telah memberi petunjuk dan kemudahan menyelesaikan tahap penelitian ini.
2. Terima kasih kepada promotor Prof. Fida Madayanti Warganegara, Dr. Muhamad Abdulkadir Martoprawiro, dan Dr.Reza Aditama yang telah membimbing sehingga tahap penelitian ini bisa selesai.

### DAFTAR PUSTAKA

- Abad, Enrique., Zenn, K. R., Kastner, J.(2013): Reakction Mechanism of Monoamine Oxidase from QM/MM calculations, *Journal Physical Chemistry, Computational Biochemistry Group, Institut of Theoretical Chemistry, University of Stuttgart, Pfaffenwaldring 55, 70569 Stuttgart, Germany* ; dx.doi.org/10.1021/jp4061522/j.phys.Chem.b. 117.14238-14246.
- Atkins, P. W. (1997): Kimia Fisika Cetakan keempat, Penerbit Erlangga, Jakarta.
- Cramer, C. J. (2004): Essentials of Computational Chemistry (2<sup>nd</sup> ed.), West Sussex: John Wiley & Sons, Ltd.
- Fukunishi, Y., dan Nakamura, H. (2008): Prediction of Protein – Ligand complex structure by doooccking software guided by other complex structure , 26, 1030-1033.http://doi.org/10.1016/j.jmgm.2007.07.001
- Hangen, E., Blomggren, K., Benit, P., Kroemer, G. and Modjtahedi, N. (2010): Life with or without AIF, *Trends in Biochemical Sciences*, 35, 5: 278-287.

- Jorgensen, W.L., (2004): The many Roles of Computational in Drug Discovery, *Journal Science*, 303, 1813.
- Kroemer, G., Galluzzi, L., Chatterinne, B., (2007): Mitochondrial membrane permeabilization in cell death, *Physiological Reviews*, 87, 1: 99-163.
- Lorenzo, H. K., Susin, S, A.,  
Penninger, J., Kroemer, G. (1999): Apoptosis Inducing Factor (AIF): a phylogenetically old, caspase-independent effector of cell death, *Cell Death and Differentiation*, 6 516-524.
- Mate, M. J., Ortiz-Lombardia, M., Boitel, B., Haouz, A., Tello, D., Susin, S,A., Penninger. J., Kroemer, G., Alzari, P.M. (2002): The crystal sructure of the mouse apoptosis-inducing factor AIF, *Nature Structural Biology*, 9, 6 : 442-6
- Miramar, M.D., Costantini, P., Ravagnan, L., Saraiva, L. M., Haouzi, D., Brothers, G., Penninger, J. M., Peleato, M. L., Kroemer, G., Susin. S. A. (2001): NADH Oxidase activity of Mitochondrial Apoptosis-inducing Factor, *The Journal of Biologiical Chemistry*, 276, 19: 16291-8.
- Miseviciene, L., Anusevicius, Z., Sarlauskas. J., Sevrioukova, I. F., Cenas, N. (2011): Redox reactions of the FAD-containing apoptosis-inducing factor (AIF) with quinoidal xenobiotics: a mechanistic study. *Archives of Biochemistry and Biophysics*. 512, 2: 183-189.
- Morris, G.M. (2012): Autodock Version 4.2., Automed ocking of Flexible Ligands to Flexible Receptors, User Guide, <http://autodock.scripps.edu/>.
- Sevrioukova, I. F.(2009): Redox-linked conformational dynamics in apoptosis inducing factor, *Journal of Molecular Biology* 390: 924=938/
- Susin, S. A., Lorenzo, H. K., Zamzami, N., Marzo, I., Snow, B. E., Brother, G. M., Mangion, J., Jacotot, E., Costantini, P., Loeffler, M., Larochette, H., Goodlett, D. R., Aebersold, R., Siderovski, D. P., Penninger, J. M., Kroemer, G. (1999): Molecular characterization of mitochondrial apoptosis-inducing factor, *Nature*, 397, 6718: 441-446.
- Vahsen, N., Cande, C, Briere, J. J., Benit, P., Joza, N., Larochette, N., Mastroberardino, P. G., Pequignot, M. O., Casares, N., Laza, V., Feraud, O., Debili, N, Wissing, S, Engelhardt, S., Madeo, F., Piacetini, M.,(2004): AIF deficiency compromises oxidative phosphorylation, *Europen Molecular Biology Organization Journal*, 23, 23: 4679-4689.
- Wiraswati, H. L., Hangen, E., Sanz, A. B., Lam, N. V., Reinhardt, C., Sauvart, A., Mogha, A., Ortiz, A., Kroemer, G., Modjtahedi, N. (2016): Apoptosis inducing factor (AIF) mediates lethal redox stress induced by menadione. *Oncotarget*, 7, 76496-76507.
- Ye, H., Cande, C., Stepchanou, N. C., Jiang, S., Gurbuxani, S., Larochette, N., Daugas, E., Garrido, C., Kroemer, G., Wu, H. (2002): DNA binding is required for the apoptogenic action of apotosis inducing factor, *Nature Structural Biology*, 9, 9: 680-684.
- Jakub, S., (2017): Development and Application of Methods Mechanism Studies, *Biomolecular Reseach*, 29-31.
- Zhang, M., zhou, M., Etten, R.L.V., dan Stauffacher, C. V. (1997): Crystal Structure og Bovine low molecular Weght Phosphotyrosyl Phosphatase compleed with the Transition State Analog Vandate, *Biochemistry*, 2(36).

## STUDI KOMPUTASI EKSTRAK DAUN TEH HITAM (*CAMELILIA SINENSIS*) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI DENGAN METODE HARTREE FOCK

Fajar Gunawan<sup>a</sup>, Soni Setiadji<sup>a</sup>

a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat 40614, Indonesia

e-mail: fajargunawann10@gmail.com

### ABSTRAK

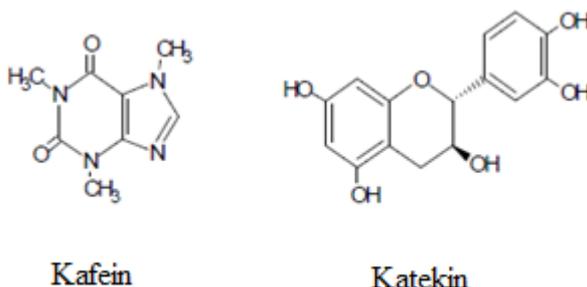
Senyawa flavonoid kafein dan katekin yang merupakan ekstrak dari daun teh hitam (*Camellia sinensis*) memiliki kemampuan sebagai inhibisi korosi yang baik terhadap logam dan logam campuran. Dalam makalah ini, dilakukan studi komputasi dua struktur senyawa ekstrak daun teh hitam (kafein dan katekin) berdasarkan Metode Hartree Fock dengan basis set 6-31+G(d,p) dalam fasa gas. Di antara kedua senyawa ini memiliki struktur heterosiklik yang mengandung atom-atom N dan O tidak terdelokalisasi yang merupakan daerah yang paling mungkin untuk melapisi permukaan logam dengan menyumbangkan elektron bebasnya agar tidak terkorosi, yang mana terjadi proses adsorpsi elektron bebas oleh permukaan logam. Berdasarkan hasil perhitungan secara komputasi, efisiensi inhibisi pada senyawa katekin lebih besar dibandingkan dengan senyawa kafein yakni 92,09% sedangkan kafein sebesar 92,07%. Senyawa katekin memiliki nilai tinggi pada energi HOMO dan fraksi transfer elektron, dan bernilai rendah pada energi gap, energi LUMO dan *hardness*. Hal ini disebabkan karena ukuran senyawa katekin lebih besar daripada senyawa kafein sehingga elektron yang teradsorpsi terhadap permukaan lebih banyak dan keelektronegatifan oksigen pada katekin lebih besar daripada nitrogen dalam kafein.

**Kata kunci:** Hartree Fock, Kafein, Katekin, Sifat elektronik, Inhibisi Korosi

### PENDAHULUAN

Korosi adalah kerusakan akibat reaksi kimia antara logam atau paduan logam dengan lingkungannya<sup>[1]</sup>. Salah satu metode untuk meminimalkan korosi adalah dengan menggunakan inhibitor korosi. Inhibitor korosi adalah suatu zat kimia yang bila ditambahkan ke dalam lingkungan yang korosif, secara efektif dapat menurunkan laju korosi<sup>[2]</sup>. Inhibitor korosi digunakan secara luas dalam berbagai penerapan dan banyak operasi pabrik bergantung pada keberhasilan penerapannya. Mayoritas inhibitor terkenal adalah senyawa organik yang mengandung heteroatom, seperti oksigen, nitrogen, atau belerang dan beberapa obligasi, yang memungkinkan adsorpsi pada permukaan logam<sup>[3,4]</sup>.

Kafein dan katekin adalah jenis alkaloid yang banyak terdapat di daun teh (*Camellia sinensis*), biji kopi (*Coffea arabica*) dan biji coklat (*Theobroma cacao*). Senyawa ini memiliki efek farmakologis yang bermanfaat secara klinis seperti menstimulasi susunan saraf, relaksasi otot polos terutama otot polos bronkus dan stimulus otot jantung. Efek samping dari penggunaannya secara berlebihan (overdosis) dapat menyebabkan gugup, gelisah, insomnia, muak dan kejang<sup>[5]</sup>. Struktur senyawa kafein dan katekin seperti dalam **Gambar 1**.



**Gambar 1.** Struktur kimia dari senyawa yang di analisis

Ada dua kelompok besar teori struktur elektron, yaitu ab initio dan semiempiris. Metode ab initio merupakan metode yang paling baik dalam analisis sifat senyawa berdasarkan teori struktur elektron. Pada ab initio semua persamaan diselesaikan secara eksak dengan memperhitungkan semua elektron yang ada [6]. Metode ab initio yang dipilih sebagai alternatif menentukan efisiensi inhibitor dalam penelitian ini adalah teori Hartree-Fock (HF) adalah metode pendekatan untuk penentuan fungsi gelombang dan energi kuantum dalam keadaan stasioner. Metode ini dipilih karena merupakan cara perhitungan paling dasar dalam kimia komputasi dan memodelkan sistem molekul dengan akurat dan memberikan data dalam tingkat mikroskopik yang berkorelasi signifikan dengan hasil eksperimen laboratorium.

Kimia teori baru-baru ini telah digunakan untuk menjelaskan mekanisme inhibisi korosi, seperti perhitungan kimia komputasi [7-10]. Perhitungan kimia komputasi telah terbukti menjadi alat yang sangat ampuh untuk mempelajari mekanisme [11-13]. Melihat begitu besarnya peran aktivitas inhibitor korosi dalam mengatasi korosi, maka perlu dilakukannya riset tentang analisa kafein dan katekin sebagai senyawa inhibitor korosi melalui studi kimia komputasi dengan menggunakan metode ab Initio yang bertujuan untuk memperoleh nilai inhibitor efisiensi terbaik dengan keakuratan perhitungan metode yang digunakan.

## METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam menghitung efisiensi inhibisi korosi menggunakan metode Hartree Fock, yang merupakan suatu metode perhitungan ab-initio paling dasar [1]. Pada percobaan digunakan basis set 6-31+G(d,p) dalam fasa gas menggunakan software Firefly 8.2.0 dan penentuan koordinat atom dalam setiap molekul menggunakan Avogadro 1.0 yang sebelumnya telah dilakukan optimasi struktur molekul dengan Chemcraft 1.8 [4]. Yang kemudian dilakukan perhitungan secara teoritis seperti potensial ionisasi (I) dan afinitas elektron (A) menggunakan teorema yang dikembangkan Koopmans [14]. Teorema Koopmans menjelaskan hubungan antara potensial ionisasi (I), afinitas elektron (A) dan energi orbital ( $E_{\text{HOMO}}$  dan  $E_{\text{LUMO}}$ ) seperti dalam persamaan (1) dan (2) sebagai berikut:

$$I = -E_{\text{HOMO}} \quad (1)$$

$$A = -E_{\text{LUMO}} \quad (2)$$

selanjutnya menggunakan teorema Koopmans diperoleh persamaan untuk menghitung keelektronegatifan seperti persamaan (3) berikut:

$$\chi = \frac{E_{HOMO} + E_{LUMO}}{2} \quad (3)$$

adapun nilai efisiensi inhibisi (%IE) dapat dihitung dengan menggunakan persamaan (4), (5) (dan 6) seperti berikut:

$$I_{add.}\% = \frac{(I_{IM} - I_{X-IM})}{I_{IM}} \times 100\% \quad (4)$$

$$IE_{add.}\% = I_{add.}\% - IE_{IM.}\% \quad (5)$$

$$IE_{teori.}\% = IE_{IM.}\% + IE_{add.}\% \quad (6)$$

yang mana  $I_{IM}$  adalah potensial ionisasi teh hitam hasil eksperimen terhadap larutan  $H_3PO_4$  yang merupakan rata-rata dari potensial Ionisasi penyusunnya yaitu kafein dan katekin yakni sebesar 8,6331 eV yang didapatkan dari percobaan eksperimental <sup>[19]</sup>;  $I_{X-IM}$  adalah potensial ionisasi hasil perhitungan senyawa kafein dan katekin;  $I_{add.}\%$  adalah persentase potensial ionisasi dari senyawa kafein dan katekin;  $IE_{add.}\%$  adalah persentase efisiensi inhibisi korosi senyawa kafein dan katekin,  $IE_{IM.}\%$  adalah persentase efisiensi inhibisi korosi hasil eksperimen; dan  $IE_{teori.}\%$  adalah persentase efisiensi inhibisi korosi teoritis <sup>[15]</sup>.

## DISKUSI

Hasil perbandingan sifat elektronik antara senyawa kafein dan katekin telah berhasil dihitung secara komputasi. yang mana inhibisi korosi meningkat dengan seiring meningkatnya energi pada tingkat HOMO dan mengalami penurunan efisiensi inhibisi seiring meningkatnya energi pada tingkat LUMO, serta celah energi ( $E_{HOMO} - E_{LUMO}$ ) pada senyawa kafein memiliki celah energi yang besar dari pada senyawa katekin yang akan mempengaruhi nilai efisiensi inhibisi. Kerapatan dari dua senyawa kafein dan katekin pada tingkat energi HOMO dan LUMO terdapat pada gambar 3. Dilihat dari kerapatannya pada tingkat energi HOMO memiliki kerapatan yang lebih besar dibandingkan pada energi LUMO. Adapun nilai potensial ionisasi dan keelektronegatifan yang dihasilkan lebih besar senyawa kafein dari pada katekin. Sifat elektronik lainnya yang merupakan hasil perhitungan secara komputasi pada senyawa kafein dan katekin terdapat dalam **Tabel 1**.

**Tabel 1.** Parameter elektronik dari kafein dan katekin

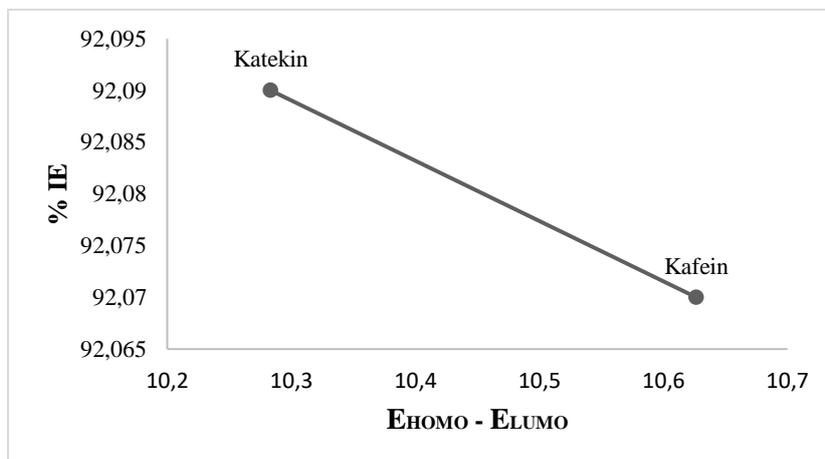
Senyawa	$E_{HOMO}$ (eV)	$E_{LUMO}$ (eV)	$E_{gaf}$ (eV)	$\mu$ (D)	$A$ (eV)	$I$ (eV)	$X$ (eV)	$\eta$ (eV)	$S$ (eV)	$\Delta N$ (eV)
<b>Kafein</b>	-8,7809	+1,8447	+10,6266	5,8517	-1,8447	+8,7809	3,4681	5,3127	-5,317	0,3323
<b>katekin</b>	-8,4854	+1,7981	+10,2835	4,2904	-1,7981	+8,4854	3,3436	5,1476	-5,1476	0,3555

Pada percobaan ini yang terjadi ialah adsorpsi kimisorpsi, yang mana partikel melekat pada permukaan logam dengan membentuk ikatan kovalen dan cenderung mencari tempat yang memaksimumkan bilangan koordinasinya dengan substrat <sup>[16]</sup>. Kondisi orbital suatu molekul dapat menunjukkan intensitas perpindahan elektron antar molekul yang disebabkan oleh interaksi

antara orbital HOMO (*highest occupied molecular orbital*) dan orbital LUMO (*lowest unoccupied molecular orbital*) [9].

### 1. Hubungan antara efisiensi inhibisi dengan energi MO.

Energi pada tingkat orbital HOMO merupakan orbital tertinggi yang terisi elektron [1]. Semakin besar energi pada orbital HOMO maka semakin rendah energi yang dibutuhkan suatu elektron untuk tereksitasi ke orbital yang tidak terisi elektron yaitu orbital pada tingkat LUMO. sehingga efisiensi inhibisi cenderung meningkat seiring meningkatnya energi HOMO. Selain itu eksitasi elektron dipengaruhi oleh celah energi antara HOMO dengan LUMO yang disebut  $E_{gaf}$ .



**Gambar 1.** Hubungan efisiensi inhibisi terhadap celah energi ( $E_{gaf}$ ).

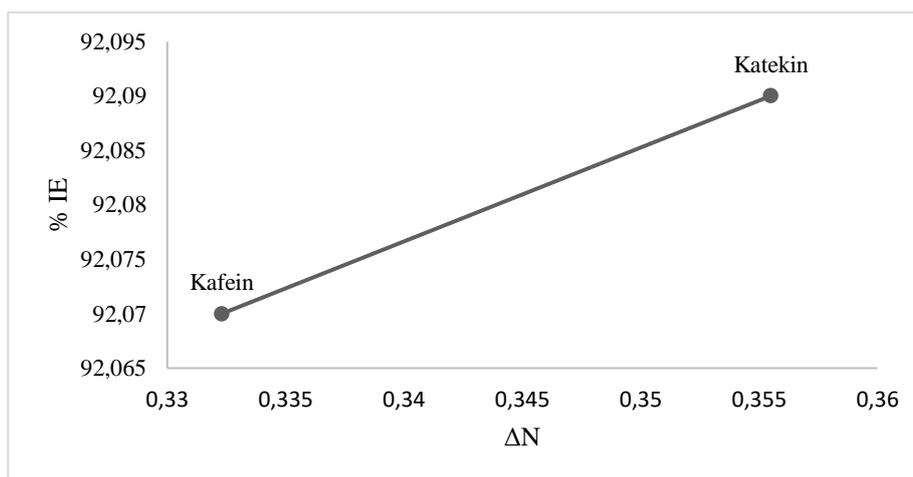
Seperti yang di tunjukan gambar 1 bahwa semakin kecil celah energi maka efisiensi inhibisi besar. Pada senyawa katekin memiliki celah energi yang lebih kecil dibandingkan kafein sehingga efisiensi inhibisi katekin lebih besar. Hal ini disebabkan apabila celah energi antara LUMO dan HOMO yang kecil otomatis elektron yang tereksitasi akan lebih mudah dikarenakan energi yang dibutuhkan untuk mengeksitasi satu elektron dari LUMO ke HOMO bernilai rendah sehingga bersifat stabil.

Tujuan dari terjadinya eksitasi elektron dari HOMO ke LUMO ialah untuk mengaktifasi agar senyawa dapat bereaksi ke permukaan logam dengan mentransferkan elektron. Seperti struktur kafein dan katekin pada gambar 1, Elektron yang ditransferkan pada kafein berasal dari Nitrogen sedangkan pada katekin berasal dari oksigen. Dikarenakan nitrogen dan oksigen dapat mendonorkan elektronnya sehingga bereaksi ke permukaan logam. tidak semua donor elektron seperti N dan O dapat mentransferkan elektronnya ke permukaan, seperti N pada keadaan delokalisasi sedikit sulit mentransferkan elektronnya atau pada O yang memiliki halangan sterik banyak.

### 2. Hubungan antara efisiensi Inhibisi terhadap parameter elektronik.

Sebagaimana tabel 1 menunjukkan bahwa efisiensi inhibisi dipengaruhi pula oleh parameter elektronik lainnya seperti keelektronegatifan, potensial ionisasi, *hardness*, *softness*, afinitas elektron dan fraksi transfer elektron. Nilai keelektronegatifan yang kecil menyebabkan molekul mudah mencapai kesetimbangan elektron sehingga molekul menjadi lebih tidak reaktif [17]. Nilai elektronegativitas katekin sebesar 3,3436 eV sedangkan kafein sebesar 3,4681 eV. Berdasarkan data dapat diprediksi bahwa senyawa katekin memiliki efisiensi inhibisi yang besar dibandingkan kafein karena katekin lebih mudah mencapai kesetimbangan elektron. Potensial ionisasi (I) dapat digunakan untuk mengukur reaktivitas atom atau molekul. Nilai potensial ionisasi tinggi menunjukkan molekul memiliki reaktivitas yang tinggi sedangkan nilai potensial ionisasi rendah

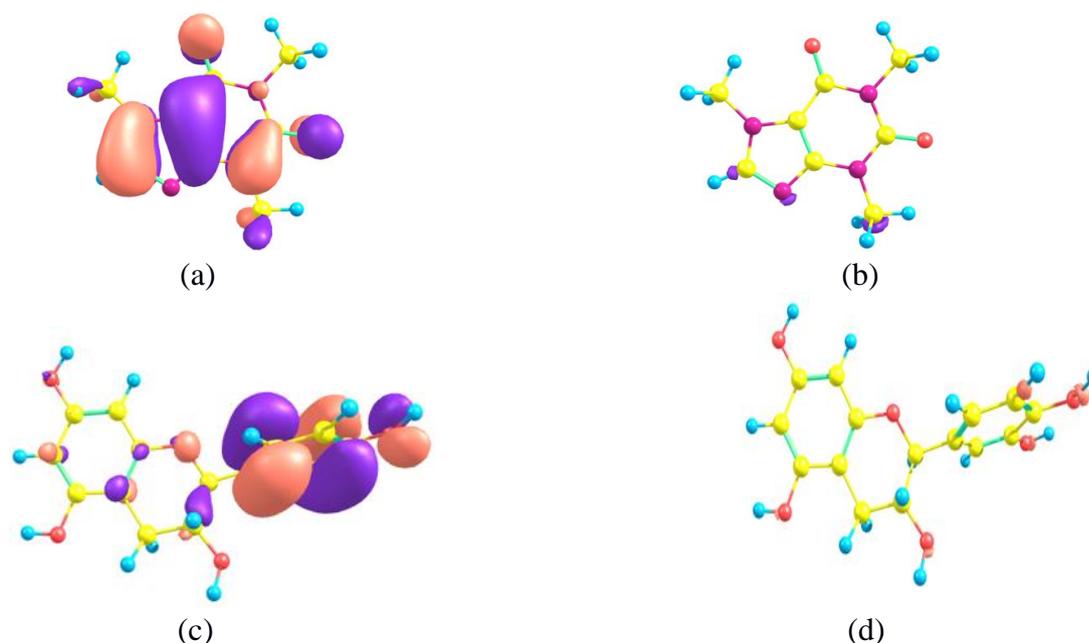
menunjukkan molekul memiliki reaktivitas yang rendah<sup>[17]</sup>. Tabel 1 juga menunjukkan nilai pola kenaikan potensial ionisasi yang mengikuti pola kenaikan  $E_{\text{HOMO}}$ . Nilai potensial ionisasi senyawa katekin adalah 8,4854 eV dan lebih rendah dibandingkan nilai potensial ionisasi untuk senyawa kafein yaitu 8,7809 eV. Berdasarkan data ini kembali dapat diprediksi bahwa senyawa katekin memiliki IE % lebih tinggi dibandingkan senyawa kafein. Fraksi transfer elektron merupakan kuantitas elektron yang ditransferkan oleh senyawa organik ke permukaan logam. Seperti tabel 1 kafein memiliki transfer elektron yang lebih rendah dibanding katekin sehingga efisiensi inhibisinya lebih rendah pula. Seperti pada gambar 2 efisiensi inhibisi meningkat seiring fraksi transfer elektron bertambah, karena semakin banyak elektron yang ditransferkan ke permukaan maka elektron semakin banyak melapisi permukaan logam, sehingga proses korosi dapat terhambat. Selain itu kafein memiliki momen dipol yang lebih besar yaitu 5,5815 D sedangkan katekin 4,2904 D.



**Gambar 2.** Hubungan % IE terhadap  $\Delta N$

### 3. Hubungan kerapatan orbital MO dengan efisiensi inhibisi

Seperti gambar 3 yaitu kerapatan orbital MO, yang mana orbital HOMO memiliki kerapatan yang lebih besar dari pada LUMO. Hal ini disebabkan pada orbital HOMO yang terisi oleh elektron. Walaupun LUMO (*lowest unoccupied molecular orbital*) yang tidak terisi elektron memiliki kerapatan orbital pula, kerapatan yang terbentuk berasal dari elektron yang mengalami eksitasi dari HOMO ke LUMO. Sehingga proses eksitasi elektron ini dapat dikatakan mempengaruhi kerapatan orbital. Selain itu kerapatan dipengaruhi oleh banyaknya pusat-pusat aktif bermuatan negatif<sup>[18]</sup>. Struktur senyawa dipengaruhi pula oleh *hardness* atau *softness*. *Hardness* yang merupakan kekakuan (*rigid*) suatu senyawa dan *softnes* merupakan keluwesan suatu senyawa.



**Gambar 3.** Kerapatan orbital MO Kafein (a) HOMO (b) LUMO dan katekin (c) HOMO (d) LUMO

**Tabel 2.** Efisiensi inhibisi korosi (%IE) pada daun teh hitam (*Camelilia sinensis*) dan penyusunnya kafein serta katekin yang dihitung dengan metode ab initio pada tingkatan Hartree Fock.

Senyawa	% <i>I</i> <sub>add</sub>	% <i>IE</i> <sub>add</sub>	% <i>IE</i> <sub>Teori</sub>	% <i>IE</i> <sub>IM</sub>
Teh daun Hitam ( <i>Camelilia sinensis</i> )	0,00	0,00	0,00	93,79
Kafein	-1,712	-2,649	92,07	0,00
Katekin	-1,700	-2,6379	92,09	0,00

Berdasarkan hasil perhitungan secara komputasi pada senyawa kafein dan katekin didapatkan nilai efisiensi inhibisi teori sebesar 92,07% pada kafein dan 92,09% pada katekin. Hasil perhitungan secara komputasi ini mendekati hasil efisiensi inhibisi teh hitam secara eksperimen dalam medium asam fosfat yang dilakukan oleh Dakeshwar dkk<sup>[19]</sup>.

## KESIMPULAN

Hubungan efisiensi inhibisi pada besi dengan larutan H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> terhadap E<sub>HOMO</sub>, E<sub>LUMO</sub> dan ΔN dihitung dengan metode Hartree Fock. efisiensi inhibisi meningkat dengan meningkatnya energi pada tingkat HOMO dan sebaliknya pada tingkat LUMO dan efisiensi inhibisi dipengaruhi oleh celah energi (E<sub>HOMO</sub> – E<sub>LUMO</sub>) yang mana pada senyawa kafein memiliki celah energi yang besar dari pada senyawa katekin. Kerapatan dari dua senyawa kafein dan katekin pada tingkat energi HOMO memiliki kerapatan yang lebih besar dibandingkan pada energi LUMO. Potensial ionisasi dan keelektronegatifan yang dihasilkan lebih besar senyawa kafein dari pada katekin. Daerah yang mengandung atom N dan O serta dalam keadaan tidak terjadinya delokalisasi yang memungkinkan elektron ditransferkan ke permukaan logam membentuk ikatan kovalen dengan terjadinya absorpsi kimisorpsi. Berdasarkan perhitungan keseluruhan efisiensi inhibisi secara komputasi katekin lebih

besar dari pada kafein karena katekin memiliki fraksi transfer elektron lebih besar dari pada kafein. Nilai efisiensi inhibisi senyawa katekin sebesar 92,09% dan kafein 92,07%. Pendekatan kimia kuantum dan komputasi ini dapat membantu penelitian eksperimental dalam hal desain dan sintesis senyawa inhibitor korosi yang lebih efisien.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kami sampaikan kepada Bapak Soni Setiadji M.T, M.Si selaku dosen Jurusan Kimia UIN Sunan Gunung Djati Bandung atas dukungan dan bimbingan selama penelitian dan Terima kasih pula kepada pihak-pihak terkait yang membantu penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Jones, D.A., (1996), *Principles and Prevention of Corrosion*, New York: Macmillan Publishing Company, hal 5.
- [2] Roberge, P.R., (2000), *Handbook of Corrosion Engineering*, New York: McGraw Hill, hal 833, 837.
- [3] N. Dheer, R. Kanojia, C. Chandra, H. Kim, and G. Singh. (2007), *4-(2-Pyridylazo)-Resorcinol As Effective Corrosion Inhibitor For Mild Steel In 0.5M Sulphuric Acid*. *Surface Engineering*, vol. 23, no. 3, hal. 187–193.
- [4] A. Y. Musa, R. T. T. Jalgham, and A. B. Mohamad, (2012), *Molecular Dynamic And Quantum Chemical Calculations For Phthalazine Derivatives As Corrosion Inhibitors Of Mild Steel In 1M HCl*, *Corrosion Science*, vol. 56, hal. 176–183.
- [5] FKUI, Farmakologi Fakultas Kedokteran UI. (2002). *Farmakologi dan Terapi Edisi ke empat*. Jakarta: Gaya Baru.
- [6] Pranowo, Harno D. 2001. *Pemodelan Molekul*. Yogyakarta: Pusat Kimia Komputasi Indonesia-Austria Jurusan Kimia FMIPA-UGM.
- [7] G. Gece and S. Bilgic, (2009), *Quantum Chemical Study Of Some Cyclic Nitrogen Compounds As Corrosion Inhibitors Of Steel In NaCl Media*, *Corrosion Science*, vol. 51, no. 8, hal. 1876–1878.
- [8] N. O. Obi-Egbedi, I. B. Obot, and M. I. El-Khaiary, (2011), *Quantum Chemical Investigation And Statistical Analysis Of The Relationship Between Corrosion Inhibition Efficiency And Molecular Structure Of Xanthene And Its Derivatives On Mild Steel In Sulphuric Acid*, *Journal of Molecular Structure*, vol. 1002, no. 1–3, hal. 86–96.
- [9] A. Y. Musa, A. A. H. Kadhun, A. B. Mohamad, and M. S. Takriff, (2011), *Molecular Dynamics And Quantum Chemical Calculation Studies On 4,4-Dimethyl-3-Thiosemicarbazide As Corrosion Inhibitor*, *Hindawi*, 1-2, hal. 660–665.
- [10] D. Ozkir, K. Kayakirilmaz, E. Bayol, A. A. Gu'rtten, and F. Kandemirli, (2012), *The Inhibition Effect Of Azure A On Mild Steel In 1M HCl. A Complete Study: Adsorption, Temperature, Duration And Quantum Chemical Aspects*, *Corrosion Science*, vol. 56, hal. 143–152.
- [11] M. Bouklah, H. Harek, R. Touzani, B. Hammouti, and Y. Harek, (2012), *DFT And Quantum Chemical Investigation Of Molecular Properties Of Substituted Pyrrolidinones*, *Arabian Journal of Chemistry*, vol. 5, no. 2, hal. 163–166.
- [12] M. K. Awad, M. R. Mustafa, and M. M. A. Elnga, (2010), *Computational Simulation Of The Molecular Structure Of Some Triazoles As Inhibitors For The Corrosion Of Metal Surface*, *Journal of Molecular Structure: THEOCHEM*, vol. 959, no. 1–3, hal 66–74.

- [13] S. S,afak, B. Duran, A. Yurt, and G. Tu`rkog`lu, (2012), *Schiff Bases As Corrosion Inhibitor For Aluminium In HCl Solution*, Corrosion Science, vol. 54, no. 1, hal. 251–259.
- [14] Koopmans, T., (1934), *Über Die Zuordnung Von Wellenfunktionen Und Eigenwerten Zu Den Einzelnen Elektronen Eines Atoms*, Physica, vol. 1, no. 1–6, hal. 104–113.
- [15] Obayes, H. R., Alwan, G. H., Alobaidy, A. H., Al-Amiery, A. A., H Kadhun, A. A., Mohamad, A. B., (2014), *Quantum Chemical Assessment of Benzimidazole Derivatives as Corrosion Inhibitors*, Chemistry Central Journal, vol. 8, pp. 21.
- [16] Atkins, P.W. 1996. Kimia Fiska Jilid 2. Jakarta : Erlangga.
- [17] Geerlings, P., De Proft, F., (2002), *Chemical Reactivity as Described by Quantum Chemical Methods*. International Journal Molecular Science, vol. 3, no. 4, hal. 276-309.
- [18] Ong ku, cam Sun Ana Kie-jing. (2014). *Quantum Chemical Study On The Corrosion Inhibition Of Same Oxadiazoles*, advances in material science and engineering. Hindawi
- [19] Kumar, D dan Khan,Fahmida.,(2015), *Corrosion Inhibition of High Carbon Steel Ni Phosphoric Acid Solution by Extract of Black Tea*. Department of Chemistry, National Institute of Technology Raipur, Raipur, vol.5, hal 1-9.

## Peningkatkan Keterampilan Berpikir Kritis Siswa Melalui Lembar Kerja Siswa Berbasis *Problem Solving*

**Ratu Betta Rudibyani**

FKIP Universitas Lampung, Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No.1

e-mail: ratu.betta.r@gmail.com, Telp: 089631637338

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mendeskripsikan peningkatan keterampilan berpikir kritis siswa melalui penggunaan LKS berbasis *problem solving* pada materi larutan asam basa. Populasi dalam penelitian ini adalah seluruh siswa kelas X MIA yang ada di SMA Negeri 1 Natar pada semester genap tahun ajaran 2017/2018. Teknik pengambilan sampel yang digunakan adalah *cluster random sampling* dan diperoleh sampel kelas X MIA 5 sebagai kelas eksperimen dan X MIA 7 sebagai kelas kontrol. Metode penelitian ini adalah kuasi eksperimen dengan *Pretest-Posttest Control Group Design*. Penggunaan LKS berbasis *problem solving* diukur berdasarkan rata-rata nilai *n-Gain* keterampilan berpikir kritis siswa, kemudian ukuran besar pengaruh diukur berdasarkan perhitungan *effect size*. Hasil penelitian menunjukkan bahwa pada kelas eksperimen, rata-rata nilai *n-Gain* keterampilan berpikir kritis siswa sebesar 0,71 dan ukuran pengaruh sebesar 0,89. Berdasarkan hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa peningkatan keterampilan berpikir kritis siswa "tinggi", disebabkan karena penggunaan LKS berbasis *problem solving* pada materi larutan asam basa.

**Kata Kunci:** berpikir kritis, *problem solving*

### PENDAHULUAN

Menurut Johnson (2010:100), Berpikir kritis adalah sebuah proses yang terorganisir dan jelas yang digunakan dalam aktivitas mental seperti pemecahan masalah, pembuat keputusan, menganalisis asumsi-asumsi, dan penemuan secara ilmiah[1].

Berpikir kritis adalah seni menganalisis gagasan berdasarkan penalaran logis. Berpikir kritis bukanlah berpikir lebih keras, melainkan berpikir lebih baik. Seseorang yang mengasah kemampuan berpikir kritisnya biasanya memiliki tingkat keingintahuan intelektual (*intellectual curiosity*) yang tinggi[1]. Dengan kata lain, mereka rela menginvestasikan waktu dan tenaganya untuk mempelajari segala fenomena yang ada di sekitarnya. Orang-orang semacam ini perlu dilatih karena dibutuhkan ketekunan, kedisiplinan, motivasi, serta kemauan untuk menganalisis kelebihan dan kekurangan dan tidak semua orang dapat melakukannya.

Ilmu pengetahuan alam berkaitan tentang gejala alam berupa fakta-fakta, konsep-konsep, atau prinsip-prinsip serta proses penemuan. Adanya ilmu pengetahuan alam sangat bermanfaat karena siswa dapat merasakan, melihat, dan mencoba secara langsung penemuan-penemuan yang terjadi di alam[2].

Kimia adalah ilmu yang mencari jawaban atas apa, mengapa, dan bagaimana gejala-gejala alam yang berkaitan dengan komposisi, struktur, sifat, perubahan, dinamika, dan energetika zat. Ada dua hal yang berkaitan dengan kimia yang tidak bisa dipisahkan, yaitu kimia sebagai produk (pengetahuan kimia yang berupa fakta, konsep, prinsip, hukum, dan teori) dan kimia sebagai proses yaitu kerja ilmiah[3].

Mata pelajaran kimia di sekolah tidak terlepas dengan kegiatan eksperimen. Konsep larutan asam basa merupakan salah satu materi pada mata pelajaran kimia SMA kelas X. Kompetensi materi larutan asam basa yaitu merancang dan melakukan percobaan yang mencakup perumusan masalah, mengajukan hipotesis, menentukan variabel, memilih instrumen, mengumpulkan, mengolah dan menganalisis data, menarik kesimpulan, dan mengomunikasikan hasil percobaan secara lisan dan tertulis[4]. Upaya dalam mencapai kompetensi tersebut, maka diperlukan suatu model dan media pembelajaran yang menunjang. Salah satu media pembelajaran yaitu Lembar Kerja Siswa (LKS). LKS didefinisikan sebagai alat pokok yang terdiri dari langkah dan proses yang dibutuhkan oleh siswa dan membantu siswa untuk membentuk ilmu pengetahuan dan berpartisipasi penuh pada seluruh kegiatan kelas dalam waktu yang sama[5].

Hasil wawancara dengan guru kimia di SMA Negeri 1 Natar diperoleh data bahwa pada saat pembelajaran kimia, siswa cenderung hanya mendengar dan mencatat, sehingga guru lebih dominan dibandingkan siswa. LKS yang digunakan oleh siswa justru berupa ringkasan-ringkasan materi dan latihan-latihan soal bukan suatu pedoman agar siswa memperoleh konsep dan proses penalaran sendiri. Pembelajaran kimia yang disampaikan menggunakan bahan ajar yang berisikan rangkuman materi dan latihan soal hanya melalui metode ceramah yang dilanjutkan dengan latihan soal di akhir pembelajaran, diduga menyebabkan siswa mudah bosan dan merasa materi kimia itu sulit sehingga berdampak pada rendahnya hasil belajar siswa[6]. Kelemahan dari proses pembelajaran tersebut adalah siswa dapat menguasai materi hanya sebatas apa yang disampaikan oleh guru, keterampilan yang dikuasai hanya sebatas Lower Order Thinking. Berpikir tingkat rendah menyebabkan siswa tidak mampu untuk menyelesaikan soal-soal C4 ke atas karena pemahaman yang masih rendah dan cenderung menghafal dari materi yang telah dijelaskan guru. Keadaan ini menyebabkan ketidakmampuan siswa untuk menjawab soal-soal dengan tingkatan penerapan, sintesis, analisis, dan evaluasi[7]. Berdasarkan fakta tersebut, perlu upaya guru untuk memperbaiki model dan media pembelajaran agar hasil belajar siswa tinggi. Keterampilan berpikir kritis memiliki hubungan positif terhadap hasil belajar kognitif siswa. Dengan kata lain jika keterampilan berpikir kritis siswa tinggi, maka hasil belajar kognitifnya juga tinggi[8]. Rendahnya keterampilan berpikir kritis siswa dapat diatasi dengan penggunaan model pembelajaran yang dapat mengasah keterampilan berpikir tingkat tinggi, salah satunya adalah model pembelajaran Problem solving. Model ini dilaksanakan dengan adanya penggunaan LKS dalam pembelajaran yaitu LKS berbasis model Problem Solving.

Problem solving adalah belajar memecahkan masalah[9]. Pada tingkat ini para siswa belajar merumuskan memecahkan masalah, memberikan respons terhadap rangsangan yang menggambarkan atau membangkitkan situasi problematik, yang mempergunakan berbagai kaidah yang telah dikuasainya. Belajar memecahkan masalah itu berlangsung sebagai berikut: individu menyadari masalah bila ia dihadapkan kepada situasi keraguan dan kekaburan sehingga merasakan adanya semacam kesulitan. Langkah-langkah dalam memecahkan masalah adalah sebagai berikut:

- 1) Merumuskan dan menegaskan masalah
- 2) Mencari fakta pendukung dan merumuskan hipotesis
- 3) Mengevaluasi alternatif pemecahan yang dikembangkan.
- 4) Mengadakan pengujian dan verifikasi

Langkah-langkah model *problem solving* yaitu meliputi :

1. Ada masalah yang jelas untuk dipecahkan. Masalah ini harus tumbuh dari siswa sesuai dengan taraf kemampuannya.

2. Mencari data atau keterangan yang dapat digunakan untuk memecahkan masalah tersebut. Misalnya, dengan jalan membaca buku-buku, meneliti, bertanya dan lain-lain.
3. Menetapkan jawaban sementara dari masalah tersebut. Dugaan jawaban ini tentu saja didasarkan kepada data yang telah diperoleh, pada langkah kedua di atas.
4. Menguji kebenaran jawaban sementara tersebut. Dalam hal ini siswa harus berusaha memecahkan masalah sehingga betul-betul yakin bahwa jawaban tersebut betul-betul sesuai.
5. Menarik kesimpulan. Artinya siswa harus sampai kepada kesimpulan terakhir tentang jawaban dari masalah tadi [10].

Terdapat 12 Indikator keterampilan berpikir kritis (KBK<sub>r</sub>) yang dapat dikelompokkan dalam lima kelompok keterampilan berpikir. Kelima kelompok keterampilan tersebut antara lain: memberikan penjelasan sederhana (*elementaryclarification*), membangun keterampilan dasar (*basic support*), menyimpulkan (*interfence*), membuat penjelasan lebih lanjut (*advance clarification*), serta strategi dan taktik (*strategy and tactics*) [11] .

Terlatihnya siswa dalam keterampilan berpikir kritis diharapkan dapat meningkatkan hasil belajar siswa melalui kegiatan pembelajaran berbasis saintifik yaitu dengan menggunakan model *Problem Solving*. Hasil penelitian menyatakan bahwa pembelajaran dengan model *Problem solving* efektif dalam meningkatkan keterampilan berpikir kritis [12, 13].

Berdasarkan uraian di atas, akan dipaparkan hasil kajian yang mendeskripsikan peningkatan ketrampilan berpikir kritis siswa melalui penggunaan LKS berbasis *Problem solving* pada materi asam basa.

## METODA

Metode yang digunakan pada penelitian ini yaitu *quasi experimental* dengan *non-equivalent pretest-posttest control group design*[14]. Populasi dalam penelitian ini adalah semua siswa kelas X di SMA Negeri 1 Natar tahun pelajaran 2017/2018 yang terdiri atas delapan kelas. Pengambilan sampel menggunakan teknik *cluster random sampling*, diperoleh sampel yaitu kelas X MIA 5 sebagai kelas eksperimen dan X MIA 7 sebagai kelas kontrol.

Instrumen yang digunakan dalam penelitian ini adalah soal pretes dan postes yang terdiri dari 8 soal uraian yang mewakili kemampuan berpikir kritis siswa dan lembar kerja siswa berbasis *Problem Solving*. Selain itu, terdapat lembar penilaian yang digunakan yaitu lembar observasi keterlaksanaan LKS berbasis *Problem Solving* terhadap pelaksanaan pembelajaran.

Validitas dan reliabilitas instrumen dianalisis dengan software SPSS versi 17 for Windows. Validitas soal ditentukan dari perbandingan nilai *r* tabel dan *r* hitung. Kriterianya adalah jika *r* tabel < *r* hitung maka soal dikatakan valid. Reliabilitas ditentukan dengan menggunakan Cronbach's Alpha. Kriteria derajat reliabilitas (*r*<sub>11</sub>) menurut Guilford ditunjukkan pada Tabel 1.

**Tabel 1. Kriteria Derajat Reliabilitas**

Derajat reliabilitas ( $r_{11}$ )	Kriteria
$0,80 < r_{11} \leq 1,00$	Sangat tinggi
$0,60 < r_{11} \leq 0,80$	Tinggi
$0,40 < r_{11} \leq 0,60$	Sedang
$0,20 < r_{11} \leq 0,40$	Rendah
$0,00 < r_{11} \leq 0,20$	Tidak reliabel

Pengaruh LKS berbasis model SiMaYang ditentukan dari ketercapaian dalam meningkatkan kemampuan berpikir kritis siswa yang diperoleh melalui nilai pretes dan postes. Berdasarkan hasil penelitian, diperoleh skor siswa yang selanjutnya diubah menjadi nilai siswa. Lalu dianalisis dengan menghitung *n-Gain* yaitu selisih antara skor postes dan pretes untuk mengetahui peningkatan nilai yang terjadi. Rumus *n-Gain*:

$$n - Gain = \frac{\% postes - \% pretes}{100 - \% pretes}$$

dengan kriteria *n-Gain*, terdapat pada Tabel 2<sup>[15]</sup>:

**Tabel 2. Kriteria Skor *n-Gain***

Skor <i>n-Gain</i>	Kriteria
$n-Gain > 0,7$	Tinggi
$0,3 < n-Gain \leq 0,7$	Sedang
$n-Gain \leq 0,3$	Rendah

Ukuran pengaruh (*effect size*) penggunaan LKS berbasis model *Problem Solving* terhadap peningkatan kemampuan berpikir kritis siswa ditentukan berdasarkan nilai uji t. Sebelum uji t dilakukan, terlebih dahulu dilakukan uji normalitas dan uji homogenitas terhadap nilai pretes, postes, dan *n-Gain* menggunakan software *SPSS versi 17 for windows*. Uji normalitas ditentukan berdasarkan nilai *sig.* di kolom *Kolmogorov-Smirnov*, sedangkan uji homogenitas dilihat dari nilai *sig.* di kolom *Test of Homogeneity of Variance*.

Kriteria normalitas dan homogenitas yaitu sampel dikatakan berdistribusi normal dan memiliki varians yang homogen, jika nilai *sig.* > 0,05. Apabila sampel berdistribusi normal dan homogen, maka selanjutnya uji statistik parametrik menggunakan software *SPSS versi 17 for windows* yaitu uji independent sample t test pada *n-Gain* kedua kelas dengan kriteria terima  $H_0$  jika nilai signifikan atau *sig.* (2-tailed) > 0,05 yang berarti rata-rata *n-Gain* keterampilan berpikir kritis menggunakan LKS berbasis model *Problem Solving* lebih rendah atau sama dengan rata-rata *n-Gain* keterampilan berpikir kritis yang menggunakan LKS konvensional dan tolak  $H_0$  jika sebaliknya. Selanjutnya uji independent sample t test pada nilai pretes dan postes kedua kelas dengan kriteria terima  $H_0$  jika nilai signifikan atau *sig.* (2-tailed) > 0,05 yang berarti nilai pretes sama dengan nilai postes (tidak ada perubahan) dan tolak  $H_0$  jika sebaliknya.

Berdasarkan nilai thitung yang diperoleh dari uji independent sample t test pada nilai pretes dan postes, selanjutnya dilakukan perhitungan untuk menentukan ukuran pengaruh (*effect size*). Perhitungan uji *effect size*, digunakan rumus sebagai berikut<sup>[16]</sup>:

$$\mu^2 = \frac{t^2}{t^2 + df}$$

Dengan kriteria *effect size* seperti yang ditunjukkan pada Tabel 3<sup>[17]</sup>.

**Tabel 3. Kriteria *Effect Size***

<i>Effect size</i> ( $\mu$ )	Kriteria
$\mu \leq 0,15$	Sangat kecil
$0,15 < \mu \leq 0,40$	Kecil
$0,40 < \mu \leq 0,75$	Sedang
$0,75 < \mu \leq 1,10$	Besar
$\mu > 1,10$	Sangat besar

Untuk membuktikan terlaksananya LKS berbasis model *Problem Solving*, maka perlu adanya penilaian keterlaksanaan LKS melalui lembar observasi. Persentase ketercapaian dihitung dengan rumus <sup>[18]</sup> :

$$\% Ji = \frac{\sum Ji}{N} \times 100\%$$

Data yang diperoleh dari analisis keterlaksanaan LKS berbasis model *Problem Solving* lalu ditafsirkan berdasarkan kriteria tingkat keterlaksanaan sebagaimana pada Tabel 4 menurut Ratumanan (dalam Sunyono, 2015).

**Tabel 4. Kriteria Tingkat Keterlaksanaan**

Persentase	Kriteria
80,1% - 100,0%	Sangat tinggi
60,1% - 80,0%	Tinggi
40,1% - 60,0%	Sedang
20,1% - 40,0%	Rendah
0,0% - 20,0%	Sangat rendah

## DISKUSI

### Validitas dan Reliabilitas

Hasil uji validitas soal tes disajikan pada **Tabel 5**.

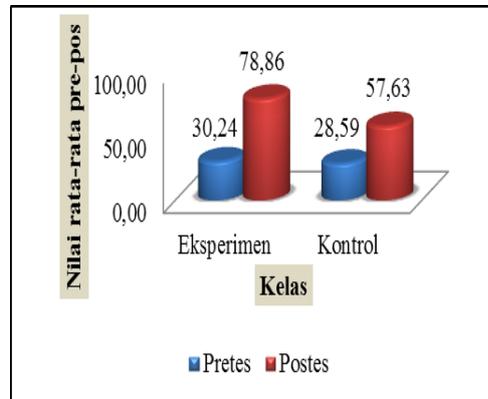
**Tabel 5. Hasil Uji Validitas Butir Soal**

Butir Soal	Koefisien Korelasi	r table	Komentar
1a	0,598	0,4409	Valid
1b	0,589	0,4409	Valid
2a	0,642	0,4409	Valid
2b	0,560	0,4409	Valid
3a	0,461	0,4409	Valid
3b	0,748	0,4409	Valid
4	0,838	0,4409	Valid
5	0,770	0,4409	Valid

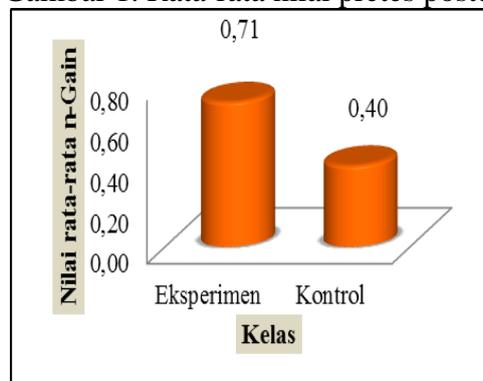
Berdasarkan **Tabel 5**, kedelapan butir soal dinyatakan valid. Hasil perhitungan reliabilitas instrumen tes secara keseluruhan ditunjukkan dari nilai *Cronbach's Alpha* yaitu 0,804 yang berarti instrumen

tes secara keseluruhan memiliki kriteria derajat reliabilitas yang tinggi. Berdasarkan hasil uji validitas dan reliabilitas, soal tes dinyatakan valid dan reliabel, sehingga instrumen tes dapat digunakan untuk mengukur kemampuan berpikir kritis siswa.

Rata-rata dari nilai pretes dan nilai postes disajikan pada Gambar 1, sedangkan perbedaan rata-rata *n-Gain* terdapat pada **Gambar 2**.



Gambar 1. Rata-rata nilai pretes postes



Gambar 2. Rata-rata nilai *n-Gain*

Pada Gambar 1, terlihat bahwa pada kelas (eksperimen dan kontrol) keterampilan berpikir kritis sebelum dan sesudah pembelajaran menggunakan LKS berbasis *Problem Solving* pada kelas eksperimen dan LKS konvensional pada kelas kontrol mengalami peningkatan. Berdasarkan data nilai pretes dan postes keterampilan berpikir kritis masing masing kelas diperoleh perbedaan rata-rata *n-Gain*. Berdasarkan Gambar 2, dapat dilihat bahwa pengaruh dari pembelajaran menggunakan LKS berbasis *Problem Solving* memiliki kriteria 'tinggi' sedangkan pada kelas kontrol kriteria 'sedang'.

### Hasil Uji Normalitas dan Uji Homogenitas

Hasil uji normalitas dan homogenis berpikir kritis siswa di kelas eksperimen dan kelas kontrol dapat dilihat pada tabel berikut:

**Tabel 6.** Hasil uji Normalitas

Kelas	Aspek yang diamati	Nilai Signifikan Keterampilan Berpikir Kritis
Eksperimen	Pretes	0,200
	Postes	0,200
	<i>n-Gain</i>	0,200
Kontrol	Pretes	0,200
	Postes	0,200
	<i>n-Gain</i>	0,101

**Tabel 7.** Hasil Uji Homogenitas

Aspek yang diamati	Nilai Signifikan Keterampilan Berpikir Kritis
Pretes	0,816
Postes	0,766
<i>n-Gain</i>	0,218

Berdasarkan **Tabel 6** terlihat bahwa pada kedua kelas tersebut nilai pretes, postes, dan *n-Gain* memiliki nilai *sig.* dari *kolmogorov-smirnov*  $> 0,05$  sehingga keputusan uji terima  $H_0$  dan tolak  $H_1$  yang berarti data penelitian yang diperoleh berasal dari distribusi normal. Berdasarkan **Tabel 7** terlihat bahwa pada kedua kelas tersebut nilai pretes, postes, dan *n-Gain* nilai *sig.* dari *levene's test*  $> 0,05$ , sehingga keputusan uji terima  $H_0$  atau tolak  $H_1$  yang berarti bahwa data penelitian yang diperoleh berasal dari varians yang homogen.

#### Uji Perbedaan Dua Rata-rata *n-Gain*

Uji perbedaan dua rata-rata dilakukan dengan menggunakan *independent sampelt-test* dalam program *SPSS 17.0* dengan taraf signifikan 5%. Kriteria uji terima  $H_1$  jika nilai *sig. (2-tailed)* dari *t-test for equality of means*  $< 0,05$  dan terima  $H_0$  jika sebaliknya. Hasil uji perbedaan dua rata-rata *n-Gain* keterampilan berpikir kritis siswa di kelas eksperimen dan kelas kontrol menunjukkan bahwa nilai *sig. (2-tailed)*  $< 0,05$  sehingga keputusan uji terima  $H_1$  yang berarti bahwa rata-rata *n-Gain* keterampilan berpikir kritis siswa menggunakan LKS berbasis *Problem Solving* lebih tinggi daripada rata-rata *n-Gain* keterampilan berpikir kritis menggunakan LKS konvensional.

#### Ukuran Pengaruh (*Effect Size*)

Setelah melakukan uji perbedaan dua rata-rata terhadap nilai *n-Gain*, selanjutnya dilakukan uji perbedaan dua rata-rata terhadap nilai pretes dan postes pada kelas eksperimen dan kelas kontrol. Nilai  $t_{hitung}$  yang diperoleh dari uji perbedaan dua rata-rata pretes-postes dengan *independent sampelt-test* kemudian digunakan untuk menghitung *effect size* pada keterampilan berpikir kritis siswa di kelas eksperimen dan kelas kontrol yang ditunjukkan pada Tabel 8.

**Tabel 8.** Hasil uji nilai pretes-postes dan ukuran pengaruh keterampilan berpikir kritis

Kelas	Perlakuan	N	Mean	Std. Deviation	Sig (2-tailed)	df	t <sub>hitung</sub>	μ	Effect Size
Eksperimen	Pretes	34	30.2415	13.60463	0,000	66	-15,521	0,89	Besar
	Postes	34	78.8629	12.18868					
Kontrol	Pretes	34	28.5865	14.20913	0,000	66	-8,747	0,73	Sedang
	Postes	34	57.6288	13.15014					

Tabel 8 di atas memperlihatkan bahwa nilai Sig. (2-tailed) pada kedua kelas lebih kecil dari 0,05 sehingga terima  $H_1$ , yaitu nilai rata-rata hasil belajar terdapat perbedaan. Ukuran pengaruh (*effect size*) pada kelas eksperimen bernilai 0,89 atau memiliki "efek besar" menurut kriteria Dincer (2015), sedangkan pada kelas kontrol bernilai 0,73 atau memiliki "efek sedang". Hal ini menunjukkan bahwa keterampilan berpikir kritis siswa pada kelas eksperimen lebih tinggi dibandingkan dengan kelas kontrol. Peningkatan keterampilan berpikir kritis siswa pada kelas eksperimen 89% dipengaruhi oleh LKS berbasis model *Problem Solving* sedangkan pada kelas kontrol 73% dipengaruhi oleh LKS konvensional. Hal ini sejalan dengan pendapat Suryani (2012), bahwa model pembelajaran *Problem Solving* dapat meningkatkan kemampuan berpikir kritis karena pada tahap menguji kebenaran jawaban sementara, siswa harus berusaha memecahkan masalah sehingga betul-betul yakin bahwa jawaban tersebut betul-betul sesuai. Kemampuan berpikir kritis dapat dicapai ketika siswa dapat melakukan interpretasi terhadap representasi yang dihadapi dengan membuat suatu kesimpulan, komentar, atau melakukan perhitungan matematis. Selain itu juga, hasil penelitian ini sejalan dengan penelitian Meidayanti (2016) dan Nurmala (2016) yang menyatakan bahwa pembelajaran dengan *Problem Solving* efektif dalam meningkatkan keterampilan berpikir kritis.

Hasil yang diperoleh didukung dengan adanya keterlaksanaan LKS berbasis *Problem Solving* yang dinilai oleh dua orang observer, yaitu guru mitra dan rekan penelitian dengan aspek yang diamati meliputi isi LKS, kemudahan dalam belajar, kerjasama, dan hasil. Hasil penilaian menunjukkan bahwa keterlaksanaan meningkat pada setiap pertemuannya dengan kriteria keterlaksanaan "sangat tinggi". Hasil perhitungan keterlaksanaan LKS selengkapnya dapat dilihat pada tabel berikut

**Tabel 9.** Hasil Keterlaksanaan LKS

Aspek Pengamatan	Pert-1	Pert-2	Pert-3
1. Isi LKS	3,000	3,214	3,714
2. Kemudahan dalam belajar	3,000	3,100	3,667
3. Kerjasama	3,000	3,000	3,750
4. Hasil	3,000	3,000	4,000
Total	12,000	12,314	15,131
Skor Maksimal	16	16	16
Persentase	75%	77%	95%
<b>Rata-rata persentase</b>	<b>82%</b>		
<b>Kriteria</b>	<b>Sangat Tinggi</b>		

LKS berbasis *Problem Solving* ini merupakan LKS yang menuntut siswa aktif ketika pembelajaran. Hal ini dibuktikan berdasarkan komponen LKS, aspek kemudahan dalam belajar (antusiasme dan aktivitas) dan aspek kerjasama antar siswa yang sangat baik. Aktivitas siswa di kelas eksperimen mengalami peningkatan mulai dari pertemuan ke-1 hingga pertemuan ke-3. Pada awal pertemuan, kegiatan siswa dalam memperhatikan dan mendengarkan penjelasan guru atau teman,

mengidentifikasi masalah dan merumuskan hipotesis, serta melibatkan diri dalam mengerjakan LKS/berdiskusi dengan kelompok masih tergolong rendah. Hal ini terjadi karena siswa masih melakukan adaptasi terhadap proses pembelajaran. Pada pertemuan selanjutnya, aktivitas siswa mulai membaik dengan semakin antusiasnya siswa mengikuti pembelajaran dan melakukan kegiatan yang diminta oleh guru sesuai dengan RPP. Pada kelas kontrol menggunakan LKS konvensional yang berisi rangkuman materi dan latihan-latihan soal tentang asam basa penyampaian materi hanya dapat dilakukan dengan metode ceramah, sehingga selama proses pembelajaran siswa tidak terlibat aktif sehingga siswa menjadi bosan dan malas untuk belajar. Senada dengan pernyataan bahwa pembelajaran yang hanya fokus pada guru dan komunikasi yang hanya satu arah membuat siswa jenuh dan cenderung pasif baik dalam berpikir maupun secara fisik<sup>[19]</sup>. Hasil-hasil yang dikemukakan di atas, diperoleh dari dampak instruksional dan dampak pengiring<sup>[20]</sup>. Dampak instruksional antara lain: a) peserta didik mampu menemukan konsep, prinsip, pola (mode presentasi), rumus, simbol, dan pemecahan masalah sains; b) peserta didik mampu menggunakan daya imajinasinya untuk membangun model mental; c) peserta didik mampu menguasai materi yang dipelajari, sehingga penguasaan konsepnya meningkat. Dampak pengiring antara lain; a) peserta didik dapat berkomunikasi dengan baik dan santun; b) peserta didik dapat bekerjasama dengan temannya dalam kelompok dengan saling menghargai pendapat sesama peserta didik; c) peserta didik memiliki sikap mandiri dan bertanggungjawab terutama dalam menyelesaikan tugas-tugas individu; d) peserta didik memiliki sikap senang dan memiliki minat yang tinggi terhadap pembelajaran sains, ulet, dan tidak mudah putus asa dalam menyelesaikan masalah-masalah sains.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, dapat disimpulkan bahwa LKS berbasis *Problem Solving* berpengaruh besar dalam meningkatkan kemampuan berpikir kritis siswa pada materi asam basa. Hal ini ditunjukkan melalui rata-rata persentase keterlaksanaan LKS yang sangat tinggi serta menunjukkan pula bahwa antusias siswa tinggi dalam pembelajaran. Peningkatan nilai pretes-postes (*n-gain*) berkategori "tinggi" dan nilai *effect size* berkategori "besar".

## UCAPAN TERIMA KASIH

Pada kesempatan yang berbahagia ini. Diucapkan terimakasih khusus kepada:

1. Bapak Prof. Dr. Patuan Raja, selaku Dekan Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan Universitas Lampung.
2. Bapak Dr. Caswita, M.Si., selaku Ketua Jurusan Pendidikan MIPA.

Yang telah membimbing, membantu, memberi petunjuk, dorongan dan masukannya.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Johnson, Elaine B. 2010. *Contextual Teaching and Learning: Menjadikan Kegiatan Belajar Mengajar Mengasyikkan dan Bermakna*. Bandung: Kaifa.
- [2] Badan Standar Nasional Pendidikan. 2006. *Standar Isi Mata Pelajaran Kimia SMA/MA*. BSNP. Jakarta.
- [3] Mulyasa, E. 2006. *Menjadi Guru Profesional Menciptakan Pembelajaran Kreatif dan Menyenangkan*. Remaja Rosdakarya Offset. Bandung.

- [4] Tim Penyusun. 2006. *Panduan Penyusunan Kurikulum Tingkat Satuan Pendidikan Jenjang Pendidikan Dasar dan Menengah*. BNSP. Jakarta.
- [5] Celikler, D. 2010. The Effect of Worksheets Developed for the Subject of Chemical Compounds on Student Achievement and Permanent Learning. *The International Journal of Research in Teacher Education*, 1(1):42-51.
- [6] Parliani, S. 2016. Pengaruh Penggunaan Lembar Kerja (LKS) Siswa Berbasis Keterampilan Proses Sains Terhadap Keterampilan Berpikir Kritis Siswa Kelas X SMA Negeri 1 Gunungsari pada Materi Reaksi Redoks. Universitas Mataram. *Jurnal Pendidikan*.
- [7] Suyanti, R. D. 2010. *Strategi Pembelajaran Kimia*. Graha Ilmu, Yogyakarta.
- [8] Wicaksono, A.G. 2014. Hubungan Keterampilan Metakognitif dan Berpikir Kritis terhadap Hasil Belajar Kognitif Siswa SMA pada Pembelajaran Biologi dengan Strategi Reciprocal Teaching. Universitas Negeri Malang. *Jurnal pendidikan* 2(2).
- [9] Ngalimun. 2012. Strategi dan Model Pembelajaran Asjawa. Pressindo. Banjarmasin.
- [10] Suryanti, R. D. 2010. *Strategi Pembelajaran Kimia*. Graha Ilmu. Medan.
- [11] Ennis, R. H. 1989. Critical Thinking and Subject Specificity Clarification and Needed Research. *Journal Education*. 18(3):4-10.
- [12] Meidayanti, R. 2016. *Pembelajaran SiMaYang Tipe II untuk Meningkatkan Self Efficacy dan Keterampilan Berpikir Kritis pada Materi Larutan Elektrolit dan Non-elektrolit*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- [13] Nurmala, V. 2016. *Pembelajaran SiMaYang Tipe II Untuk Meningkatkan Kemampuan Metakognisi dan Keterampilan Berpikir Kritis pada Materi Larutan Elektrolit dan Non-Elektrolit*. (Skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung.
- [14] Fraenkel, J. R., N. E. Wallen, & H. H. Hyun. 2007. *How to Design and Evaluate Research in Education (Eighth Edition)*. McGraw-Hill. New York.
- [15] Hake, R., 2002. Relationship of Individual Student Normalized Learning Gains in Mechanics with Gender, High-School Physics, and Pre-test Scores on Mathematics and Spatial Visualization. <http://www.physics.indiana.edu/~hake>.
- [16] Jahjouh, Y. M. A. 2014. The Effectiveness of Blended E-Learning Forum in Planning for Science Instruction. *Jurnal of Turkish Science Education*, 11(4):3-16.
- [17] Dincer, S. 2015. Effect of Computer Assisted Learning on Student Achievement in Turkey: a Meta-Analysis. *Journal of Turkish Science Education*, 12(1):99-118.
- [18] Sudjana. 2005. *Metode Statistika*. Tarsito, Bandung.
- [19] Yanto, R. 2013. Pengembangan Lembar Kerja Siswa (LKS) dengan Pendekatan Makroskopis-Mikroskopis-Symbolik pada Materi Ikatan Kimia. Universitas Tanjungpura. *Jurnal Pendidikan Kimia* 2(3): 1-9.
- [20] Sunyono. 2015. *Model Pembelajaran Multipel Representasi (Pembelajaran Empat Fase dengan Lima Kegiatan: Orientasi, Eksplorasi Imajinatif, Internalisasi, dan Evaluasi)*. Media Akademi, Yogyakarta.

## OPTIMASI PROSEDUR PERCOBAAN DAN PENYIAPAN LEMBAR KERJA SISWA (LKS) PRAKTIKUM BERBASIS INKUIRI TERBIMBING TOPIK POLIMER MELALUI PEMBUATAN *SLIME*

Gebi Dwiyanti<sup>a</sup>, Yayan Sunarya<sup>a</sup>, Parmita Utami<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Departemen Pendidikan Kimia FPMIPA, Universitas Pendidikan Indonesia  
e-mail: gebi.dwiyanti@upi.edu

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh prosedur percobaan optimal dan Lembar Kerja Siswa (LKS) praktikum berbasis inkuiri terbimbing topik polimer melalui pembuatan *slime* yang dapat digunakan oleh siswa pada tingkat SMA/MA. Metode yang digunakan adalah metode evaluatif. Sumber data berupa 15 orang siswa kelas XII SMA di Kota Bandung, 2 orang guru kimia SMA kelas XII, dan 3 orang dosen pendidikan kimia FPMIPA UPI. Instrumen penelitian yang digunakan berupa lembar optimasi prosedur praktikum, lembar validasi guru dan dosen, lembar observasi keterlaksanaan tahapan inkuiri, pedoman penilaian jawaban siswa, serta lembar angket respons siswa. Hasil optimasi prosedur pembuatan *slime* adalah volume PVA 4% dalam air 100 mL, natrium borat 2% 10 mL; 15 mL; dan 20 mL, serta lama waktu pengadukan yang dibutuhkan untuk menghasilkan *slime* selama 1 menit 30 detik. Hasil validasi guru dan dosen terhadap kesesuaian komponen dalam LKS dengan indikator keterampilan inkuiri, kesesuaian konsep, tata bahasa, serta tata letak dan perwajahan termasuk ke dalam kategori sangat baik. Keterlaksanaan praktikum berdasarkan observasi keterlaksanaan tahapan inkuiri dan penilaian jawaban siswa termasuk ke dalam kategori sangat baik. Respon siswa terhadap LKS praktikum termasuk ke dalam kategori sangat baik dan respon siswa terhadap praktikum menggunakan LKS termasuk ke dalam kategori baik.

**Kata Kunci :** inkuiri terbimbing, Lembar Kerja Siswa (LKS), pembuatan slime, polimer

### PENDAHULUAN

Ilmu kimia memiliki dua hakikat yaitu kimia sebagai produk dan kimia sebagai proses. Kimia sebagai produk merupakan sekumpulan pengetahuan yang terdiri atas fakta-fakta, konsep-konsep, hukum-hukum dan prinsip-prinsip kimia. Kimia sebagai proses merupakan keterampilan-keterampilan dan sikap-sikap yang dimiliki oleh para ilmuwan untuk memperoleh dan mengembangkan pengetahuan. Dengan demikian, pembelajaran kimia tidak boleh mengesampingkan proses yang dilalui sampai ditemukannya konsep.

Sesuai dengan Standar Proses pada kurikulum 2013 [1] pembelajaran kimia dirancang berdasarkan prinsip-prinsip tertentu yaitu siswa mencari tahu, belajar berbasis aneka sumber, menggunakan pendekatan ilmiah, dan berbasis kompetensi. Salah satu metode pembelajaran yang dapat digunakan agar pembelajaran kimia memperhatikan hakikat ilmu kimia dan sesuai dengan tuntutan kurikulum 2013 adalah metode praktikum. Melalui metode praktikum, siswa diberi kesempatan untuk mengalami sendiri atau melakukan sendiri, mengikuti suatu proses, mengamati suatu objek, menganalisis, membuktikan dan menarik kesimpulan sendiri mengenai suatu objek, keadaan, atau proses tertentu [2].

Salah satu strategi pembelajaran yang dapat diterapkan dan mendukung pembelajaran dengan metode praktikum adalah inkuiri. Strategi pembelajaran inkuiri adalah rangkaian kegiatan pembelajaran yang menekankan pada proses berpikir secara kritis dan analitis untuk mencari dan menemukan sendiri jawaban dari suatu masalah yang dipertanyakan [3]. Hasil penelitian yang dilakukan oleh [4] menunjukkan bahwa pembelajaran menggunakan metode praktikum berbasis inkuiri pada materi laju reaksi dapat meningkatkan keterampilan proses sains, minat, serta motivasi belajar siswa.

Penerapan pembelajaran inkuiri perlu mempertimbangkan jenis inkuiri yang tepat digunakan berdasarkan kemampuan siswa. Jenis inkuiri yang cocok digunakan untuk tingkat SMA adalah inkuiri terbimbing, dikarenakan inkuiri terbimbing menyediakan lebih banyak arahan untuk para siswa yang belum siap untuk menyelesaikan masalah dengan inkuiri tanpa adanya bantuan [5]. Bantuan tersebut dapat berupa bimbingan dan panduan khusus yang dapat memandu siswa dalam melakukan tahapan (proses) inkuirinya. Dengan demikian diperlukan adanya panduan khusus bagi siswa dalam melaksanakan praktikum berbasis inkuiri terbimbing. Salah satu panduan yang dapat dikembangkan oleh guru sebagai fasilitator dalam kegiatan praktikum adalah lembar kerja siswa (LKS) praktikum [6].

Agar praktikum berbasis inkuiri lebih bermakna, maka percobaan yang dilakukan dapat dikaitkan dengan kehidupan sehari-hari siswa. Hasil penelitian yang dilakukan oleh [7] menunjukkan bahwa percobaan yang bersifat kontekstual dapat meningkatkan hasil serta motivasi belajar siswa.

Topik polimer terdapat pada standar isi kurikulum 2013 pada semester genap kelas XII pada Kompetensi Dasar 4.9 yaitu "Melakukan percobaan untuk mendeskripsikan sifat-sifat makromolekul (polimer, karbohidrat, dan protein)". Hal tersebut menunjukkan bahwa pada pembelajaran topik polimer, siswa diberi kesempatan untuk mengembangkan aspek keterampilan yang dimilikinya dengan melakukan percobaan. Percobaan pada topik polimer yang dilakukan adalah identifikasi sifat polimer PVA yang ketika dipanaskan akan membentuk gel dalam air namun berubah karakteristiknya menjadi lebih kenyal dan elastis (berupa mainan *slime*) setelah ditambah dengan boraks.

Hasil analisis yang dilakukan peneliti terhadap 10 bahan ajar yang digunakan di sekolah menunjukkan bahwa hanya terdapat 3 bahan ajar yang memuat praktikum pada topik polimer. Hal ini menunjukkan bahwa LKS praktikum pada topik polimer masih jarang tersedia. Selain itu, hasil analisis yang dilakukan peneliti juga menunjukkan bahwa ketiga LKS tersebut sangat kurang memenuhi kriteria indikator keterampilan inkuiri sehingga tidak dapat dikatakan sebagai LKS praktikum berbasis inkuiri.

Berdasarkan uraian yang telah dipaparkan, perlu dilakukan penelitian tentang pengembangan LKS praktikum berbasis inkuiri terbimbing pada topik polimer melalui pembuatan *slime*. Tujuan dari penelitian ini adalah memperoleh prosedur percobaan optimal dan Lembar Kerja Siswa (LKS) praktikum berbasis inkuiri terbimbing topik polimer melalui pembuatan *slime* yang dapat digunakan oleh siswa pada tingkat SMA/MA.

## **METODE PENELITIAN**

Metode pada penelitian ini adalah metode evaluatif [8]. Langkah penelitian yang dilakukan terdiri dari 3 tahapan, yaitu tahap pengembangan, validasi, dan uji coba pengembangan. Sumber data pada penelitian ini adalah 2 orang guru kimia dan 3 orang dosen kimia FPMIPA UPI sebagai validator LKS praktikum yang dikembangkan serta 15 orang siswa SMA kelas XII di salah satu sekolah di kota

Bandung. Instrumen penelitian yang digunakan adalah lembar desain optimasi, lembar validasi guru dan dosen, lembar observasi keterlaksanaan tahapan inkuiri, rubrik penilaian jawaban siswa terhadap tugas-tugas dalam LKS, dan angket respon siswa. Persentase rata-rata skor yang diperoleh dikategorikan berdasarkan kriteria interpretasi persentase skor [9]

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Optimasi Prosedur Percobaan Pembuatan *Slime*

Kegiatan optimasi dilakukan untuk mengetahui kondisi optimum dari prosedur percobaan pembuatan *slime* dalam LKS praktikum yang dikembangkan. Prosedur percobaan pembuatan *slime* yang dijadikan acuan oleh peneliti dalam melakukan optimasi adalah prosedur praktikum yang dikembangkan oleh [10].

Berdasarkan hasil optimasi yang dilakukan, *slime* paling optimum dapat dihasilkan dari pencampuran PVA 4% dalam air sebanyak 100 mL dan larutan Natrium borat 2% sebanyak 10 mL, 15 mL, dan 20 mL, dengan lama waktu pengadukan selama 1 menit 30 detik.

### Penyusunan LKS Praktikum Berbasis Inkuiri Terbimbing pada Topik Polimer Melalui Pembuatan *Slime*

Pada penelitian ini, produk yang dihasilkan adalah Lembar Kerja Siswa (LKS) praktikum berbasis inkuiri terbimbing. Komponen LKS praktikum yang dikembangkan mengikuti tahapan inkuiri menurut [3] yaitu orientasi (dalam bentuk fenomena), merumuskan masalah, merumuskan hipotesis, mengumpulkan data, menguji hipotesis, dan merumuskan kesimpulan.

Komponen-komponen ini dikembangkan dengan mengikuti kerangka indikator keterampilan inkuiri berdasarkan [11] dan [12] berupa arahan-arahan yang dapat membimbing siswa untuk melakukan kegiatan yang terdapat pada tahapan tersebut sehingga pada akhirnya siswa dapat menemukan konsep yang diharapkan. Adapun komponen yang terdapat di dalam LKS praktikum yang dikembangkan adalah sebagai berikut:

1. Judul
2. Fenomena
3. Arahan merumuskan masalah
4. Arahan merumuskan hipotesis
5. Arahan mengumpulkan data yang meliputi arahan:
  - a. menentukan judul percobaan
  - b. menentukan bahan
  - c. menentukan alat
  - d. menentukan variabel percobaan
  - e. merancang prosedur percobaan
  - f. melakukan percobaan
6. Arahan menuliskan hasil pengamatan
7. Arahan membandingkan data hasil pengamatan
8. Arahan menganalisis data
9. Arahan menguji hipotesis
10. Arahan membuat kesimpulan

### Hasil Validasi Guru dan Dosen terhadap LKS Praktikum yang Dikembangkan

Validasi LKS dilakukan terhadap 4 aspek penilaian, yaitu aspek kesesuaian komponen LKS dengan indikator keterampilan inkuiri, aspek kebenaran konsep, aspek tata bahasa, dan aspek kesesuaian tata letak dan perwajahan dalam LKS (Tabel 1).

Penilaian aspek kesesuaian indikator keterampilan inkuiri mengacu pada indikator keterampilan inkuiri menurut [11] dan [12] dan penilaian aspek kesesuaian konsep, kesesuaian tata bahasa, serta kesesuaian tata letak dan perwajahan dalam LKS mengacu pada syarat-syarat LKS praktikum yang baik menurut [6].

**Tabel 1.** Hasil Validasi Guru dan Dosen terhadap LKS Praktikum yang Dikembangkan

No	Aspek Penilaian	Skor (%)	Kategori
1	Aspek Kesesuaian Indikator Keterampilan Inkuiri	90,7	Sangat baik
2	Aspek Kesesuaian Konsep	82,4	Sangat baik
3	Aspek Tata Bahasa	85,2	Sangat baik
4	Aspek Tata Letak dan Perwajahan	84,7	Sangat baik

Berdasarkan **Tabel 1**, seluruh aspek penilaian termasuk ke dalam kategori sangat baik. Hal ini menunjukkan bahwa komponen dalam LKS praktikum yang dikembangkan sudah memenuhi aspek kesesuaian dengan indikator keterampilan inkuiri, kesesuaian konsep, kesesuaian tata bahasa, serta kesesuaian tata letak dan perwajahan.

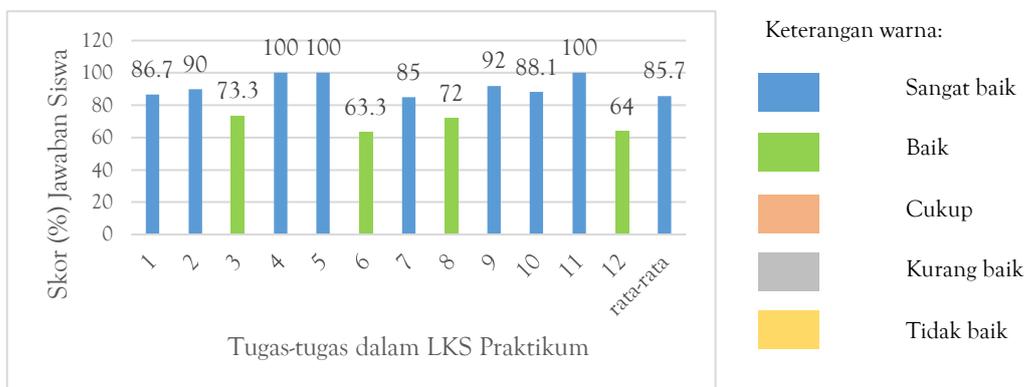
### Keterlaksanaan Praktikum Menggunakan LKS Praktikum yang Dikembangkan

Penilaian keterlaksanaan praktikum ini dilakukan berdasarkan dua aspek, yaitu penilaian terhadap hasil observasi tahapan-tahapan inkuiri yang dilakukan oleh beberapa observer dan penilaian jawaban siswa terhadap tugas-tugas yang terdapat dalam LKS praktikum yang dikembangkan. Hasil penilaian keterlaksanaan disajikan dalam tabel 2 dan gambar 1.

**Tabel 2.** Hasil Observasi Keterlaksanaan Praktikum Menggunakan LKS Praktikum yang Dikembangkan

Aspek Penilaian	Skor Keterlaksanaan Tahapan Inkuiri (%)	Waktu Pengerjaan Tahapan Inkuiri
Membaca fenomena	100	0:02:17
Membuat pertanyaan sesuai fenomena	90	0:03:25
Mendiskusikan rumusan masalah	80	0:01:43
Memfokuskan satu rumusan masalah	90	0:00:54
Membuat hipotesis	90	0:01:32
Membuat judul percobaan	90	0:01:06
Memilih bahan	100	0:01:26
Memilih alat	100	0:01:50
Menuliskan variabel percobaan	100	0:03:10
Membuat prosedur percobaan	100	0:03:07
Melakukan praktikum	100	0:03:58
Menuliskan data hasil percobaan	100	0:01:10

Aspek Penilaian	Skor Keterlaksanaan Tahapan Inkuiri (%)	Waktu Pengerjaan Tahapan Inkuiri
Membandingkan data hasil percobaan	100	0:03:26
Menganalisis hasil pengamatan	100	0:12:20
Membuktikan hipotesis	100	0:00:56
Membuat kesimpulan	100	0:01:22
Rata-rata skor (%)	<b>96,3</b>	
Total waktu		<b>0:43:43</b>



**Gambar 1.** Diagram Hasil Penilaian Jawaban Siswa terhadap Tugas-tugas dalam LKS

Keterangan:

- |                                     |                                     |
|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 1. Merumuskan pertanyaan penelitian | 7. Menentukan variabel percobaan    |
| 2. Merumuskan masalah               | 8. Merancang prosedur percobaan     |
| 3. Merumuskan hipotesis             | 9. Menuliskan data hasil pengamatan |
| 4. Menentukan judul percobaan       | 10. Menganalisis data               |
| 5. Memilih bahan                    | 11. Menguji hipotesis               |
| 6. Memilih alat                     | 12. Membuat kesimpulan              |

Berdasarkan **Tabel 2**, diperoleh skor rata-rata sebesar 96,3% dan termasuk ke dalam kategori sangat baik. Hal ini menunjukkan bahwa LKS praktikum yang dikembangkan memiliki keterlaksanaan yang sangat baik berdasarkan hasil observasi keterlaksanaan tahapan inkuiri. Waktu yang paling singkat adalah ketika memfokuskan satu rumusan masalah yaitu 54 detik. Hal ini dikarenakan pada tahapan inkuiri tersebut, siswa hanya diminta untuk memilih satu pertanyaan rumusan masalah dari beberapa pertanyaan rumusan masalah yang telah dibuat sebelumnya. Sedangkan waktu yang paling lama adalah pada tahapan menganalisis data yang mengharuskan siswa menjawab beberapa pertanyaan yang berhubungan dengan hasil pengamatan dengan lama waktu 12 menit 20 detik.

Total waktu yang diperlukan siswa untuk melaksanakan seluruh tahapan inkuiri yang terdapat dalam LKS adalah 43 menit 43 detik. Dilihat dari total waktu tersebut sudah sesuai dengan alokasi waktu dalam kurikulum yakni 90 menit atau 1 jam 30 menit (2 Jam Pelajaran  $\times$  45 menit). Kelebihan waktu selama 46 menit 17 detik dapat digunakan guru untuk melaksanakan kegiatan pembelajaran yang lain seperti meminta siswa untuk mengomunikasikan kesimpulan dari hasil percobaan yang telah dilakukan dalam diskusi kelas, mengklarifikasi rancangan prosedur yang diajukan siswa dan konfirmasi tentang kesimpulan hasil pembelajaran.

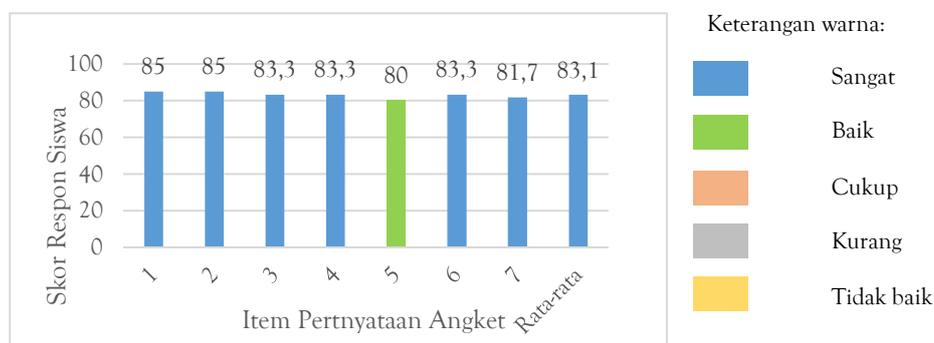
Keterlaksanaan LKS praktikum juga dilihat dari penilaian jawaban siswa terhadap tugas-tugas dalam LKS yang dikembangkan. Berdasarkan Gambar 1, persentase skor jawaban siswa tertinggi terdapat pada tahapan menentukan judul percobaan, memilih bahan, dan menguji hipotesis dengan perolehan skor sebesar 100% dan masuk ke dalam kategori sangat baik. Hal ini menunjukkan bahwa siswa mempunyai kemampuan yang sangat baik dalam mengerjakan tugas-tugas tersebut.

Perolehan skor terendah terdapat pada komponen memilih alat (63,3%), membuat kesimpulan (64%), merancang prosedur percobaan (72%), dan merumuskan hipotesis (73,3%). Hal ini dikarenakan pada tahapan memilih alat, terdapat kelompok siswa tidak menyertakan jumlah masing-masing alat yang telah dipilih sesuai dengan yang telah diperintahkan dalam LKS sehingga mengurangi jumlah skor yang diperoleh masing-masing kelompok tersebut. Pada tahapan membuat kesimpulan, ada beberapa kelompok siswa yang hanya menuliskan jawaban dari rumusan masalah dan tidak mengaitkannya dengan hasil analisis data berdasarkan hasil pengamatan. Pada tahapan merancang prosedur percobaan, siswa sudah terbiasa menggunakan petunjuk praktikum berupa instruksi langsung yang telah menyediakan prosedur percobaan yang harus dilakukan sehingga siswa belum terbiasa dalam merancang prosedur percobaannya sendiri. Hal ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh [13] yang menunjukkan bahwa dalam praktikum berbasis inkuiri, merancang prosedur percobaan merupakan tahapan yang paling sulit dilakukan oleh siswa. Pada komponen merumuskan hipotesis disebabkan karena arahan dalam merumuskan hipotesis kurang menuntun siswa kepada jawaban yang diharapkan atau informasi yang diperlukan oleh siswa kurang memadai untuk membimbing siswa dalam merumuskan hipotesis. Hal ini sesuai dengan masukan yang diberikan oleh salah satu validator yang menyarankan untuk memberikan arahan kepada siswa untuk mencari informasi yang berkaitan dengan "ikatan silang" guna mempermudah siswa dalam merumuskan hipotesis.

Secara keseluruhan, persentase perolehan skor rata-rata penilaian jawaban siswa terhadap tugas-tugas dalam LKS adalah sebesar 85,7% dan masuk ke dalam kategori sangat baik. Hal ini menunjukkan bahwa arahan-arahan dalam LKS praktikum yang dikembangkan mampu membimbing siswa dalam mengerjakan tugas-tugas dalam LKS dengan sangat baik.

### Respon Siswa terhadap LKS Praktikum yang Dikembangkan

Respon terhadap LKS praktikum meliputi aspek ketertarikan siswa dan pemahaman kalimat yang digunakan pada LKS praktikum yang dikembangkan. Kedua aspek tersebut dinilai berdasarkan 7 pernyataan pada angket respon siswa (gambar 2)



**Gambar 2.** Diagram Persentase Respon Siswa terhadap LKS Praktikum yang Dikembangkan  
Keterangan:

1. Ketertarikan membaca LKS praktikum
2. Ketertarikan melakukan praktikum dengan menggunakan LKS praktikum
3. Pemahaman terhadap kalimat pada fenomena

4. Pemahaman terhadap tugas-tugas dalam LKS praktikum
5. Kemudahan mempelajari topik sifat polimer melalui pembuatan *slime*
6. Topik identifikasi sifat polimer melalui pembuatan *slime* menarik untuk dipelajari
7. Topik identifikasi sifat polimer melalui pembuatan *slime* dekat dengan kehidupan sehari-hari

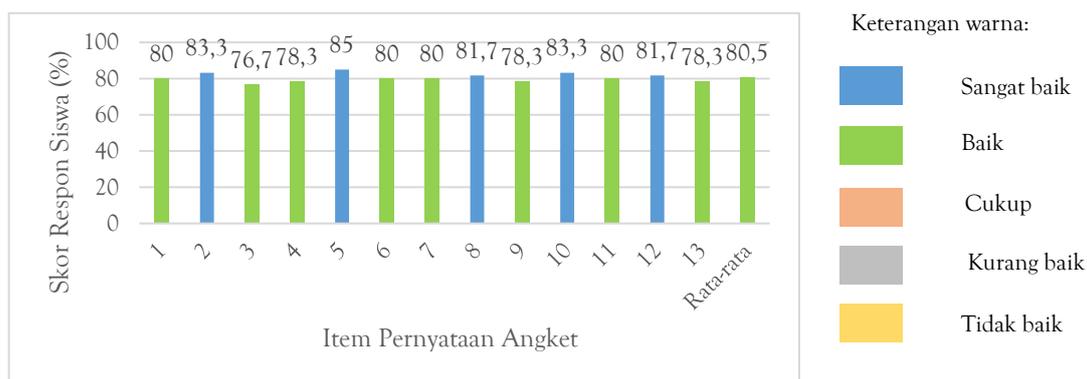
Berdasarkan **Gambar 2**, respon siswa terhadap LKS praktikum yang paling tinggi adalah pada item pernyataan nomor 1 dan 2, yaitu ketertarikan membaca LKS praktikum berbasis inkuiri terbimbing dan ketertarikan melakukan praktikum dengan menggunakan LKS praktikum berbasis inkuiri terbimbing dengan persentase sebesar 85% dan termasuk ke dalam kategori sangat baik. Hal ini menunjukkan bahwa siswa sangat antusias ketika membaca LKS praktikum dan melakukan praktikum berdasarkan rancangan yang telah mereka buat sendiri. Hal ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh [13] yang menyatakan bahwa siswa merasa lebih tertarik dan senang melakukan percobaan berbasis inkuiri yang mengharuskan mereka merancang percobaannya sendiri.

Hal lain yang membuat siswa merasa tertarik dengan percobaan yang dilakukan adalah karena produk yang dihasilkan dari percobaan merupakan produk yang dekat dengan kehidupan sehari-hari siswa yaitu *slime*. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang dilakukan oleh [14] yang menyatakan bahwa pembelajaran kimia yang dekat dengan kehidupan sehari-hari akan lebih meningkatkan motivasi belajar kimia siswa.

Respon siswa terendah diperoleh pada item pernyataan nomor 5 yaitu kemudahan mempelajari topik sifat polimer melalui pembuatan *slime* dengan persentase sebesar 80% dan termasuk ke dalam kategori baik. Hal ini menunjukkan bahwa ada beberapa siswa yang masih merasa kesulitan dalam mempelajari topik sifat polimer melalui pembuatan *slime* menggunakan LKS praktikum yang dikembangkan.

### Respon Siswa terhadap Praktikum Menggunakan LKS Praktikum yang Dikembangkan

Respon siswa terhadap keterlaksanaan praktikum terdiri dari 13 pernyataan yang berkaitan dengan pelaksanaan praktikum menggunakan LKS praktikum berbasis inkuiri terbimbing yang dikembangkan dapat dilihat pada **Gambar 3** di bawah ini.



**Gambar 3.** Diagram Persentase Respon Siswa terhadap Praktikum Menggunakan LKS Praktikum yang Dikembangkan

Keterangan:

1. Fenomena membantu perumusan masalah
2. Merasa senang diberi kesempatan merumuskan masalah
3. Kemudahan membuat hipotesis
4. Merasa senang diberi kesempatan merumuskan hipotesis
5. Kemudahan menentukan alat dan bahan
6. Kemudahan merancang prosedur percobaan
7. Merasa senang diberi kesempatan merancang prosedur percobaan
8. Kemudahan melakukan percobaan
9. Kemudahan mengisi tabel pengamatan
10. Kemudahan membandingkan data pengamatan dengan kelompok lain
11. Kemudahan menganalisis data
12. Kemudahan menyimpulkan percobaan
13. LKS praktikum membantu emanasi topik sifat polimer melalui pembuatan *slime*

Berdasarkan Gambar 3, skor tertinggi terdapat pada item pernyataan nomor 2 dan 10 yaitu merasa senang diberi kesempatan merumuskan masalah dan kemudahan membandingkan data pengamatan dengan kelompok lain dengan persentase skor 83,3% dan masuk dalam kategori sangat baik. Hal ini menunjukkan bahwa siswa merasa sangat senang diberi kesempatan untuk merumuskan masalah dan siswa tidak mengalami kesulitan dalam membandingkan data pengamatan dengan kelompok lain. Hal ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh [15] yang menyatakan bahwa siswa merasa sangat senang ketika merumuskan masalah penelitian dan berdiskusi mengenai hasil percobaan.

Perolehan skor terendah terdapat pada item pernyataan nomor 3 yaitu kemudahan merumuskan hipotesis dengan persentase skor 76,7% dan termasuk ke dalam kategori baik. Hal ini disebabkan karena arahan dalam merumuskan hipotesis yang kurang memberi penekanan kepada informasi yang dibutuhkan siswa dalam merumuskan hipotesis sesuai dengan jawaban yang diharapkan.

## KESIMPULAN

Hasil optimasi prosedur pembuatan *slime* adalah volume PVA 4% dalam air 100 mL, natrium borat 2% 10 mL; 15 mL; dan 20 mL, serta lama waktu pengadukan yang dibutuhkan untuk menghasilkan *slime* selama 1 menit 30 detik. Hasil validasi guru dan dosen terhadap kesesuaian komponen dalam LKS dengan indikator keterampilan inkuiri, kesesuaian konsep, tata bahasa, serta tata letak dan perwajahan termasuk ke dalam kategori sangat baik. Keterlaksanaan praktikum berdasarkan observasi keterlaksanaan tahapan inkuiri dan penilaian jawaban siswa termasuk ke dalam kategori sangat baik. Respon siswa terhadap LKS praktikum termasuk ke dalam kategori sangat baik dan respon siswa terhadap praktikum menggunakan LKS termasuk ke dalam kategori baik.

## REFERENSI

- [1] Peraturan Menteri Pendidikan dan Kebudayaan Republik Indonesia Nomor 22 Tahun 2016 Tentang Standar Proses Pendidikan Dasar dan Menengah
- [2] Djamarah & Zain. (2010). *Strategi Belajar Mengajar*. Jakarta: PT Rineka Cipta.
- [3] Sanjaya, W. 2006. *Strategi Pembelajaran*. Jakarta: Kencana Prenada Media Group.

- [4] Siska, B. M., Kurnia, & Sunarya, S. (2013). Peningkatan keterampilan proses sains siswa SMA melalui pembelajaran praktikum berbasis inkuiri pada materi laju reaksi. *Jurnal Riset dan Praktik Pendidikan Kimia*. 1(1), hlm. 69-75.
- [5] Gormally, C., Brickman., & Peggy. (2011). Lessons learned about implementing an inquiry-based curriculum in a college biology laboratory classroom. *Journal of College Science Teaching*. 40(3), hlm. 45-51.
- [6] Widjajanti, E. (2008). Kualitas Lembar Kerja Siswa. *Pelatihan Penyusunan LKS Mata Pelajaran Kimia Berdasarkan Kurikulum Tingkat Satuan Pendidikan Bagi Guru SMK/MAK*. Yogyakarta 22 Agustus 2008.
- [7] Lilia, L & Widodo, A.T. (2014). Implementasi pembelajaran kontekstual dengan strategi percobaan sederhana berbasis alam lingkungan siswa kelas x. *Jurnal Inovasi Pendidikan Kimia*. 8(2) hlm. 1351-1359.
- [8] Sukamdinata, N. S. (2012). *Metode Penelitian Pendidikan*. Bandung: PT Remaja Rosdakarya.
- [9] Riduwan. (2014). *Dasar-dasar Statistika*. Bandung: Alfabeta.
- [10] Herr, N & Cunningham, J. (1999). *Hands-on Chemistry Activities Alt Real-Life Applications*. West Nyack, NY: Center for Applied Research in Education.
- [11] Lou, Y., Blanchard, P., & Kennedy, E. (2015). Development and validation of a science inquiry skills assessment. *Journal of Geoscience Education*. 63(1), hlm. 73-85.
- [12] National Research Council (NRC). (2012). *A framework for K-12 science education: practices, crosscutting concepts, and core ideas. Committee on a Conceptual Framework for New K-12 Science Education Standards. Board on Science Education Division of Behavioral and Social Sciences and Education*. Washington, DC: National Academic Press.
- [13] Deters, K. M. (2005). Student opinions regarding inquiry-based las. *Journal of Chemical Education*. 82(8), hlm. 1178-1180.
- [14] Magwilang, E. B. (2016). Teaching chemistry in context: in effects of student's motivation, attitudes and achievement in chemistry. *Internasional Journal of Learning, Teaching and Educational Research*. 15(4), hlm. 60-68.
- [15] Hofstein, A., Shore, R., & Kipnis, M. (2004). Providing high school chemistry students with opportunities do develop learning skills in na inquiry-typelaboratory: A Chase Study. *International journal of Science Education*. 26(1), hlm. 47-62.

## PENERAPAN PENDEKATAN *INQUIRY* UNTUK MENINGKATKAN HASIL BELAJAR KIMIA INSTRUMEN SISWA KELAS XI ANALIS KIMIA DI SMK NEGERI 13 BANDUNG

**Otong Nugraha**

SMK Negeri 13 Bandung, Jl. Soekarno-Hatta KM. 10 Bandung

otongnugraha@gmail.com

### ABSTRAK

Pendekatan pembelajaran *inquiry* salah satu pendekatan pembelajaran yang dapat diterapkan oleh guru dalam pembelajaran kimia instrumen untuk memberikan pengalaman belajar yang bermakna bagi siswa karena dapat membangkitkan aktifitas kegiatan belajar mengajar. Aktifitas belajar siswa yang positif merupakan proses bagi siswa dalam mempelajari dan memahami materi. Semakin sering siswa melibatkan secara aktif dalam pembelajaran semakin besar kesempatan bagi siswa untuk mengembangkan kemampuan yang mereka miliki baik dalam aspek akademis maupun non akademis. Metoda penelitian yang digunakan adalah penelitian tindakan kelas. Penelitian ini dilakukan terhadap siswa kelas XI AK 1 SMK Negeri 13 Bandung dengan jumlah siswa 35 orang. Kebenaran hipotesis tindakan dan untuk menjawab pertanyaan penelitian perlu didukung oleh data-data dan informasi akurat yang diperoleh melalui penelitian. Data tersebut diperoleh melalui ulangan harian yang dilaksanakan pada setiap akhir siklus, tugas individu, tugas kelompok, dan lembar observasi. Berdasarkan analisis data hasil penelitian, dapat diketahui bahwa penerapan pendekatan pembelajaran *inquiry* dengan kompetensi menerapkan dan melaksanakan analisis spektrofotometri sinar tampak meningkatkan hasil belajar siswa dan aktifitas siswa selama pembelajaran.

**Kata Kunci :** *inquiry*, pembelajaran, hasil belajar

### PENDAHULUAN

Pembelajaran adalah suatu usaha yang disengaja dan terkendali agar orang lain belajar atau terjadi perubahan yang relatif menetap pada diri orang lain. Usaha ini dilakukan oleh seseorang atau suatu tim yang memiliki kemampuan dan kompetensi dalam merancang dan atau mengembangkan sumber belajar yang diperlukan.

Untuk meningkatkan kualitas hasil belajar, maka selayaknya diperlukan suatu pendekatan pembelajaran yang dapat meningkatkan kualitas pembelajaran dan mengajak siswa untuk lebih aktif dan kreatif dalam belajar. Salah satu pendekatan pembelajaran yang diduga mampu mewujudkan situasi pembelajaran yang kondusif, aktif, efektif, dan menyenangkan adalah pendekatan *inquiry*. Melalui pendekatan *inquiry*, siswa bukan dijadikan sebagai objek pembelajaran tetapi menjadi subjek pembelajaran, yaitu siswa diajak untuk menjadi sumber belajar dan tempat bertanya bagi temannya.

Sasaran utama kegiatan belajar mengajar dengan menggunakan pendekatan *inquiry* ini adalah keterlibatan siswa secara maksimal dalam proses kegiatan belajar mengajar dan mengembangkan sikap percaya pada diri sendiri (*self-belief*) pada diri siswa tentang apa yang ditemukan dalam proses *inquiry*.

Pendekatan *inquiry* dapat dilakukan dengan cara guru membagi tugas untuk membuat pertanyaan yang disertai dengan jawabannya, kemudian guru juga memberi tugas untuk meneliti suatu masalah

ke kelas. Siswa dibagi menjadi beberapa kelompok, dan masing-masing kelompok mendapat tugas tertentu yang harus dikerjakan. Dalam kegiatan ini guru menyediakan petunjuk yang cukup luas kepada siswa dan sebagian perencanaannya dibuat oleh guru. Kemudian mereka mempelajari, meneliti dan membahas tugasnya didalam kelompok. Setelah hasil kerja mereka dalam kelompok didiskusikan, kemudian dibuat laporan yang tersusun dengan baik. Akhirnya hasil laporan kerja kelompok dilaporkan dalam diskusi kelas. Dari diskusi kelas inilah kesimpulan akan dirumuskan sebagai konsep materi yang sedang dibahas.

Motivasi dapat diartikan sebagai kekuatan (energi) seseorang yang dapat menimbulkan tingkat persistensi dan entusiasmenya dalam melaksanakan suatu kegiatan, baik yang bersumber dari dalam diri individu itu sendiri (motivasi intrinsik) maupun dari luar individu (motivasi ekstrinsik).

Motivasi tersebut perlu dimiliki oleh para siswa dan guru untuk memperlancar pembelajaran. Kaitannya dengan pembelajaran, motivasi merupakan faktor yang sangat besar pengaruhnya pada proses belajar siswa tanpa adanya motivasi, maka proses belajar siswa akan sukar berjalan secara lancar. Dalam konsep pembelajaran, motivasi berarti seni mendorong peserta didik untuk terdorong melakukan kegiatan belajar sehingga tujuan pembelajaran tercapai. Motivasi adalah syarat mutlak dalam belajar, hal ini berarti dalam proses pembelajaran.

Dalam proses pembelajaran para guru perlu mendesain motivasi yang tepat terhadap siswa agar para siswa itu belajar atau mengeluarkan potensi belajarnya dengan baik sehingga memperoleh hasil yang maksimal. Hakikat cara belajar siswa aktif menunjukkan kepada keaktifan mental, meskipun untuk maksud ini dalam banyak hal dipersyaratkan keterlibatan langsung dalam berbagai bentuk keaktifan siswa. Jadi cara belajar siswa aktif bukan bermaksud agar siswa melakukan aktifitas siswa dengan kegiatan-kegiatan yang asal-asalan melainkan yang diutamakan kegiatan-kegiatan belajar yang melibatkan mental secara optimal, sekalipun sering melibatkan kegiatan-kegiatan secara fisik.

Belajar sangat erat hubungannya dengan prestasi belajar. Karena prestasi itu sendiri merupakan hasil belajar itu biasanya dinyatakan dengan nilai. Hasil belajar adalah hasil dimana guru melihat bentuk akhir dari pengalaman interaksi pembelajaran yang diperhatikan adalah menempatkan tingkah laku.

Untuk menentukan tercapainya tujuan pendidikan dan pengajaran perlu dilakukan usaha atau tindakan penilaian. Penilaian adalah upaya atau tindakan untuk mengetahui sejauh mana tujuan yang telah ditetapkan itu tercapai atau tidak. Dengan kata lain penilaian berfungsi untuk mengetahui keberhasilan siswa atau hasil belajar siswa. Penilaian hasil belajar adalah proses pemberian nilai terhadap hasil-hasil belajar yang dicapai oleh siswa dengan kriteria tertentu (Sudjana, 2005). Dengan adanya kriteria dalam penilaian dapat memotivasi guru agar dalam pembelajarannya sesuai kriteria dan begitu pula dengan siswanya supaya memiliki semangat belajar yang tinggi.

Sehubungan dengan hal tersebut sistem pembelajaran menekankan kepada pendayagunaan asas keaktifan dalam proses pembelajaran untuk mencapai tujuan yang telah ditentukan. Menurut (Sudjana, 2005) menyatakan bahwa penilaian proses belajar mengajar terutama adalah melihat sejauh mana keaktifan siswa dalam mengikuti proses belajar mengajar, keaktifan siswa dalam mengikuti proses belajar mengajar dapat dilihat dalam hal turut serta dalam melaksanakan tugas belajar, terlibat dalam pemecahan masalah, bertanya pada siswa lain atau kepada guru apabila tidak memahami persoalan yang dihadapinya, berusaha mencari berbagai informasi yang diperlukan untuk pemecahan masalah, melaksanakan diskusi kelompok sesuai dengan petunjuk guru, melatih diri dalam memecahkan soal atau masalah yang sejenis dan kesempatan menggunakan atau menerapkan apa yang telah diperolehnya dalam menyelesaikan tugas atau persoalan yang dihadapinya.

## METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini adalah penelitian tindakan kelas, menurut (Arikunto, 2006) mengemukakan penelitian tindakan kelas merupakan suatu pencerminan terhadap kegiatan belajar berupa sebuah tindakan, yang sengaja dimunculkan dan terjadi dalam sebuah kelas secara bersama. Jadi penelitian tindakan kelas bisa dikatakan suatu tindakan yang disengaja untuk mendapatkan kegiatan belajar mengajar dengan hasil yang maksimal yang berfokus pada kegiatan pembelajaran.

Penelitian tindakan kelas juga harus adanya hubungan atau kerjasama antara peneliti dengan guru baik dalam pembelajaran maupun dalam menghadapi permasalahan yang nyata di kelas. Dalam hal ini (Arikunto, 2006) mengemukakan kerjasama (kolaborasi) antar guru dengan peneliti menjadi hal yang sangat penting. Melalui kerjasama, mereka secara bersama menggali dan mengkaji permasalahan yang dihadapi guru dan/atau siswa di sekolah.

Observer melakukan pengamatan terhadap aktivitas siswa dan pengamatan terhadap penelitian tindakan kelas ketika pembelajaran berlangsung. Observasi ini meliputi kegiatan-kegiatan mengatasi dan memantau setiap aktivitas siswa untuk bahan kajian refleksi. Sehingga dapat diambil suatu keputusan mengenai diteruskan tidaknya penelitian tanpa perubahan, diteruskan dengan interaksi atau diganti dengan tindakan lain.

Penelitian tindakan kelas merupakan penelitian yang bersifat *reflektif* dengan melakukan tindakan yang tepat dan dilaksanakan secara *kolaboratif* (kerjasama) untuk memperbaiki atau meningkatkan hasil belajar kimia instrumen siswa dengan penyajian pembelajaran melalui model pembelajaran yang berbeda.

Penelitian tindakan kelas yang dilakukan terdiri dari 2 siklus. Dalam penelitian tindakan kelas ini menggunakan model spiral yang terdiri dari 4 tahap meliputi perencanaan, pelaksanaan tindakan, observasi, refleksi dan perbaikan rencana dalam setiap siklus.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Aktivitas siswa yang teramati pada pembelajaran siklus I ini dapat dilihat pada tabel 1 bahwa sebagian siswa masih kurang dalam berdiskusi didalam kelompok, masih banyak melakukan aktivitas yang tidak relevan, kurang berani mengemukakan pendapat, sedangkan aktivitas siswa cukup dalam memperhatikan informasi guru, mengkaji dan menyelesaikan tugas kelompok, bertanya antar siswa, dan menghargai pendapat orang lain dalam kelompok.

**Tabel 1. Aktivitas Siswa Pada Pembelajaran Pendekatan *Inquiry* Siklus I**

No	Aktifitas Siswa	Rata-rata skor yang diamati
1.	Memperhatikan informasi/ penjelasan guru	3,05
2.	Mengkaji dan menyelesaikan tugas kelompok	3,10
3.	Berperilaku yang tidak relevan	3,23
4.	Berdiskusi dalam kelompok	2,05
5.	Bertanya antar siswa	3,60
6.	Menghargai pendapat orang lain dalam kelompok	2,30
7.	Keberanian mengemukakan pendapat	2,05
	Jumlah	19,38
	Rata-rata	2,77

Sedangkan hasil observasi pada tindakan siklus II seperti dapat dilihat pada tabel 2 yaitu aktifitas siswa melakukan kegiatan yang tidak relevan mengalami penurunan sedangkan yang lainnya mengalami peningkatan sehingga rata-rata aktifitas siswa yang didapat menjadi 3,08.

**Tabel 2. Aktifitas Siswa Pada Pembelajaran Pendekatan *Inquiry* Siklus II**

No	Aktifitas Siswa	Rata-rata skor yang diamati
1.	Memperhatikan informasi/ penjelasan guru	3,70
2.	Mengkaji dan menyelesaikan tugas kelompok	3,55
3.	Berperilaku yang tidak relevan	2,05
4.	Berdiskusi dalam kelompok	2,80
5.	Bertanya antar siswa	3,65
6.	Menghargai pendapat orang lain dalam kelompok	3,30
7.	Keberanian mengemukakan pendapat	2,55
	Jumlah	21,60
	Rata-rata	3,08

Setiap aktifitas siswa pada tiap siklus diberi skor rata-rata pengamatan dari observer. Skor pengamatan aktifitas siswa pada saat kegiatan pembelajaran dapat dilihat pada tabel 3 di bawah ini, berdasarkan tabel 3 diperoleh bahwa aktifitas siswa mengalami perubahan yang positif dari setiap siklusnya, rata-rata skor pengamatan aktifitas siswa untuk tiap siklus ditunjukkan pada tabel berikut:

**Tabel 3. Aktifitas Siswa Pada Pembelajaran Pendekatan *Inquiry***

No.	Tindakan	Rata-rata
1	Siklus I	2,77
2	Siklus II	3,08

Analisis untuk keseluruhan tindakan dilakukan terhadap seluruh pembelajaran dengan menerapkan pendekatan *inquiry* dapat dilihat pada tabel 4 di bawah ini, dapat dilihat pada tabel 4 yaitu pada siklus I siswa mengalami kesulitan dalam mengerjakan tugas, karena mungkin mereka belum terbiasa mengerjakan tugas dengan berkelompok. Pada pembelajaran siklus I ini, siswa mengkaji atau mempelajari materi, mengerjakan tugas kelompok dan tugas individu. Nilai tugas kelompok dan tugas individu telah tuntas, tetapi dari hasil ulangan harian dapat dilihat masih banyak siswa mengalami kesulitan dalam mengerjakan soal-soal yang diberikan.

Pada siklus II, siswa mulai memahami pengerjaan dalam tugas kelompok dan tugas individu. Siswa telah mampu mengerjakan tugas yang diberikan sehingga nilai rata-rata tugas kelompok dan tugas

individu siswa pada siklus II mengalami peningkatan dibanding dengan siklus I. Meskipun demikian untuk nilai rata-rata evaluasi/ulangan harian siswa mengalami peningkatan dan mencapai KKM. Dari hasil ulangan harian dapat dilihat bahwa siswa telah mampu dalam mengerjakan soal-soal atau permasalahan yang diberikan.

**Tabel 4.** Analisis Seluruh Tindakan Pembelajaran Dengan Pendekatan *Inquiry*

No	Tindakan	Rata-Rata	Kegiatan
1	Siklus I	2,77	Aktifitas Belajar Siswa
2	Siklus II	3,08	
1	Siklus I	70,65	Tugas Kelompok
2	Siklus II	80,16	
1	Siklus I	77,23	Tugas Individu
2	Siklus II	90,58	
1	Siklus I	73,39	Ulangan Harian
2	Siklus II	75,52	
1	Siklus I	74,00	Hasil Belajar siswa
2	Siklus II	81,00	

## KESIMPULAN

Penerapan pendekatan *inquiry* dapat meningkatkan aktifitas belajar siswa. Aktifitas belajar siswa yang tinggi menjadi faktor pendukung keberhasilan belajar siswa. Secara keseluruhan aktifitas belajar siswa dan nilai rata-rata hasil belajar siswa mengalami peningkatan.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan banyak terima kasih pada semua pihak, terutama Drs. Ajen Zaenal Hayat, M.Pd yang berkenan membantu sebagai observer, Kepala Sekolah dan rekan guru di SMK Negeri 13 Bandung yang telah banyak membantu dalam penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Arikunto, Suharsimi. (2006). *Prosedur Penelitian Suatu Pendekatan Praktik*. Jakarta : Rineka Cipta.
- Arikunto, Suharsimi, dkk. (2006). *Penelitian Tindakan Kelas*. Jakarta : Bumi Aksara.
- Echols, John M. dan Hasan Shadily. (2003). *Kamus Inggris-Indonesia*. Jakarta: PT. Gramedia.
- Gulo, W. (2005). *Strategi Belajar Mengajar*. Jakarta: PT. Grasindo.
- Ibrahim, Muslim. (2000). *Pembelajaran Kooperatif*. Surabaya : University Press.
- Karli, Hilda dan Margaretha, S.Y. (2002). *Implementasi Kurikulum Berbasis Kompetensi*. Bandung : Bina Media Informasi.
- Kurikulum Sekolah Menengah Kejuruan Negeri 13 Bandung, 2013.
- Slameto. (2003). *Belajar dan Faktor-faktor yang Mempengaruhinya*. Jakarta: Rineka Cipta.
- Sudjana, N. (2005). *Penilaian Hasil Proses Belajar Mengajar*. Bandung : Remaja Rosda Karya.
- Sutrisno, Joko. (2008). *Pengaruh Metode Pembelajaran Inquiry Dalam Belajar Sains Terhadap Motivasi Belajar Siswa*, Jakarta, Erlangga.
- Wardani, I. G. A. K.dkk. (2006). *Penelitian Tindakan Kelas*. Jakarta : Universitas Terbuka.
- Yohan, (2000), Diktat Analisis Fotometri (tidak diterbitkan).

## EFEKTIVITAS *PROBLEM SOLVING* UNTUK MENINGKATKAN MOTIVASI BELAJAR DAN PENGUASAAN KONSEP SISWA PADA MATERI STOIKIOMETRI

**Emmawaty Sofya**

FKIP Universitas Lampung, Jl. Prof. Dr. Soemantri Brojonegoro No.1  
email: emmawatysofya@gmail.com, Telp: +081278539926

### ABSTRAK

Penelitian ini bertujuan untuk mendeskripsikan keefektifan pembelajaran *problem solving* dalam meningkatkan motivasi belajar dan penguasaan konsep siswa pada materi stokiometri. Penelitian ini telah dilakukan di MAN 1 Pringsewu Tahun Ajaran 2017/2018 menggunakan metode kuasi eksperimen dengan *Non Equivalent (Pretest-posttest) control group design*. Sampel diperoleh melalui teknik purposive sampling dari 4 kelas populasi dan diperoleh sampel yaitu kelas X.MIA 2 sebagai kelas eksperimen dan X MIA 4 sebagai kelas kontrol. Keefektifan dibuktikan dari motivasi belajar dan penguasaan konsep siswa. Motivasi belajar siswa diukur menggunakan angket motivasi belajar ARCS (*Attention, Relevance, Confidence, and Satisfaction*) dengan 27 butir pernyataan yang terdiri dari 15 pernyataan positif (*favorable*) dan 12 pernyataan negatif (*unfavorable*). Peningkatan penguasaan konsep siswa diukur dengan menganalisis nilai n-Gain. Untuk menentukan apakah pembelajaran *problem solving* benar efektif dalam meningkatkan motivasi belajar dan penguasaan konsep siswa pada materi stokiometri maka didukung oleh aktivitas siswa selama pembelajaran dan kemampuan guru mengelola pembelajaran. Hasil penelitian diperoleh bahwa motivasi belajar siswa tinggi, penguasaan konsep siswa tinggi. Simpulan penelitian ini yaitu model pembelajaran *problem solving* efektif dalam peningkatan motivasi belajar dan penguasaan konsep siswa pada materi Stikiometri.

**Kata Kunci:** motivasi belajar, penguasaan konsep, *problem solving*.

### PENDAHULUAN

Mata pelajaran kimia di SMA/MA mempelajari segala sesuatu tentang zat yang meliputi komposisi, struktur dan sifat, perubahan, dinamika dan energetika zat yang melibatkan keterampilan dan penalaran. Para kimiawan mempelajari gejala alam melalui proses dan sikap ilmiah tertentu. Proses itu misalnya eksperimen, sedangkan sikap ilmiah misalnya objektif dan jujur pada saat mengumpulkan dan menganalisis data. Menggunakan proses dan sikap ilmiah itu kimiawan memperoleh penemuan-penemuan yang dapat berupa fakta, teori, hukum, dan prinsip. Penemuan ini yang disebut produk kimia. Dengan demikian, pembelajaran kimia dan penilaian hasil belajar kimia harus memperhatikan karakteristik ilmu kimia sebagai sikap, proses dan produk <sup>[1]</sup>

Pada kenyataannya pembelajaran kimia di sekolah cenderung hanya menghadirkan konsep, hukum, dan teori saja tanpa menyuguhkan bagaimana proses ditemukannya konsep, hukum dan teori tersebut. Akibatnya, siswa cenderung kurang termotivasi untuk belajar ilmu kimia, dan berpengaruh terhadap penguasaan konsep siswa <sup>[2]</sup>.

Berdasarkan hasil observasi yang telah dilakukan di MAN 1 Pringsewu, diperoleh data bahwa guru saat kegiatan belajar mengajar masih menggunakan model pembelajaran konvensional. Model

pembelajaran seperti ini akan membuat siswa cenderung pasif, hanya mendengar, siswa hanya bertindak sesuai dengan apa yang diinstruksikan oleh guru, tanpa berusaha sendiri memikirkan apa yang sebaiknya dilakukan untuk mencapai kompetensi yang diharapkan. Model pembelajaran konvensional, siswa tidak dapat memecahkan masalah yang siswa temui dalam kehidupan sehari-hari yang berkaitan dengan larutan elektrolit dan non elektrolit, kemudian siswa tidak dapat mencari data untuk memecahkan suatu masalah yang siswa hadapi, sehingga siswa tidak dapat menentukan jawaban sementara dari masalah yang dihadapi serta tidak dapat menguji kebenaran dari jawaban sementara, dan siswa tidak dapat menarik kesimpulan dari masalah yang siswa hadapi.

Kegiatan pembelajaran seperti itu tidak sesuai dengan karakteristik ilmu kimia dan standar kompetensi lulusan kurikulum 2013 revisi yang dikembangkan dengan penyempurnaan pola pikir siswa yaitu (1) pola pembelajaran yang semula berpusat pada guru disempurnakan menjadi pembelajaran berpusat pada siswa (2) pola pembelajaran yang semula siswa pasif menjadi pembelajaran siswa aktif, kritis, dan kreatif [3]. Perlu upaya untuk mengatasi masalah tersebut, salah satunya dengan cara memperbaiki proses pembelajaran agar siswa aktif dalam pembelajaran dan termotivasi untuk belajar dengan menerapkan model pembelajaran yang menekankan pada model pemecahan masalah yang membangun siswa untuk aktif dalam pembelajaran.

Berdasarkan penjelasan di atas maka perlu dicari model pembelajaran yang tepat untuk membuat siswa lebih aktif serta termotivasi untuk belajar, sehingga nilai kimia siswa lebih baik. Hasil penelitian Lidiawati menyimpulkan bahwa pembelajaran dengan menggunakan pembelajaran problem solving memberikan kesempatan siswa untuk meningkatkan kemampuan mengkomunikasikan dan penguasaan konsep materi koloid[4]. Selain itu hasil penelitian Husin menyimpulkan bahwa model pembelajaran problem solving efektif dalam meningkatkan kemampuan berpikir evaluatif siswa pada materi asam-basa[5]. Hasil penelitian Neny menyimpulkan bahwa model pembelajaran problem solving efektif untuk meningkatkan keterampilan mengklasifikasikan pada materi asam basa [6].

Model pembelajaran problem solving adalah cara penyajian bahan pelajaran dengan menjadikan masalah sebagai titik tolak pembahasan untuk dianalisis dalam usaha mencari pemecahan/jawaban oleh siswa[7]. Dengan model pembelajaran problem solving, siswa dapat memecahkan masalah yang dihadapi, siswa dapat mencari data yang dapat digunakan untuk memecahkan masalah, siswa dapat menentukan jawaban sementara dan menguji kebenaran jawaban sementara, siswa dapat menarik kesimpulan dari suatu masalah yang dihadapi. Siswa dapat mencapai kompetensi yang diharapkan dan dapat meningkatkan motivasi siswa untuk belajar serta penguasaan konsep larutan elektrolit dan non elektrolit. Upaya untuk meningkatkan motivasi belajar dan penguasaan konsep siswa diharapkan model pembelajaran problem solving dapat menyelesaikan masalah tersebut. Berdasarkan uraian tersebut, maka dilakukan penelitian yang berjudul "Efektivitas Model Pembelajaran Problem Solving dalam Meningkatkan Motivasi Belajar dan Penguasaan Konsep Siswa pada Materi Stoikiometri".

## **BAHAN DAN METODE**

Penelitian ini dilakukan di MAN 1 Pringsewu menggunakan *one group pretest-posttest design*<sup>[8]</sup>. Teknik Pengambilan sampel yang digunakan yaitu *purposive sampling* sehingga diperoleh sampel kelas X.MIA 2 sebagai kelas eksperimen yang berjumlah 34 siswa dan kelas X MIA 4 sebagai kelas kontrol yang berjumlah 34 siswa.

## Perangkat pembelajaran dan instrumen penelitian

Perangkat pembelajaran yang digunakan meliputi silabus, Rencana Pelaksanaan Pembelajaran (RPP), dan Lembar Kerja Siswa (LKS). Adapun instrumen yang digunakan meliputi angket motivasi belajar, soal tes penguasaan konsep, lembar pengamatan aktivitas siswa, dan lembar observasi kemampuan guru mengelola pembelajaran.

### Analisis Data

Analisis data yang dilakukan meliputi data keefektifan. Validitas dan reliabilitas instrumen angket maupun tes diujikan kepada siswa kelas XI IPA1 yang berjumlah 20 orang, dengan  $r_{table} = 0,4409$ . Validitas angket motivasi belajar pada penelitian ini menggunakan uji ahli (*judgement*). Validitas instrumen tes ditentukan dari perbandingan nilai  $r_{hitung}$  dengan  $r_{tabel}$ , dan dikatakan valid jika hasil menunjukkan  $r_{hitung} > r_{tabel}$ . Nilai  $r_{tabel}$  didapatkan dari tabel nilai kritik sebaran  $r$ , dan signifikansi = 5%. Reliabilitas instrumen angket dan tes ditentukan dengan rumus *Alpha Cronbach* yang membandingkan  $r_{11}$  dengan  $r_{tabel}$ , dan dikatakan reliabel jika  $r_{11} > r_{tabel}$ .

Persentase jawaban angket respon siswa dihitung dengan rumus  $\% X_{in} = (\Sigma S / S_{max}) \times 100\%$  dengan  $\% X_{in}$  merupakan persentase jawaban;  $\Sigma S$  adalah jumlah skor;  $S_{max}$  adalah skor maksimum[9].

Motivasi belajar siswa diukur menggunakan angket motivasi belajar ARCS (Attention, Relevance, Confidence, and Satisfaction) dengan 27 butir pernyataan yang terdiri dari 15 pernyataan positif (favorable) dan 12 pernyataan negatif (unfavorable). Setiap pilihan memiliki skor yang berbeda seperti yang terdapat pada Tabel 1[10]. Selanjutnya pengubahan data ordinal menjadi data interval dengan MSI (Method Successive Interval) untuk mendapat data yang memenuhi persyaratan uji statistika. Kategori nilai motivasi.

**Tabel 1. Skoring Model ARCS**

Kriteria	Skor Pernyataan	
	Positif	Negatif
Setuju	3	1
Kurang Setuju	2	2
Tidak Setuju	1	3

Belajar siswa dikemukakan oleh Arikunto (2006) yaitu: rendah jika  $x \leq 55$ ; sedang jika  $56 \leq x \leq 75$ ; dan tinggi jika  $x \geq 76$ . Peningkatan penguasaan konsep siswa diukur dengan menganalisis nilai *n-Gain*. Analisa nilai *n-Gain* menggunakan rumus berikut: [11].

$$n - Gain = \frac{\%Postes - \%Pretes}{100 - \%Pretes}$$

*n-Gain* memiliki kriteria rendah jika  $n - Gain \leq 0,3$ ; sedang jika  $0,3 < n - Gain \leq 0,7$ ; dan tinggi *n-Gain*  $> 0,7$ . Keefektifan pembelajaran ditentukan dari kemampuan guru mengelola pembelajaran, aktivitas, peningkatan motivasi belajar dan penguasaan konsep siswa. Persentase kemampuan guru dihitung dengan rumus seperti pada keterlaksanaan RPP. Persentase aktivitas siswa setiap pertemuan dihitung dengan rumus: [12]

$$\%Pa = (\Sigma Fa / Fb) \times 100\%$$

dengan Pa adalah persentase aktivitas siswa; Fa adalah frekuensi rata-rata aktivitas siswa yang muncul; Fb adalah frekuensi rata-rata aktivitas siswa yang diamati. Menafsirkan hasil perhitungan pada penelitian ini dengan tafsiran harga persentase yang dikemukakan Ratumanan <sup>[13]</sup> yaitu: sangat rendah jika 0,0 % - 20 %; rendah jika 20,1% - 40,0 %; sedang jika 40,1 % - 60,0 %; tinggi jika 60,1 % - 80,0 %; sangat tinggi jika 80,1 % - 100,0 %.

## DISKUSI

### Validitas dan Reliabilitas Instrumen

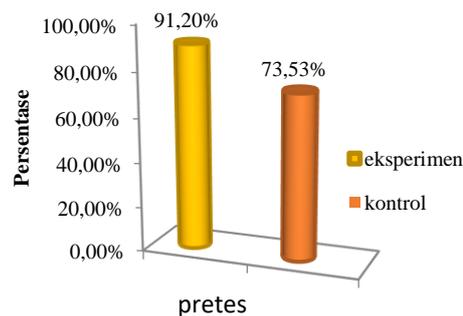
Instrumen angket telah divalidasi secara teoritis oleh validator yaitu ahli psikologi Unit Pelayanan Konseling Terpadu FKIP Universitas Lampung.

Validator menyatakan bahwa angket tersebut layak digunakan. Hasil perhitungan validitas instrumen tes dengan taraf signifikansi 5% menunjukkan bahwa instrumen tes dikatakan valid, kriteria sangat tinggi. Hasil perhitungan reliabilitas menggunakan program *Iteman 4.3* diperoleh nilai  $\sqrt{\alpha} > r_{\text{tabel}}$ , instrumen tes dinyatakan reliabel dan dapat digunakan untuk tes penguasaan konsep siswa.

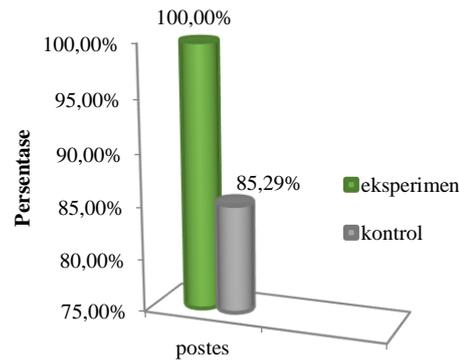
### Kefektifan Pembelajaran *Problem Solving*

Kefektifan model *problem solving* ditentukan dari motivasi belajar siswa, penguasaan konsep, aktivitas siswa selama pembelajaran berlangsung, dan kemampuan guru dalam mengelola pembelajaran.

Hasil perhitungan angket motivasi belajar ARCS dilakukan dengan penskoran setiap pernyataan angket motivasi belajar siswa yang tercantum pada Gambar 1. Pada Gambar 1 memberikan informasi bahwa rata-rata pretes kelas eksperimen 91,20% memiliki kriteria rendah, sedangkan kelas kontrol sebesar 73,53% memiliki kriteria rendah. Hal ini kemungkinan disebabkan oleh kurangnya motivasi siswa untuk belajar kimia. Kemungkinan lain yang menyebabkan rerata skor angket awal memiliki kriteria rendah karena sebelumnya masih menggunakan pembelajaran konvensional, sehingga siswa cenderung hanya mendengarkan perintah guru dan tidak terlibat aktif dalam pembelajaran.



**Gambar 1.** Persentase pretes angket motivasi belajar kelas eksperimen dan kelas kontrol



**Gambar 2.** Persentase postes angket motivasi belajar kelas eksperimen dan kelas kontrol

Rata-rata postes pada kelas eksperimen sebesar 100% yang memiliki kriteria tinggi, sedangkan pada kelas kontrol sebesar 85,29% yang memiliki kriteria sedang. Rata-rata n-Gain motivasi belajar siswa pada kelas eksperimen tergolong dalam kriteria tinggi dengan nilai sebesar 0,72. Rata-rata n-Gain motivasi belajar siswa pada kelas kontrol tergolong dalam kriteria rendah dengan nilai sebesar 0,27. Artinya dengan problem solving, n-Gain motivasi belajar siswa mengalami peningkatan. Hal ini dikarenakan pada kegiatan stimulasi, siswa diberikan dorongan motivasi ekstrinsik, misalnya diberikan masalah kehidupan sehari-hari misalnya tanya jawab dengan guru tentang mengapa air mempunyai rumus molekul  $H_2O$  bukan  $H_2O_2$ . Kegiatan memecahkan masalah ini siswa akan membangun pengetahuan awal dan meningkatkan motivasi belajar siswa untuk mengeksplorasi materi. Hal tersebut sanada dengan Widiadnyana yang menyatakan pada kegiatan memecahkan masalah siswa diberikan pertanyaan yang relevan dengan kehidupan sehari-hari, yang dapat merangsang untuk berpikir serta dapat mendorong eksplorasi [15].

Pada tahap kegiatan mencari data siswa lebih bersemangat mengikuti pembelajaran ditandai dengan data aktivitas siswa yang tinggi. Motivasi instrinsik siswa yang kuat terhadap mata pelajaran kimia harus dimiliki siswa supaya kegiatan pembelajaran akan lebih mudah diterapkan.

Woolfolk dalam Syarif, 2012 menyatakan bahwa proses pembelajaran harus mampu menciptakan motivasi intrinsik siswa karena motivasi itulah yang mampu memberi dorongan terbesar bagi pengembangan potensi siswa menjadi kemampuan[16].

Rata-rata n-Gain penguasaan konsep siswa pada kelas eksperimen tergolong dalam kriteria tinggi dengan nilai sebesar 0,72. Rata-rata n-Gain penguasaan konsep siswa pada kelas kontrol dalam kriteria sedang dengan nilai sebesar 0,38. Artinya melalui problem solving, n-Gain penguasaan konsep siswa mengalami peningkatan. Pembelajaran problem solving dapat meningkatkan penguasaan konsep siswa karena siswa didorong untuk aktif belajar dengan konsep yang dimiliki dan menghubungkan pengalaman siswa untuk menyelesaikan suatu permasalahan[17].

Data hasil penelitian aktivitas siswa penelitian ini memiliki kategori tinggi, artinya keterlibatan siswa dalam aktivitas selama pembelajaran akan berdampak positif pada pencapaian penguasaan konsep yang sedang dipelajari [18].

Aktivitas siswa selama pembelajaran berlangsung diukur dengan menggunakan lembar observasi yang diamati oleh observer, yang terdiri dari 9 (sembilan) aspek pengamatan. Sebagaimana tercantum pada Tabel 2 terlihat bahwa pada tahap melibatkan diri dalam menyimpulkan hasil diskusi atau menilai proses pembelajaran yang telah berlangsung dan tahap melakukan pembuktian hipotesis diperoleh persentase frekuensi terbesar yaitu 16,17% total frekuensi waktu. Persentase rata-rata aktivitas siswa yang relevan meningkat pada pertemuan kedua dan pertemuan ketiga dilihat dari 82,26% total waktu pembelajaran digunakan untuk aktivitas siswa yang relevan. Aktivitas siswa yang tidak relevan selama proses pembelajaran menggunakan model problem solving mengalami penurunan di pertemuan kedua dan pertemuan ketiga dilihat dari 17,74% total frekuensi waktu waktu pembelajaran digunakan untuk kegiatan yang tidak relevan.

**Tabel 2.** Data Aktivitas Siswa Selama Pembelajaran Berlangsung

No	Aspek Yang Diamati	Frekuensi Aktivitas Siswa (%)			
		1	2	3	Rata-rata
1	Memperhatikan dan mendengarkan penjelasan guru/ teman	2,52	1,37	1,41	1,41
2	Mengidentifikasi masalah	5,04	5,06	5,14	5,08
3	Mencari Informasi	5,04	5,16	5,44	5,21
4	Melibatkan diri dalam mengerjakan LKS/berdiskusi dengan kelompok	3,36	5,80	5,94	5,03
5	Bertanya jawab kepada guru/teman	6,30	7,48	8,46	7,41
6	Mengajukan Hipotesis	10,92	11,91	11,98	11,60
7	Berkomentar atau menanggapi presentasi kelompok lain	13,45	14,12	14,20	13,92
8	Melakukan Pembuktian hipotesis yang telah dirumuskan sebelumnya	15,55	16,33	16,41	16,09
9	Melibatkan diri dalam menyimpulkan hasil diskusi atau menilai proses pembelajaran yang telah berlangsung	15,55	16,12	16,72	16,17
Persentase frekuensi aktivitas siswa yang relevan		77,73	83,35	85,7	82,26
<b>Kriteria</b>		<b>Sangat Tinggi</b>	<b>Sangat Tinggi</b>	<b>Sangat Tinggi</b>	<b>Sangat Tinggi</b>
Persentase frekuensi aktivitas siswa yang tidak relevan		22,27	16,65	14,30	17,74
<b>Kriteria</b>		<b>Rendah</b>	<b>Sangat Rendah</b>	<b>Sangat Rendah</b>	<b>Sangat Rendah</b>

Persentase terbesar pada kemampuan guru dalam mengelola pembelajaran terdapat pada tahap pembuktian hipotesis yaitu sebesar 79,17%, hal ini terjadi karena pada tahap tersebut guru sudah mampu membimbing siswa melakukan praktikum supaya siswa dapat mengumpulkan data dan membimbing siswa untuk menyelesaikan soal latihan. Pada tahap pembuktian ini, siswa diberikan kesempatan untuk melakukan dengan membaca buku teks dan eksperimen. Hal tersebut senada dengan hasil kajian Mukhlisoh & Siti Aisyah yang menyatakan bahwa pada tahap pembuktian hipotesis pada pembelajaran *problem solving* mengembangkan rasa ingin tahu siswa yaitu salah satunya ketika siswa melakukan eksperimen, rasa ingin tahu muncul karena motivasi siswa untuk

menemukan jawaban dan terjadi interaksi yang kuat antara siswa dengan objek pada kegiatan eksperimen dapat mendorong perhatian siswa untuk lebih memahami objek <sup>[19]</sup>.

**Tabel 3.** Data hasil observasi kemampuan guru mengelola pembelajaran

Aspek pengamatan	Frekuensi Ketercapaian (%)			Rata-rata
	1	2	3	
<b>Penilaian terhadap Guru</b>				
Pengelolaan waktu				
Penguasaan materi				
Penampilan guru	<b>77,50</b>	<b>80,00</b>	<b>82,50</b>	<b>80,00</b>
Penggunaan bahasa				
Respon terbuka terhadap siswa				
<b>Pendahuluan</b>	<b>62,50</b>	<b>78,13</b>	<b>81,25</b>	<b>73,96</b>
<b>Sintak</b>				
Fase I: Permasalahan	66,67	79,17	87,50	78,00
Fase II: Mencari data	50,00	62,50	75,00	77,78
Fase III :Menyusun Hipotesis	50,00	75,00	87,50	70,83
Fase IV : Menguji Kebenaran Hipotesis	68,75	78,13	90,63	79,17
Fase V: Menarik Kesimpulan	70,00	77,50	80,00	75,83
<b>Penutup</b>	68,75	<b>75,00</b>	81,25	75,00
Rata-rata	64,27	75,67	<b>83,20</b>	<b>74,38</b>
<b>Kategori</b>	<b>Tinggi</b>	<b>Tinggi</b>	<b>Sangat Tinggi</b>	<b>Tinggi</b>

**Tabel 4.** Data Normalitas *n-Gain* Instrumen Angket dan Tes

<b>Data</b>	<b>Nilai Sig</b>	<b>Ket</b>
	<i>n-Gain</i>	
Motivasi Belajar Siswa	0,792	Normal
Penguasaan	0,460	Normal
Konsep Siswa		

Berdasarkan hasil uji efektivitas menunjukkan bahwa pembelajaran menggunakan model *problem solving* yang telah dilakukan efektif dalam meningkatkan motivasi belajar dan penguasaan konsep siswa. Hal tersebut didukung oleh hasil penelitian Sihaloho, Rudibyani, dan Efkar, yang menyatakan bahwa penerapan model *problem solving* dapat meningkatkan penguasaan konsep siswa pada materi elektrolit dan non elektrolit serta hasil penelitian Fitri yang menyatakan bahwa model *problem solving* dapat meningkatkan motivasi belajar dan hasil belajar siswa <sup>[19,20]</sup>.

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pembahasan, maka diperoleh simpulan bahwa model pembelajaran *problem solving* efektif dalam meningkatkan motivasi belajar dan penguasaan konsep siswa pada

materi stoikiometri. Didukung dengan rata-rata presentase frekuensi aktivitas siswa selama pembelajaran dan kemampuan guru dalam mengelola pembelajaran yang berkategori "sangat tinggi", serta peningkatan nilai pretes-postes (*n-Gain*) pada kelas eksperimen memenuhi kriteria "tinggi".

### UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur hanyalah untuk Allah, Rabb semesta alam, yang senantiasa memberikan rahmat dan ridho-Nya sehingga artikel ini dapat diselesaikan. Pada kesempatan ini ucapan terima kasih disampaikan kepada:

1. Ketua LP3M Unila atas perhatiannya sehingga artikel ini dapat diselesaikan.
2. Bapak Prof. Patuan Raja, P.hD. sebagai Dekan FKIP Unila;

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Tim Penyusun. 2005. *Bunga Rampai Keberhasilan Guru dalam Pembelajaran Tahun 2004*. Jakarta: Departemen Pendidikan Nasional.
- [2] Wiwik W., Subandi dan Fauziatul F. 2015. Pengaruh *Problem Solving* Berkelompok Terhadap Motivasi Belajar Kemampuan Berfikir Kritis dan Hasil Belajar Siswa. *Jurnal Ilmu Pendidikan*. Jilid 21. (1). 106-114.
- [3] Tim penyusun, 2006. *Panduan Penyusunan Kurikulum Tingkat Satuan Pendidikan Jenjang Pendidikan Dasar dan Menengah*. BNSP. Jakarta.
- [4] Lidiawati. 2011. Efektivitas Penerapan Metode *Problem Solving* Dalam Meningkatkan Keterampilan Mengkomunikasikan dan Penguasaan Konsep Koloid (skripsi). FKIP Unila. Bandar Lampung.
- [5] Husin, A. U. 2014. Efektivitas model pembelajaran *problem solving* efektif dalam Meningkatkan kemampuan berpikir evaluative siswa pada materi asam-basa. (skripsi). Universitas Lampung. Bandar Lampung
- [6] Hijayatun, S dan Widodo, AT. 2013. Penerapan Metode *Problem Solving* untuk Meningkatkan Aktivitas dan Hasil Belajar Kimia SMA. *Journal of Chemistry Education*. 2 (2): 165-171
- [7] Mbulu, J. 2001. *Pengajaran Individual Pendekatan Metode dan Media Pedoman Mengajar Bagi Guru dan Calon Guru*. Malang: Yayasan Elang Emas.
- [8] Fraenkel, J. R., Wallen, N. E., dan H. H. Hyun. 2012. *How to design and evaluate research in education 8th edition*. McGraw-Hill, A Business Unit Of The McGraw-Hill Companies, Inc., 1221 Avenue of The Americas, New York, NY 10020.
- [9] Sudjana. 2005. *Metoda Statistika*. Bandung: Tarsito.
- [10] Reliyana, R., Rudibyani, R. B., dan Efkar, T. 2014. Efektifitas Pembelajaran *Inkuir Terbimbing* Dalam Meningkatkan Motivasi Belajar dan Penguasaan Konsep Siswa. *Jurnal Pendidikan dan Pembelajaran Kimia*. 3 (2): 1-14.
- [11] Hake, R. R. 2002. Relationship of individual Student Normalized Learning Gains in Mathematics with Gender, High School, Physics, and Pre Test Scores in Mathematics and Spatial Visualization. *Physics Education Research Conference*. Tersedia pada <http://www.physics.indiana.edu/~hake/PERC2002h-Hake.pdf> .diakses pada tanggal 21 November 2017.
- [12] Sunyono. 2014. *Model Pembelajaran Berbasis Multipel Representasi dalam Membangun Model Mental dan Penguasaan Konsep Kimia Dasar Mahasiswa*. (Disertasi). Pascasarjana Universitas Negeri Surabaya.

- [13] Sunyono. 2013. *Buku Model Pembelajaran Berbasis Multipel Representasi (Model SiMaYang)*. Aura. Bandar Lampung.
- [14] Dincer, S. 2015. Effect of Computer Assisted Learning on Students' Achievement in Turkey: a Meta-Analysis. *Journal of Turkish Science Education* , 12 (1): 99-188

## IMPLEMENTASI DESAIN DIDAKTIS PADA PEMBELAJARAN TATA NAMA SENYAWA ANORGANIK DAN ORGANIK SEDERHANA

**Bayu Saputra<sup>a</sup>, Ryzal Perdana<sup>b</sup>**

<sup>a</sup>*Universitas Lampung, Jl. Prof. Dr. Sumantri Brojonegoro No. 1 Bandar Lampung, Rajabasa Bandar Lampung, Lampung*

<sup>b</sup>*Universitas Sebelas Maret, Jalan Ir. Sutami 36 Ketingan, Jebres, Surakarta, Jawa Tengah  
e-mail: bayudesmonn@gmail.com*

### ABSTRAK

Tujuan penelitian ini adalah membuat desain didaktis untuk meminimalisir hambatan belajar siswa, memperoleh self reflection guru. Metode penelitian ini adalah kualitatif deskriptif dengan subjek penelitian adalah 30 siswa kelas XI, 30 siswa kelas X dan guru. Hasil temuan menunjukkan hambatan belajar yaitu siswa pada saat menuliskan tata nama senyawa biner ionik, biner kovalen, asam, basa, poliatomik, dan senyawa yang melibatkan unsur transisi. Desain didaktis, berupa chapter design dan lesson design dilengkapi dengan prediksi respon siswa dan antisipasi guru. Setelah implementasi desain didaktis, hambatan belajar yang teridentifikasi sudah berkurang, kecuali penulisan nama senyawa poliatomik. Berdasarkan aspek-aspek tersebut diperoleh suatu desain didaktis revisi pada tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana dari hasil temuan penelitian.

**Kata kunci:** Desain didaktis, hambatan belajar, tata nama senyawa organik & anorganik

### PENDAHULUAN

Permendikbud No. 65 Tahun 2013 menyatakan bahwa proses pembelajaran pada satuan pendidikan diselenggarakan secara interaktif, inspiratif, menyenangkan, menantang, memotivasi siswa untuk berpartisipasi aktif, serta memberikan ruang yang cukup bagi prakarsa, kreativitas, dan kemandirian sesuai dengan bakat, minat, dan perkembangan fisik serta psikologis siswa (Kemendikbud, 2013).

Fakta di lapangan dari publikasi hasil survei internasional terbaru melalui PISA (*Programme for International Student Assessment*) dan TIMSS (*Trends in International Mathematics and Science Study*) menempatkan Indonesia dalam posisi paling bawah diantara negara-negara lainnya (Litbang Kemendikbud, 2014). Hasil observasi yang dilakukan oleh peneliti pada salah satu SMA menunjukkan bahwa pembelajaran di lapangan belum mengarah pada pengembangan pembelajaran kontekstual, keterampilan sikap dan *skill*. Guru cenderung ceramah, siswa mendengar saja, meskipun ada beberapa siswa terlihat aktif berdiskusi, belum tentu membicarakan soal pelajaran yang sedang berlangsung. Selain itu, apabila siswa bertanya, guru kurang memberikan kesempatan siswa lain untuk menjawab, dalam hal ini belum terlihat kelompok belajar yang mengarah siswa untuk berdiskusi dengan teman sejawat. Secara keseluruhan siswa pada kelas X terlihat siap menerima pelajaran kimia, namun guru kurang mengoptimalkan proses kegiatan belajar mengajar, sehingga pembelajaran cenderung berpusat pada guru.

Dalam pembelajaran kimia banyak ditemui hambatan belajar, salahsatunya pada materi tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana. Siswa tidak dapat menuliskan angka indeks pada rumus kimia senyawa dengan benar, sehingga banyak terjadi kesalahan, baik dalam menentukan nama suatu senyawa maupun rumus kimia senyawanya (Faiz dkk., 2012). Siswa mengalami hambatan dalam

memahami tatanama senyawa kimia sebesar 43,33%, hal ini dikarenakan konsep tatanama senyawa merupakan materi hapalan (Susanti & Lutfi, 2014). Selain itu, untuk memahami materi pokok tatanama senyawa kimia, siswa harus paham materi prasyarat. Materi prasyarat berkaitan dengan lambang dan nama unsur, muatan, serta bilangan oksidasi. Oleh karena itu guru harus memperhatikan hambatan belajar siswa khususnya hambatan epistemologis.

Salah satu alternatif pembelajaran untuk mengatasi hambatan belajar dengan menyusun desain didaktis. Desain didaktis dapat menjadi alternatif pembelajaran untuk mengatasi hambatan belajar siswa dalam memahami konsep layang-layang dan belah ketupat dalam matematika (Chairani 2012). Penelitian tersebut sejalan dengan Yuhelman (2014) hasil penelitian menunjukkan bahwa desain didaktis berbantuan *lessonanalysis* dapat meminimalisir hambatan belajar siswa pada konsep kelarutan dan hasil kali kelarutan. Pertanyaan berikutnya adalah, Bagaimana desain didaktis pada pembelajaran tata nama senyawa anorganik dan organik di Sekolah Menengah Atas (SMA) ?

Pada penelitian ini desain didaktis difokuskan pada analisis hambatan belajar, khususnya aspek epistemologis dari pembelajaran tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana, kemudian *lessonanalysis* digunakan untuk menganalisis pembelajaran dan respon siswa dalam pembelajaran sehingga dapat ditentukan kecenderungan pola pembelajaran yang terjadi ke arah *student centered* atau *teacher centered*.

## BAHAN DAN METODA

Metode penelitian yang digunakan adalah kualitatif deskriptif dengan teknik *sampling purposive*. Pada penelitian ini digunakan empat instrumen, yaitu: tes kemampuan responden (TKR), pedoman wawancara, lembar observasi (*handycam & recorder*), studi dokumentasi. TKR merupakan tes tertulis berbentuk uraian yang terdiri dari enam soal. TKR dilakukan sebanyak dua kali, yaitu TKR awal dan TKR akhir. Tujuan pelaksanaan TKR adalah untuk mengetahui hambatan belajar siswa pada tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana. Lembar observasi digunakan untuk memperoleh gambaran secara jelas mengenai interaksi yang terjadi dalam proses pembelajaran di kelas. Observasi dibantu dengan alat *handycam* selama proses implementasi desain didaktis. Lembar wawancara digunakan untuk menggali informasi mendalam dari siswa terhadap pemahaman terkait tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana. *Tape recorder* digunakan sebagai alat perekam pada tahap wawancara setelah TKR dilaksanakan.

Penelitian ini dilakukan di salah satu Sekolah Menengah Atas (SMA) di kota Bandung, provinsi Jawa Barat, Indonesia. Subjek pada penelitian ini terdiri dari siswa kelas X, XI, IPA dan guru model. Adapun prosedur penelitian ini terdiri atas 1) Analisis situasi didaktis sebelum pembelajaran. 2) Analisis situasi didaktis saat pembelajaran atau analisis metapedagogis. dan 3) Analisis situasi didaktis setelah pembelajaran atau analisis retrospektif.

## DISKUSI

Karakteristik hambatan belajar siswa diidentifikasi melalui jawaban hasil Tes Kemampuan Responden (TKR) awal di berikan pada siswa kelas XI, wawancara beberapa siswa, dan guru kimia. Hambatan belajar siswa berupa, siswa tertukar saat memberi nama senyawa ionik, kovalen,

asam, basa dan yang melibatkan unsur transisi. Selain itu siswa banyak melakukan kesalahan teknis berupa salah tulis nama unsur, dan penempatan angka Romawi.

Hambatan belajar tersebut didukung dari hasil wawancara siswa dan guru. Berikut kutipan wawancara siswa:

Subjek	Waktu	Percakapan
Peneliti	44-49	Kalau menurut agam nih, soal yang tadi tatanama, termasuk kategori sedang, mudah atau sulit ?
Siswa	50-01.03	Sebenarnya sih mudah ya kalau kita apal, cuman inikan pelajaran yang setahun lalu, sama sekarang udah engga belajar yang itu lagi, jadi sedikit lupa, jadi mungkin masuk kategori sedang.
Peneliti	01.04	Dari soal tadi yang paling sulit nomor berapa ?
Siswa	01.05-01.15	Yang nomor 1, 2, 3 kayaknya.

Berikut kutipan wawancara guru:

*Peneliti: Konsep apa yang sulit di ajarkan ke siswa?*

*Guru: Konsepnya tidak begitu sulit ya, tapi karna unsurnya banyak, nah yang dihapalnya banyak itu yang menjadi sulit, misalnya karbonat, trus nitrat itu ya yang bikin sulit, trus unsur - unsurnya bnyak dan sebagainya itu yang bikin sulit.*

*Peneliti: Bagaimana hambatan belajar yang siswa hadapi menurut ibu ?*

*Guru: Ya itu kebanyakan unsur, anak jadi males, kan waktu dulu kelas X tahun 2013 sudah IPA kan dituntut harus hapal, jadi ya itulah karna banyak*

*unsurnya jadi malas untuk belajar.*

Dalam cuplikan percakapan siswa dengan peneliti menunjukkan siswa tidak paham dengan materi pokok tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana. Hasil deskripsi guru menyatakan bahwa pembelajaran tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana diajarkan dengan cara menghafal. Cara belajar menghafal menyebabkan siswa malas untuk belajar, akibatnya siwa tidak dapat memahami konsep secara utuh pada tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana.

Rancangan pembelajaran ini berupa suatu situasi didaktis (hubungan siswa dengan materi), antisipasi didaktis pedagogis (tindakan yang dilakukan guru berdasarkan prediksi respon siswa terhadap situasi didaktis yang tercipta) untuk mencapai kompetensi yang diharapkan. Desain didaktis awal berupachapterdesign (CD) dan lesson design (LD) dilengkapi dengan prediksi respon siswa dan antipasti guru serta LKS digunakan untuk pegangan siswa. Rancangan tersebut menuntun siswa untuk mengamati keteraturan tata nama dari beberapa senyawa yang dicontohkan guru di papantulis, kemudiannya siswa mampu menemukan pola tata nama suatu senyawa (secara lebih lengkap disajikan pada gambar 1).

Penemuan pola tata nama senyawa mengantarkan siswa pada kemampuan memberi nama senyawa menghindari pembelajaran yang cenderung menghafal, sehingga siswa memahami pembelajaran dengan baik.

Implementasi desain didaktis awal diberikan pada siswa SMA kelas X IPA. Pembelajaran dilakukan sebanyak dua kali pertemuan. Pada pembelajaran pertemuan pertama diajarkan tata nama senyawa anorganik meliputi tata nama biner (ionik & kovalen), poliatomik, asam dan basa. Pada pembelajaran pertemuan kedua diajarkan tata nama senyawa yang melibatkan unsur transisi (biner & poliatomik) dan materi pengayaan tata nama senyawa organik meliputi alkana, alkena, alkuna dan alkohol. Respon siswa yang muncul secara keseluruhan sesuai dengan prediksi guru, siswa dapat menentukan pola tata nama dilihat dari beberapa contoh yang diberikan guru.



**Gambar 1.** Lesson Design pada pertemuan pertama

Siswa dapat menentukan pola suatu tata nama senyawa. Jika siswa kesulitan saat memberi nama, maka guru memberikan sedikit bantuan berupa beberapa pertanyaan pengarah “*senyawa biner kovalen itu terdiri dari unsur apa saja*”, jika siswa masih bingung, diberikan pertanyaan pengarah lagi berupa “*apakah ada logam dan nonlogam*” kemudian sebagai contoh; siswa menentukan bahwa senyawa biner ionik terdiri dari unsur **logam + nonlogam + id** setelah itu siswa diberikan penguatan dengan cara siswa diminta memberi nama beberapa senyawa kimia pada LKS.

Setelah implementasi, siswa diberikan tes kemampuan responden dan wawancara untuk mengecek hambatan belajar siswa. Berdasarkan hasil tes kemampuan responden siswa ditemukan bahwa masih terdapat hambatan belajar siswa pada konsep tatanama senyawa poliatomik dan senyawa yang melibatkan unsur transisi, namun secara keseluruhan hambatan belajar siswa telah terminimalisir. Hal tersebut didukung dari hasil wawancara guru terhadap siswa, berikut cuplikannya:

Guru: *Bagaimana menurut anda tentang soal yang diberikan, mudah, sedang atau sulit (berkaitan dengan penamaan senyawa anorganik dan organik sederhana)?*

Siswa: *Dari keseluruhan mah soalnya dikategorikan sedang, karena disetiap soal itu beda pemahamannya juga, di soal bagian awal, pemahamannya ga begitu sulit*

Guru: *Bagaimana menurut anda, cara guru mengajarkan penamaan senyawa anorganik dan organik sederhana?*

Siswa: *Enak, sreg, masuk banget, soalnya karna dari sistem belajarnya juga dikelompokin, trus juga ga cepet-cepet juga, jadi dari kitanya semangat untuk mengerjain, ngerti banget saat diterangin.*

Guru: *Apakah ada perbedaan belajar seperti biasa dengan dibandingkan belajar tata nama senyawa?*

Siswa: *Beda banget soalnya, pembelajaran sebelumnya sendiri-sendiri dan diterangin langsung to the point, jadi kalau kita ga ngerti ya mau gak mau kitanya ngerti beda banget yang pas pembelajaran itu, lebih enak, yang lain juga ngomongnya gitu. Pembelajarannya dibikin aktif anak-anaknya juga melalui kelompok.*

Berdasarkan hasil cuplikan tersebut membuktikan bahwa siswa mampu menyelesaikan keseluruhan soal, meskipun siswa mengalami sedikit hambatan belajar. Saat siswa ditanya berkaitan dengan cara mengajar dan pembelajaran yang dilakukan oleh guru, siswa merasa lebih paham dengan desain didaktis yang peneliti rancang dan cara belajar berkelompok membuat siswa aktif.

Implementasi desain didaktis baik pembelajaran pertama maupun pertemuan kedua. Pembelajaran yang telah dilakukan dapat memfasilitasi terciptanya kolaborasi siswa dengan siswa, guru dengan siswa pada sesi kelompok. Guru mampu menyadari dan merubah kendala-kendala yang terjadi selama pembelajaran melalui refleksi diri guru setelah pembelajaran. Berikut cuplikan refleksi diri guru pada pembelajaran pertama:

Guru: *Ya..lesson analis yang sudah saya baca kemarin yah. Sebenarnya siswanya berpotensi yah, siswa pilihan, tapi disini ada revisi-revisi yang harus ditambahkan. Misalnya gini ..kemarin belum ada soal rumus kebalikan. Jadi baru rumus yang misalnya  $H_2SO_4$  itu apa namanya, atau  $HCl$  itu apa...? pada materi sebelumnya misalnya  $KCl$  itu apa...? belum dibalikkan kalium klorida itu apa rumus kimianya. Hal itu menjadi bahan perbaikan untuk pembelajaran berikutnya. Kemudian aplikasi dalam kehidupan sehari-hari, kemarin hanya didepan saja (saat guru menunjukkan soda kue memiliki rumus kimia  $NaHCO_3$  dan garam dapur atau  $NaCl$ ) padahal harus ditambah lagi dengan zat-zat yang ada pada kehidupan sehari-hari, istilahnya pendekatan lingkungan. Pada pembelajaran pertama secara keseluruhan sudah berpusat pada siswa, jadi guru hanya memberi arahan sedikit, siswa langsung bisa menemukan konsepnya.*

Berdasarkan refleksi diri guru desain didaktis revisi pada pembelajaran pertama berupa perlu ditambahkan soal yang bervariasi, dan pendekatan lingkungan. Refleksi diri guru pada pembelajaran kedua, berikut cuplikannya:

Guru: *dari pembelajaran yang kedua, berdasarkan revisi dari pembelajaran pertama pembelajaran memang sudah berpusat pada siswa. Hanya disini untuk perbaikannya adalah kurang memperhatikan waktu, jadi setiap LKS yang dikerjakan harus diberikan jatah waktu untuk siswa mengerjakan tugas pertama dan seterusnya. Variasi soal dibutuhkan lagi karena siswanya sudah bisa, jadi banyak variasi soalnya. Disini siswa masih memiliki pengetahuan rendah terhadap konsep bilangan oksidasi, seharusnya diingatkan sampai matang terkait konsep biloks, sehingga pada pemberian namanya siswa tidak bingung lagi, karna penamaan yang ini melibatkan logam transisi, logam transisi memiliki bilangan oksidasi lebih dari satu.*

Desain didaktis revisi pada pembelajaran kedua berupa diperlukan manajemen waktu dengan baik dan penguatan konsep tata nama yang melibatkan senyawa transisi.

## KESIMPULAN

Jenis penelitian yang telah dilakukan berupa penelitian kualitatif, tidak bersifat general. Temuan yang diperoleh berupa deskripsi dari serangkaian fenomena subjek yang diteliti. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan pada subjek penelitian, maka diperoleh kesimpulan, Desain didaktis materi tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana dibuat berdasarkan tes kemampuan responden, dapat meminimalisir hambatan belajar siswa. Selain itu implementasi desain didaktis awal materi tata nama senyawa anorganik dan organik sederhana dapat memberikan berbagai variasi refleksi dan observasi guru dalam pembelajaran.

## DAFTAR PUSTAKA

- Arends, R.I. (2008). *Learning to teach* : Yogyakarta. Pustaka Pelajar
- Chairani.Y. (2012). *Desain Didaktis Konsep Layan-layang dan Belah Ketupat untuk Siswa SMP.*(Tesis). Sekolah Pascasarjana, Universitas Pendidikan Indonesia, Bandung.
- Creswell, J. W. (2012). *Research design: penelitian kualitatif, kuantitatif dan mixed.* Yogyakarta: Pustaka Pelajar.
- Faiz S. L dkk.(2012). *Studi Pemahaman Konsep Tata Nama IUPAC Senyawa Anorganik Siswa Kelas X SMA Negeri 9 Malang Semester 2 Tahun Ajaran 2012/2013.* Malang: Universitas Negeri Malang
- Hendayana, S. et. al. (2008). *Lesson Study : Suatu Strategi untuk meningkatkan Keprofesionalan Pendidik* ( Pengalaman IMSTEP – JICA ). Bandung : UPI Press.
- Hidayat, A., & Hendayana, S. (2013). *Developing tools for analyzing of classroom interaction : Does it student-centered or teacher-centered lesson.* Bandung: PPT Seminar internasional MSCEIS. UPI
- Kemertian Pendidikan dan Kebudayaan (2013).*Kurikulum 2013: kompetensi dasar sekolah menengah atas (SMA)/madrasah aliyah (MA).* Jakarta: Kemendikbud.
- Litbang Kemendikbud, 2014. *Survei internasional Timss.* Tersedia di: <http://litbang.kemendikbud.go.id/index.php/survei-internasional-timss>. Diakses 3 November 2014.
- Litbang Kemendikbud, 2014. *Survei internasional PISA.* Tersedia di: <http://litbang.kemendikbud.go.id/index.php/survei-internasional-timss>. Diakses 3 November 2014.

- Suryadi, D. (2010). *Menciptakan proses belajar aktif: kajian dari sudut pandang teori belajar dan teori didaktik*. Makalah pada Seminar Nasional Pendidikan Matematika di UNY. tidak diterbitkan.
- Suryadi, D. (2011). *Didactical Design Research (DDR) dalam Pengembangan Pembelajaran Matematika*. Makalah pada joint-Conference UPI-UTiM, tidak diterbitkan.
- Susanti & Lutfi, 2014. Pengembangan Permainan Tradisional Jamuran sebagai Media Pembelajaran Tatanama Senyawa di Kelas X SMA. *Unesa Journal of Chemical Education*. Vol 3.No. 22, pp279-287.
- Yuhelman (2014). *Desain Didaktis Pembelajaran Kimia Sekolah Menengah Atas Berbantuan Lesson Analysis Berbantuan Self-Relection pada Konsep Kelarutan & Tetapan Hasil Kali Kelarutan*. Bandung: UPI.

## PRODUKSI, KARAKTERISASI DAN APLIKASI LEVAN DARI *Bacillus licheniformis* BK2 UNTUK MEDIA PEMBELAJARAN BIONANOPARTIKEL

Fera Faridatul Habibah<sup>a</sup>, Rukman Hertadi<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Program Studi Magister Pengajaran Kimia Institut Teknologi Bandung  
Jl Ganesa No. 10, Bandung  
e-mail: rukman@chem.itb.ac.id

### ABSTRAK

Bionanopartikel telah diterapkan di beberapa bidang industri, contohnya sebagai media untuk imobilisasi enzim. Enzim yang diimobilisasi memiliki stabilitas yang lebih baik terhadap variasi pH, suhu dan dapat digunakan berulang kali. Oleh karena itu, tujuan dari penelitian ini adalah untuk menyediakan media pembelajaran kepada mahasiswa sarjana tentang tahapan preparasi bionanopartikel untuk imobilisasi enzim. Biopolimer yang digunakan dalam penelitian ini adalah levan, fruktooligosakarida atau juga dikenal sebagai fruktan. Dalam penelitian ini, nanopartikel berbasis levan digunakan untuk mengimobilisasi levansukrase rekombinan Lsbl-bk2 dari *Bacillus licheniformis* BK2 dan lipase dari pankreas *porcine*. Bionanopartikel untuk imobilisasi enzim disiapkan dengan metode pengadukan. Tiga kecepatan pengadukan, yaitu 200, 500, 700 rpm, digunakan dalam persiapan bionanopartikel untuk mempelajari pengaruhnya terhadap distribusi ukuran nanopartikel dan aktivitas enzim. Hasil analisis menunjukkan bahwa levansukrase dan lipase lebih baik terimobilisasi dalam nanopartikel berbasis levan dengan kecepatan pengadukan 500 rpm. Bionanopartikel memiliki ukuran yang lebih homogen dan aktivitas enzim meningkat. Media pembelajaran dibuat dalam bentuk video demonstrasi dan modul praktikum. Penilaian terhadap media pembelajaran dengan angket respon mahasiswa menunjukkan bahwa sebagian besar mahasiswa dengan mudah mengikuti instruksi dan kedua media pembelajaran dapat digunakan sebagai media belajar mandiri untuk imobilisasi enzim berbasis bionanopartikel.

**Kata kunci:** Bionanopartikel, *Bacillus licheniformis* BK2, Levan, Imobilisasi Enzim, Media Pembelajaran

### PENDAHULUAN

Bionanopartikel merupakan nanopartikel berbasis biopolimer. Bionanopartikel bersifat biodegradasi, biokompatibilitas dan tidak menyebabkan alergi. Hal tersebut menjadikan bionanopartikel sebagai media yang tepat untuk imobilisasi biokatalis seperti enzim. Imobilisasi enzim dapat meningkatkan stabilitas enzim terhadap perubahan pH, suhu dan enzim dapat digunakan berulang kali. Imobilisasi enzim telah diaplikasikan pada beberapa bidang industri<sup>[1]</sup>. Oleh karena itu pengenalan materi terkait proses pembuatan bionanopartikel untuk imobilisasi dan pengaruhnya terhadap aktivitas enzim penting untuk disampaikan, agar mahasiswa memiliki wawasan dan keterampilan dalam pembuatan bionanopartikel untuk imobilisasi enzim.

Salah satu biopolimer yang telah dikembangkan untuk pembuatan bionanopartikel adalah levan yang merupakan fruktooligosakarida. Levan dihasilkan oleh beberapa tanaman dan mikroorganisme melalui biosintesis. Proses biosintesis levan terdiri dari reaksi hidrolisis, transfruktosilasi dan

polimerisasi yang dikatalisis oleh levansukrase dengan substrat sukrosa <sup>[10]</sup>. Levan terdiri dari residu fruktosil yang terhubung oleh 2,6- $\beta$  glikosidik pada rantai lurus dan ikatan 2,1- $\beta$  glikosidik pada rantai bercabang <sup>[12]</sup>. Levan dapat membentuk nanopartikel dalam medium air dengan metode penggambungan diri karena bersifat ampifilik <sup>[2]</sup>. Aplikasi levan sebagai biomaterial pada pembuatan nanopartikel telah banyak dimanfaatkan untuk imobilisasi dan enkapsulasi zat penting seperti suplemen makanan <sup>[10]</sup> <sup>[5]</sup>, katalis <sup>[2]</sup> dan obat <sup>[15]</sup>. Penelitian lain yang memanfaatkan isolat bakteri halofilik yang diisolasi dari Indonesia mencakup aplikasi levan dari *Bacillus licheniformis* BK1 untuk nanopartikel penghantar BSA dan lisozim <sup>[11]</sup>, aplikasi levan *Salinivibrio budaii* TG2 sebagai sistem nanopartikel untuk imobilisasi lipase <sup>[6]</sup> dan aplikasi levan dari *Halomonas smyrnensis* BK4 sebagai nanopartikel untuk imobilisasi enzim <sup>[3]</sup>.

Bakteri halofilik *Bacillus licheniformis* BK2 yang diisolasi dari kawah lumur Bledug Kuwu Jawa tengah merupakan bakteri penghasil levan. Produksi levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 dapat dilakukan dengan metode *in vitro* untuk mendapatkan levan dalam jumlah besar. Pada penelitian ini dibuat nanopartikel berbahan dasar levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 untuk imobilisasi enzim. Strain bakteri yang digunakan pada penelitian adalah *E.coli* BL21 (DE3)*plysS* yang membawa pET-*lsbl-bk2*. Klon rekombinan ini mengandung gen levansukrase yang diisolasi dari bakteri halofilik *Bacillus licheniformis* BK2 (accession number MF774878.1). Rekombinan pET-*lsbl-bk2* dalam *E.coli* BL21(DE3)*plysS* digunakan untuk memproduksi levansukrase rekombinan *lsbl-bk2* dengan induksi IPTG. Produksi levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 dilakukan secara *in vitro* dengan katalis levansukrase rekombinan *lsbl-bk2* dengan substrat sukrosa. Levan hasil produksi kemudian digunakan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel untuk imobilisasi enzim levansukrase *lsbl-bk2* dan lipase dari pankreas *procine*. Produk akhir pada penelitian ini adalah pembuatan media pembelajaran terkait produksi, karakterisasi dan aplikasi levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 sebagai media pembelajaran bionanopartikel.

## BAHAN DAN METODE

### Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi, sentrifuga temperatur 4 °C (BOECO Germany U-320 R), inkubator kocok (New Brunswick Scientific Edison C25KC), inkubator temperatur (FISHER model 503), penangas air (water bath) (Precision 280 series), spektrofotometer UV-Vis (Biochrom Libra S70), magnetic stirrer (D-Lab), vortex (Genie 2 Scientific Industries), FTIR, PSA (Delsa Nano Particle Size Analyze-Beckman Coulter), SEM (Hitachi SU-3500) dan coater (Hitachi MC 1000 Ion Sputter).

### Bahan

Strain bakteri yang digunakan pada penelitian ini adalah *Escherichia coli* BL21 (DE3)*plysS* yang membawa pET-*lsbl-bk2*. Klon rekombinan ini mengandung gen levansukrase yang diisolasi dari bakteri halofilik *Bacillus licheniformis* BK2 (accession number MF774878.1). *Bacillus licheniformis* BK2 diisolasi dari Kawah Lumpur Bledug Kuwu, Jawa Tengah, Indonesia. Bahan-bahan kimia lain yang digunakan pada penelitian ini meliputi, ekstrak ragi (Merck), tripton (Merck), NaCl (Sigma Aldrich), sukrosa (Merck), bacto agar (Merck), Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> (Merck), NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (Merck), etanol 95% (v/v), Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (Merck), Levan dari *Erwinia herbicola* (Sigma Aldrich), lipase dari pankreas *porcine* (Sigma Aldrich), ddH<sub>2</sub>O, reagen Bradford (Merck), P-Nitrophenol (Sigma Aldrich), P-Nitrophenol Dodekanoat (Sigma Aldrich), Asam 3,4-Dinitrosalisilat (Sigma Aldrich), KNaC<sub>4</sub>H<sub>4</sub>O<sub>6</sub>.4H<sub>2</sub>O (Merck) dan NaOH (Merck).

### **Prosedur Penelitian**

#### ***Eksresi pET-lsbl-bk2 dalam E. coli BL21(DE3)plysS***

Produksi levansukrase Lsbl-bk2 dilakukan dengan metode ekspresi heterolog menggunakan rekombinan pET-lsbl-bk2 dalam *E. coli BL21(DE3)plysS*. Media yang digunakan untuk proses ekspresi adalah media Luria Bertani (LB) dengan komposisi, NaCl 1% (b/v), tripton 1% (b/v) dan ekstrak ragi 0,5% (b/v). Tahapan pertama adalah pembuatan starter. Koloni tunggal bakteri dari media LB padat dinokulasikan kedalam 5 mL LB cair yang mengandung 50 µg/mL kanamisin dan diinkubasi hingga Optical Density 600 (OD<sub>600</sub>) mencapai 1 pada inkubator kocok suhu 37 °C. Selanjutnya 1000 µL starter diinokulasikan kedalam 50 mL media LB cair yang mengandung kanamisin 50 µg/mL dan diinkubasi pada inkubator kocok suhu 37 °C hingga OD<sub>600</sub> mencapai 0,4 – 0,6. Campuran tersebut diinduksi dengan penambahan 50 mM IPTG dan diinkubasi pada inkubator kocok suhu 37 °C selama 4 Jam. Campuran kemudian di sentrifugasi dengan kekuatan setara 8000 xg selama 15 menit untuk memisahkan supernatan dan pelet. Supernatan yang didapat merupakan ekstrak kasar dari enzim levansukrase.

#### ***Uji Aktivitas Levansukrase***

Ekstrak kasar enzim levansukrase yang didapat diuji aktivitasnya menggunakan metode dinitrosalicylic acid (DNS) oleh Miller (1959). Pada uji ini digunakan substrat sukrosa 20% (b/v) dalam larutan penyangga fosfat pH 6. Unit aktivitas levansukrase didefinisikan sebagai jumlah enzim yang dibutuhkan untuk memproduksi 1 µmol glukosa per menit dalam keadaan standar.

#### ***Produksi Levan secara In Vitro***

Produksi levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 secara *in vitro* menggunakan metode yang dilakukan oleh Lu dkk. (2014) dengan modifikasi<sup>[7]</sup>. Dicampurkan ekstrak kasar levansukrase kedalam larutan sukrosa 20% (b/v) dalam larutan penyangga fosfat pH 6 dengan perbandingan 1:1 (v/v). Campuran diinkubasi pada inkubator kocok suhu 37 °C kecepatan 150 rpm selama 16 jam. Campuran di panaskan sekitar 3 menit pada suhu 100 °C dan dinginkan kembali hingga mencapai suhu ruang. Levan diisolasi dari campuran dengan penambahan etanol 95% (v/v) perbandingan 3:1 (v/v). Pelet levan yang terbentuk dipisahkan dari supernatannya dengan setrifugasi pada kecepatan setara 8000 xg selama 15 menit. Pelet levan yang didapat dibilas dengan etanol 95% (v/v) sebanyak 3 kali dan ddH<sub>2</sub>O sebanyak 1 kali. Levan dikeringkan dengan freeze dry selama 4 jam. Padatan levan hasil isolasi kemudian dikarakterisasi strukturnya menggunakan FTIR untuk mengetahui kemiripan gugus fungsinya dibandingkan dengan levan standar.

#### ***Pembuatan Nanopartikel Berbahan Dasar Levan Untuk Imobilisasi Enzim***

Pembuatan Nanopartikel berbahan dasar levan untuk imobilisasi enzim menggunakan metode yang dilakukan oleh Sezer dkk. (2011) dengan modifikasi<sup>[14]</sup>. Sebanyak 0,5% (b/v) levan hasil isolasi dilarutkan dalam 10 mL ddH<sub>2</sub>O pH 3,5. Selanjutnya ditambahkan larutan enzim 0,1% (b/v) yang dilarutkan dalam 10 mL larutan Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 20% (b/v). Pada penelitian ini enzim yang digunakan adalah levansukrase dan lipase. Campuran diaduk menggunakan pengaduk magnet dengan variasi kecepatan 200, 500, 700 rpm selama 24 jam pada temperatur ruang. Campuran yang diperoleh disentrifugasi dengan kekuatan setara 8000 ×g selama 20 menit pada temperatur 4 °C untuk memisahkan endapan dan supernatan. Endapan dicuci menggunakan ddH<sub>2</sub>O sebanyak 3 kali dan dikeringkan selama empat jam menggunakan *freeze dry*. Endapan yang diperoleh merupakan enzim terimobilisasi nanopartikel levan.

### ***Karakterisasi Nanopartikel.***

#### ***Efisiensi Imobilisasi***

Penentuan efisiensi dilakukan dengan cara mengukur serapan larutan enzim sebelum dan sesudah digunakan untuk imobilisasi. Hasil serapan yang diperoleh selanjutnya diinterpolasikan pada kurva standar BSA untuk mengetahui konsentrasi enzim dalam larutan. Kadar protein diukur menggunakan metode Bradford. Serapan larutan protein diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada 595 nm. Efisiensi imobilisasi dihitung dengan persamaan berikut :

$$\text{Efisiensi Imobilisasi (\%)} = \frac{[\text{pro}]_{\text{larutan enzim}} - [\text{pro}]_{\text{supernatan}}}{[\text{pro}]_{\text{larutan enzim}}} \times 100\%$$

Keterangan : Pro = Protein

#### ***Distribusi Ukuran Partikel***

Pengukuran dilakukan dengan cara melarutkan nanopartikel levan pada larutan penyangga fosfat pH 7. Kemudian larutan diukur menggunakan alat PSA. Dari hasil pengukuran diperoleh nilai distribusi ukuran partikel.

#### ***Analisis SEM***

Sampel nanopartikel levan direkatkan pada perekat karbon dan dilapisi Au dengan daya 10 mA selama 20 menit. Morfologi sampel kemudian dianalisis menggunakan SEM dengan perbesaran 30000x dan 40000x.

#### ***Zeta Potensial***

Pengukuran dilakukan dengan cara melarutkan nanopartikel levan pada larutan penyangga fosfat pH 7. Kemudian larutan diukur nilai zeta potensialnya

#### ***Uji Aktivitas Enzim Terimobilisasi Nanopartikel Levan***

Pengaruh imobilisasi enzim menggunakan nanopartikel levan terhadap aktivitas katalitik enzim di uji dengan mengukur aktivitas enzim sebelum dan sesudah imobilisasi. Aktivitas dari enzim levansurase diuji dengan metode DNS menggunakan larutan substrat sukrosa 20% (b/v) dalam larutan penyangga fosfat pH 6,0. Sedangkan untuk enzim lipase ditentukan dengan metode pNP oleh Jaeger (1999) dengan substrat para-nitrofenil dodekanoat. Satu unit aktivitas lipase didefinisikan sebagai besar kerja enzim yang menghasilkan 1  $\mu\text{mol}$  pNP per menit dalam kondisi standar.

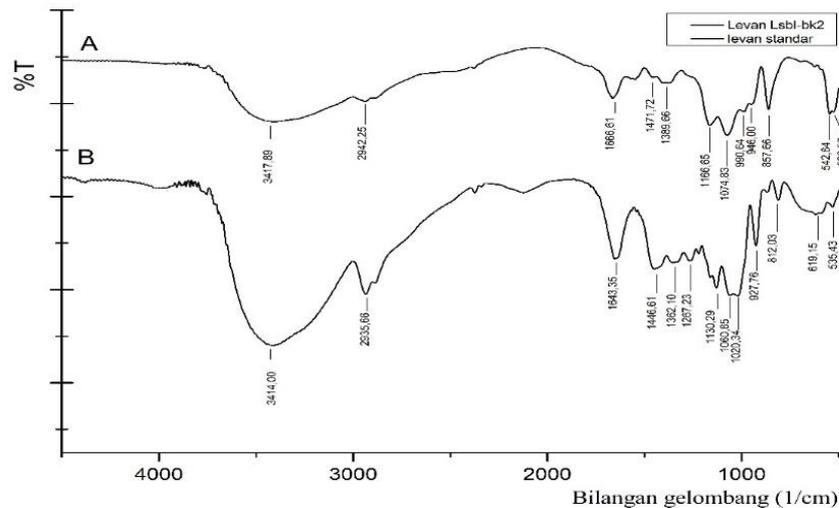
#### ***Pembuatan Media Pembelajaran***

Media pembelajaran dibuat dalam bentuk video demonstrasi yang meliputi, produksi levansukrase secara ekspresi heterolog secara aseptik, produksi levan secara *in vitro*, karakterisasi struktur dengan FTIR dan aplikasinya untuk imobilisasi enzim. video tersebut dibuat sebagai media pendukung untuk modul praktikum yang telah dibuat. Modul praktikum dan video yang dibuat merupakan tahapan kerja yang telah dioptimasi pada penelitian. Media Pembelajaran kemudian diujikan kepada mahasiswa magister pengajaran dan hasil evaluasi diolah dengan metode analisis frekuensi.

## **DISKUSI**

#### ***Karakterisasi Struktur Levan***

Levan hasil produksi merupakan padatan putih yang dikarakterisasi strukturnya dengan FTIR. Analisis FITR dilakukan terhadap levan hasil produksi dan levan komersial dari *Erwinia Herbicola* sebagai acuan. Analisis FTIR digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada struktur levan. Levan hasil produksi memiliki spektrum yang identik dengan spektrum levan standar dari *Erwinia herbicola* (**Gambar 1**).



**Gambar 1.** Spektrum FTIR levan hasil produksi (A) dan standar dari *Erwinia herbicola* (B)

Spektrum FTIR levan sampel menunjukkan adanya vibrasi ulur hidroksil (-OH) pada 3417, 89 cm<sup>-1</sup>, vibrasi ulur -CH pada 2941,25 cm<sup>-1</sup>, vibrasi ulur karbonil (-C=O) pada 1643,35 cm<sup>-1</sup>, vibrasi tekuk -CH pada 1471,72 – 1389,66 cm<sup>-1</sup>. Pada daerah sidik jari terlihat adanya vibrasi ulur ikatan glikosidik C-O-C dan C-OH pada 1166,65 – 990,64 cm<sup>-1</sup>. Pada daerah 946 – 857,66 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya cincin furanosa. Perbandingan spektrum kedua hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa oligosakarida yang dihasilkan oleh *Bacillus licheniformis* BK2 secara *in vitro* terbukti merupakan levan.

### Karakterisasi Nanopartikel Efisiensi Imobilisasi Enzim

Efisiensi imobilisasi ditentukan untuk mengetahui banyaknya protein yang mampu diimobilisasi oleh nanopartikel levan. Efisiensi imobilisasi levansukrase meningkat dengan bertambahnya kecepatan pengadukan selama proses imobilisasi sedangkan, efisiensi imobilisasi lipase menurun dengan bertambahnya kecepatan selama proses imobilisasi (**Tabel 1**). Efisiensi imobilisasi levansukrase tertinggi pada kecepatan 700 rpm yaitu 73,04%. Sedangkan efisiensi imobilisasi lipase tertinggi pada kecepatan 200 rpm yaitu 76,28%.

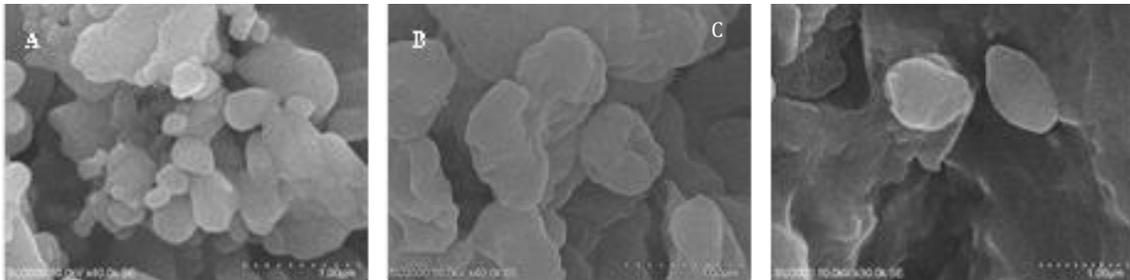
**Tabel 1** Efisiensi imobilisasi enzim dalam nanopartikel levan

Imobilisasi Enzim	Kecepatan Pengadukan (rpm)	Efisiensi Imobilisasi (%)
Levansukrase	200	64,28
	500	72,16
	700	73,04
Lipase	200	76,28
	500	71,84
	700	60,41

Pada penelitian sebelumnya, proses imobilisasi BSA dengan nanopartikel levan menunjukkan tingkat efisiensi imobilisasi menurun dengan meningkatnya kecepatan pengadukan selama proses imobilisasi [14].

### *Morfologi Permukaan Nanopartikel Levan*

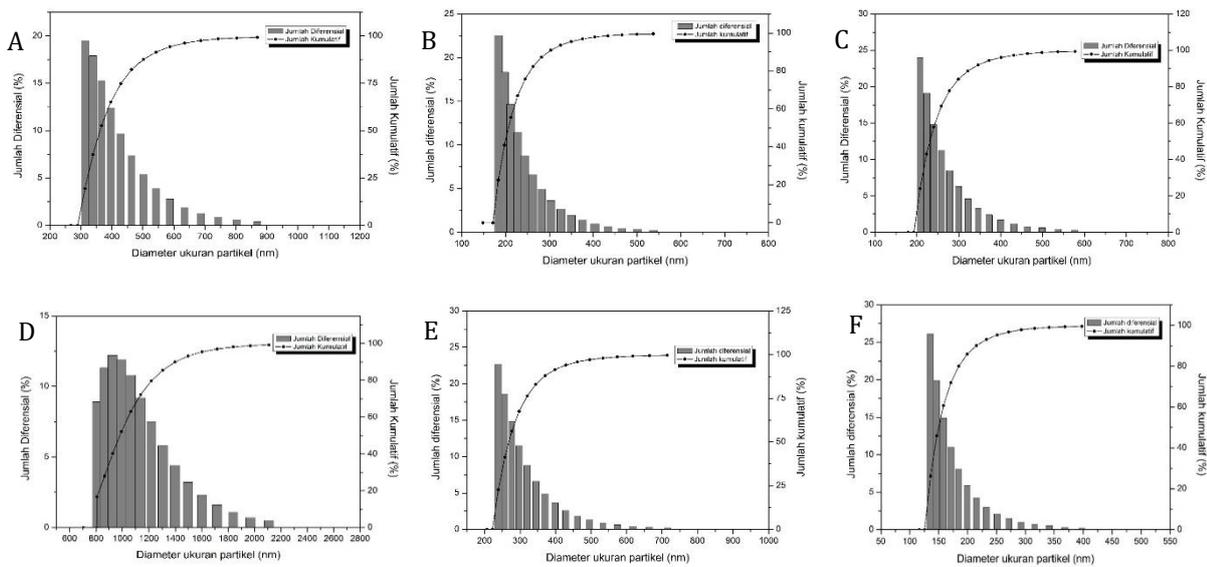
Morfologi permukaan partikel levan diamati menggunakan SEM. Hal ini dilakukan untuk melihat perbedaan morfologi levan sebelum dan setelah digunakan untuk imobilisasi protein. Analisis bentuk permukaan partikel dengan SEM (**Gambar 2**) menunjukkan levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 hasil produksi pada pengamatan perbesaran 40000x memiliki morfologi yang kasar tidak beraturan dengan ukuran beragam. Setelah digunakan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel untuk imobilisasi levansukrase pada perbesaran 40000x dan imobilisasi lipase pada 30000x menunjukkan morfologi yang lebih halus dengan ukuran lebih besar, namun belum dapat membentuk morfologi yang bulat. Morfologi tersebut mengindikasikan bahwa sebagian enzim berhasil diimobilisasi, namun pembentukan nanopartikel tidak sempurna. Hal tersebut diduga terjadi karena pendeknya rantai dari polisakarida yang digunakan sebagai nanopartikel dan besar molekul dari protein yang diimobilisasi. Panjang rantai biopolimer dan ukuran molekul protein atau peptida mempengaruhi keberhasilan pembuatan nanopartikel. Selain itu, jenis polisakarida sebagai nanopartikel juga menentukan keberhasilan pembentukan nanopartikel [8].



**Gambar 2** Morfologi permukaan levan hasil produksi sebelum imobilisasi (A), setelah mengimobilisasi levansukrase (B), setelah mengimobilisasi lipase (C)

### *Distribusi Ukuran Nanopartikel Levan*

Nanopartikel dapat diartikan sebagai partikel dengan ukuran 1 nm - 1  $\mu\text{m}$  [16]. Nanopartikel levan hasil produksi yang mengimobilisasi levansukrase pada kecepatan pengadukan 200 rpm memiliki distribusi ukuran yang kurang homogen yaitu, sekitar 312,9 - 904,1 nm dengan distribusi ukuran tertinggi pada 312,9 nm. Pada kecepatan pengadukan 500 rpm, 700 rpm memiliki distribusi ukuran yang lebih homogen yaitu sekitar 183,7 - 665,7 nm dan 207,5 - 577,3 nm. Distribusi ukuran nanopartikel tertinggi masing-masing pada 500 rpm dan 700 rpm adalah 183,7 nm dan 207,5 nm.



**Gambar 3** Distribusi ukuran nanopartikel levan yang mengimobilisasi levansukrase pada kecepatan pengadukan 200 rpm (A), 500 rpm (B), 700 rpm (C), mengimobilisasi lipase dengan kecepatan pengadukan 200 rpm (D), 500 rpm (E) dan 700 rpm (F).

Distribusi ukuran partikel levan hasil produksi yang mengimobilisasi lipase pada kecepatan pengadukan 200 memiliki distribusi ukuran yang kurang homogen dan berukuran diatas nano yaitu sekitar 807,5 – 2109,7 nm. Pada 500 rpm, 700 rpm memiliki ukuran partikel yang lebih homogen yaitu sekitar 239,2 - 715,0 nm dan 135,8 - 500,5 nm. Distribusi ukuran tertinggi pada masing-masing kecepatan 200 rpm, 500 rpm, 700 rpm adalah 926,2 nm, 239,2 nm dan 135,8. Berdasarkan hasil tersebut dapat dinyatakan semakin tinggi kecepatan pengadukan yang digunakan pada proses pembuatan nanopartikel maka semakin kecil dan homogen distribusi ukuran partikel yang terbentuk (**Gambar 3**). Hal ini sesuai dengan hasil penelitian pembuatan nanopartikel berbahan dasar levan untuk imobilisasi BSA [14].

### Zeta Potensial Nanopartikel Levan

Potensial zeta digunakan untuk mengkarakterisasi sifat muatan permukaan nanopartikel. Nilai zeta potensial dari levan yang digunakan untuk imobilisasi levansukrase dan lipase dapat dilihat pada **Tabel 2**

Enzim terimobilisasi	Kecepatan pengadukan (rpm)	zeta potensial (mV)
Levansukrase	200	-16,34
	500	-21,00
	700	-21,00
Lipase	200	-0,540
	500	-12,07
	700	-21,77

Potensial zeta digunakan untuk mengkarakterisasi sifat muatan permukaan nanopartikel. Nanopartikel dengan nilai potensial zeta lebih kecil dari -30 mV dan lebih besar dari 30 mV memiliki

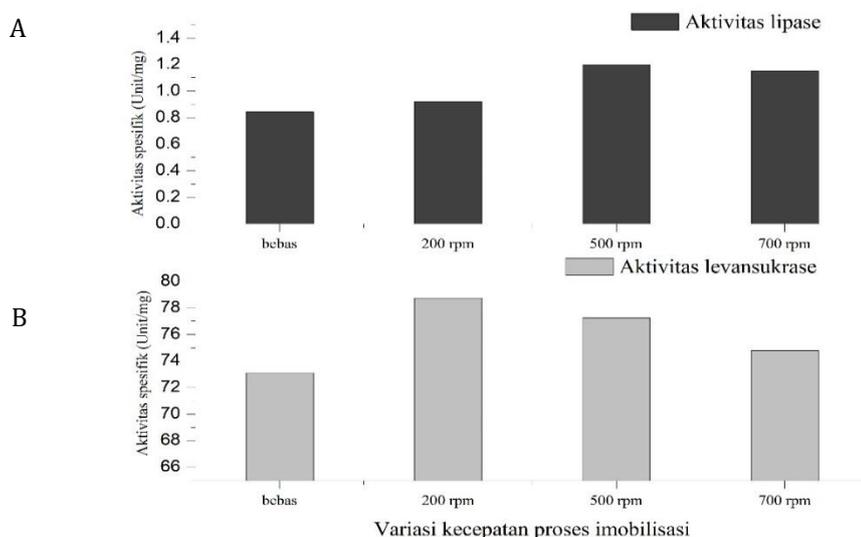
stabilitas lebih tinggi [9]. Nilai zeta potensial yang tinggi dengan muatan positif atau negatif dibutuhkan untuk mendapatkan stabilitas dan menghindari agregasi dari partikel [13]. Lipase terimobilisasi pada kecepatan pengadukan 200 rpm memiliki zeta potensial sebesar -0,540 mV. Partikel dengan nilai zeta potensial tersebut cenderung membentuk agregat.

Proses imobilisasi BSA dalam nanopartikel levan memiliki zeta potensial dengan muatan positif antara 4,3 mV dan 7,6 mV yang mengindikasikan bagian permukaan luar nanopartikel terdiri dari hanya levan dan mengenkapsulasi BSA yang bermuatan negatif [14]. Berdasarkan hal tersebut dapat dinyatakan pada proses imobilisasi enzim levansukrase rekombinan Lsbl-bk2 dan lipase dalam nanopartikel berbahan dasar levan belum sepenuhnya terenkapsulasi atau enzim cenderung menempel pada bagian permukaan nanopartikel, sehingga memiliki nilai zeta potensial cenderung bermuatan negatif.

### ***Pengaruh Imobilisasi terhadap Aktivitas Enzim***

Pengukuran aktivitas levansukrase dilakukan dengan metode DNS dan lipase dengan metode pNP. Pengukuran ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh imobilisasi enzim dalam nanopartikel berbahan dasar levan terhadap aktivitas katalitik enzim. Dari hasil pengujian terlihat aktivitas enzim terimobilisasi lebih tinggi dibandingkan enzim bebas (**Gambar 4**). Aktivitas spesifik levansukrase dan lipase bebas adalah 73,80 Unit/mg dan 0,843 Unit/mg. Pengaruh kecepatan pengadukan selama proses imobilisasi mempengaruhi aktivitas katalitik enzim. Aktivitas menurun dengan meningkatnya kecepatan pengadukan. Levansukrase terimobilisasi memiliki aktivitas spesifik tertinggi pada kecepatan 200 rpm yaitu, 78,73 Unit/mg dan aktivitas spesifik terendah pada 700 rpm yaitu, 74,80 Unit/mg. Sedangkan pada lipase terimobilisasi memiliki aktivitas tertinggi pada kecepatan 500 rpm yaitu 1,200 Unit/mg dan mengalami penurunan aktivitas pada kecepatan 700 rpm yaitu 1,152 Unit/mg. Aktivitas lipase terimobilisasi terendah pada kecepatan 200 rpm yaitu, 0,920 Unit/mg. Adanya penurunan aktivitas dengan meningkatnya kecepatan pengadukan selama proses imobilisasi dapat dikarenakan adanya enzim yang mengalami denaturasi.

Aktivitas enzim yang terimobilisasi yang lebih tinggi dibandingkan enzim bebas dapat disebabkan oleh meningkatnya stabilitas enzim terhadap perubahan lingkungan selama reaksi katalitik berlangsung. Imobilisasi meningkatkan karakteristik dari enzim seperti reaksi dengan pelarut organik, toleransi pH, selektivitas, kestabilan suhu atau stabilitas fungsional [1].



**Gambar 4** Aktivitas spesifik lipase (A) dan levansukrase (B) sebelum dan sesudah imobilisasi

Pembuatan nanopartikel berbahan dasar levan dari *Salinivibrio budaii* TG2 untuk imobilisasi lipase menunjukkan aktivitas lipase terimobilisasi lebih rendah dibandingkan lipase bebas<sup>[6]</sup>. Sehingga dapat dinyatakan biopolimer levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 dapat digunakan untuk bahan dasar pembuatan nanopartikel untuk imobilisasi lipase dan levansukrase tanpa mengganggu aktivitas katalitiknya. Stabilitas dari enzim natif (enzim tidak terimobilisasi) ditentukan oleh struktur instrinsiknya. Sedangkan stabilitas enzim terimobilisasi sangat tergantung dari beberapa faktor yaitu, interaksi dengan media pembawa, posisi berikatan, jumlah ikatan, kebebasan perubahan konformasi pada matriks, lokasi lingkungan mikro molekul enzim, sifat kimia dan sifat fisika dari media pembawa<sup>[1]</sup>.

### **Media Pembelajaran dan Modul Praktikum**

Media Pembelajaran dibuat dalam bentuk modul praktikum dan video demonstrasi meliputi, produksi, karakterisasi dan aplikasi levan dari *Bacillus licheniformis* BK2. Hasil pengolahan data angket respon mahasiswa dengan metode analisis frekuensi untuk setiap komponen evaluasi menunjukkan bahwa mahasiswa dapat memahami dan mengikuti tahapan kerja produksi, karakterisasi dan aplikasi levan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel untuk imobilisasi levan dengan lebih baik setelah menonton video demonstrasi dibandingkan hanya membaca modul praktikum. Hasil evaluasi uji kelayakan media pembelajaran menunjukkan 90,91% dari 11 responden mahasiswa magister pengajaran menyatakan sangat setuju video pembelajaran dan modul praktikum terkait produksi, karakterisasi dan aplikasi levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 layak dikembangkan dan digunakan untuk media pembelajaran bionanopartikel.

## **KESIMPULAN**

Levan telah berhasil diproduksi dari *Bacillus licheniformis* BK2 secara invitro menggunakan levansukrase rekombinan Lsbl-bk2 sebagai katalis. Levan hasil produksi dapat digunakan sebagai bahan dasar pembuatan nanopartikel untuk imobilisasi levansukrase dan lipase pada kecepatan pengadukan 500 rpm. Distribusi ukuran nanopartikel lebih homogen dan memiliki aktivitas yang lebih tinggi dibandingkan enzim bebas. Video demonstrasi dan modul praktikum terkait produksi, karakterisasi dan aplikasi levan dari *Bacillus licheniformis* BK2 layak digunakan dan dikembangkan untuk media pembelajaran bionanopartikel.

## **DAFTAR PUSTAKA**

- [1] Ahmad, R., dan Sardar, M. (2015): Enzyme Immobilization: An Overview on Nanoparticles as Immobilization Matrix, *Biochemistry and Analytical Biochemistry*, **4(2)**, 1–8.
- [2] Ahmed, K. B. A., Kalla, D., Uppuluri, K. B., dan Anbazhagan, V. (2014): Green synthesis of silver and gold nanoparticles employing levan, a biopolymer from *Acetobacter xylinum* NCIM 2526 as a reducing agent and capping agent, *Carbohydrate Polymers*, **112**, 539–545.
- [3] Amari, M.M.S. (2018): *Isolasi dan karakterisasi levan dari Halomonas smyrnensis BK4 serta aplikasinya sebagai nanopartikel*, Skripsi Program Sarjana, Institut Teknologi Bandung, Institut Teknologi Bandung.
- [4] Belghith, K. S., Dahech, I., Belghith, H., dan Mejdoub, H. (2012): Microbial production of levansucrase for synthesis of fructooligosaccharides and levan, *International Journal of Biological Macromolecules*, **50(2)**, 451–458.

- [5] Bondarenko, O. M., Ivask, A., Kahru, A., Vija, H., Titma, T., Visnapuu, M., dan Alamäe, T. (2015): Bacterial polysaccharide levan as stabilizing, non-toxic and functional coating material for microelement-nanoparticles, *Carbohydrate Polymers*, **136**, 710–720.
- [6] Fithriah, A. (2017): *Karakterisasi dan aplikasi levan hasil produksi bakteri halofilik Salinivibrio budaii TG2 asal tambak garam Gresik Jawa Timur sebagai sistem nanopartikel untuk imobilisasi lipase*, Skripsi Program Sarjana Kimia, Institut Teknologi Bandung, Institut Teknologi Bandung
- [7] Lu, L., Fu, F., Zhao, R., Jin, L., He, C., Xu, L., dan Xiao, M. (2014). A recombinant levansucrase from *Bacillus licheniformis* 8-37-0-1 catalyzes versatile transfructosylation reactions, **49**, 1503–1510.
- [8] Matalanis, A., Jones, O. G., dan McClements, D. J. (2011): Structured biopolymer-based delivery systems for encapsulation, protection, and release of lipophilic compounds, *Food Hydrocolloids*, **25(8)**, 1865–1880.
- [9] Murdock, R. C., Braydich-Stolle, L., Schrand, A. M., Schlager, J. J., dan Hussain, S. M. (2008): Characterization of nanomaterial dispersion in solution prior to *in vitro* exposure using dynamic light scattering technique, *Toxicological Sciences*, **101(2)**, 239–253.
- [10] Nakapong, S., Pichyangkura, R., Ito, K., Iizuka, M., dan Pongsawasdi, P. (2013): High expression level of levansucrase from *Bacillus licheniformis* RN-01 and synthesis of levan nanoparticles, *International Journal of Biological Macromolecules*, **54(1)**, 30–36.
- [11] Oktavia, I. (2017): *Karakterisasi levan hasil produksi bakteri halofilik Bacillus licheniformis BK1 dan aplikasinya untuk nanopartikel penghantar protein*, Tesis Program Magister, Institut Teknologi Bandung, Institut Teknologi Bandung
- [12] Oner, E. T., Hernandez, L., dan Combie, J. (2016): Review of levan polysaccharide: From a century of past experiences to future prospects, *Biotechnology Advances*, **34(5)**, 827–844.
- [13] Sahoo, A. K. A., dan Labhasetwar, V. (2006): *Nanoparticle interface: an important determinant in nanoparticle-mediated drug gene delivery*, In *Nanoparticle Technology For Drug Delivery*, Taylor dan Francis Group. United States Of
- [14] Sezer, A. D., Kazak, H., Öner, E. T., dan Akbua, J. (2011): Levan-based nanocarrier system for peptide and protein drug delivery: Optimization and influence of experimental parameters on the nanoparticle characteristics, *Carbohydrate Polymers*, **84(1)**, 358–363.
- [15] Taberero, A., González-Garcinuño, Á., Sánchez-Álvarez, J. M., Galán, M. A., dan Martín del Valle, E. M. (2017): Development of a nanoparticle system based on a fructose polymer: Stability and drug release studies, *Carbohydrate Polymers*, **160**, 26–33.
- [16] Toyokazu, Y., Masuda, H., Michitaka, S., Ehara, K., Nogi, K., Fuji, M., dan Kenji, T. (2007): *Basic Properties And Measuring Methods Of Nanoparticles*. In Hosokawa, M., Nogi, K., Naito, M., dan Toyokazu, Y., ed., *Nanoparticle Technology Handbook*, Elsevier Inc, 3–17, United Kingdom.

## STUDI PENDAHULUAN EPOKSIDASI MINYAK JARAK DENGAN KONVERSI REAKSI YANG TINGGI

Muhammad Iqbal<sup>a, b</sup>, Remco Arjen Knigge<sup>b</sup>, Lucas Mevius<sup>b</sup>, Francesco Picchioni<sup>b</sup>

<sup>a</sup>Kelompok Keilmuan Kimia Analitik, Institut Teknologi Bandung,

Jalan Ganesha No. 10, 40132, Bandung, Indonesia

<sup>b</sup>Department of Chemical Engineering/Product Technology, University of Groningen, Nijenborgh 4, 9747 AG,

Groningen, The Netherlands

e-mail: iqbal@chem.itb.ac.id

### ABSTRAK

Minyak jarak dari *Jatropha curcas* merupakan salah satu minyak nabati yang pemanfaatannya telah banyak dieksplorasi. Salah satu senyawa turunan minyak jarak (*Jatropha oil*, JO) yang memiliki potensi tinggi untuk dikembangkan adalah minyak jarak terepoksidasi (epoxidized *Jatropha oil*, EJO). Pada penelitian ini, ikatan rangkap pada JO dikonversi menjadi gugus oksiran. Konversi reaksi yang tinggi epoksidasi JO menjadi EJO akan memudahkan tahapan sintesis berikutnya karena tingginya kemurnian EJO yang diperoleh. Metil oleat, metil linoleat, JO telah berhasil diepoksidasi menggunakan asam performat yang dihasilkan secara in situ dari reaksi antara asam format dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Seluruh reaksi dilangsungkan pada temperatur 40 °C. Konversi reaksi dihitung dari hasil pengukuran mempergunakan <sup>1</sup>H-NMR. Hasil reaksi memiliki nilai konversi yang relatif tinggi, berkisar dari 70% hingga konversi penuh. Penambahan pereaksi (asam format dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) secara bertahap memberikan nilai konversi yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan reaksi yang menggunakan pereaksi yang ditambahkan secara sekaligus. Penggunaan toluen sebagai pelarut untuk menggantikan benzen memberikan nilai konversi yang sedikit lebih rendah. Hasil optimum (konversi 95%) diperoleh dari mereaksikan 10 gram JO dengan 5 ml asam format dan 150 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30% w/w) selama 24 jam dalam pelarut toluen.

**Kata kunci:** epoksidasi, minyak jarak, asam format, NMR, konversi tinggi

### PENDAHULUAN

Minyak nabati seperti minyak biji bunga matahari, biji rami, kedelai, dan biji jarak (JO) merupakan sumber daya terbarukan yang telah banyak diteliti untuk berbagai macam aplikasi.<sup>[1-4]</sup> Triglisierida sebagai komponen utama dari minyak nabati, dapat diaplikasikan secara langsung atau juga dibuat senyawa turunannya melalui berbagai rute reaksi, termasuk di dalamnya adalah reaksi epoksidasi, metatesis ikatan rangkap, dan transesterifikasi.<sup>[2,3,5,6]</sup> Di antara reaksi-reaksi tersebut, reaksi epoksidasi merupakan rute reaksi yang cukup penting karena akan menghasilkan gugus oksiran yang relatif reaktif. Gugus oksiran (epoksi) ini kemudian dapat ditransformasi menjadi berbagai gugus fungsi (misal: amina, thiol, hidroksil).<sup>[3,7,8]</sup>

Minyak jarak, *jatropha oil* (JO), memiliki potensi yang tinggi untuk dibuat senyawa turunannya melalui proses epoksidasi menghasilkan minyak jarak terepoksidasi, *epoxidized jatropha oil* (EJO) karena tingginya jumlah ikatan rangkap per molekul triglisierida dari JO (3,2 – 3,8 ikatan rangkap per molekul triglisierida).<sup>[9]</sup> JO diekstraksi dari biji jarak dengan kadar berkisar pada 30-50% (w/w).<sup>[2,3]</sup> Pada beberapa tahun terakhir, penelitian terkait JO lebih banyak berkisar pada penggunaan JO sebagai bahan baku biodiesel.<sup>[2,10,11]</sup> Hampir semua minyak yang dihasilkan dari spesies tumbuhan jarak

bersifat toksik bagi manusia dan hewan. Oleh karena itu, pemanfaatan minyak jarak tidak akan bersaing dengan industri pangan.

Pada penelitian ini, JO serta metil oleat dan metil linoleat (ester lemak paling dominan pada JO) diepoksidasi mengikuti prosedur yang telah dipublikasikan sebelumnya,<sup>[12]</sup> mempergunakan asam format yang dihasilkan secara *in situ* dari reaksi antara asam format dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. EJO merupakan produk antara untuk fungsionalisasi lebih lanjut. Dari aspek kepraktisan, reaksi epoksidasi dengan konversi yang tinggi akan memudahkan pengerjaan rute sintesis secara keseluruhan karena tidak diperlukannya lagi proses pemisahan antara JO yang belum bereaksi dengan produk EJO yang diinginkan. Oleh karena itu, pada penelitian kali ini dilakukan studi terkait reaksi epoksidasi JO yang dapat memiliki nilai konversi reaksi yang tinggi.

## BAHAN DAN METODE

### *Alat*

Pada penelitian ini dipergunakan berbagai alat umum laboratorium seperti gelas kimia, gelas ukur, pipet volume, labu bundar, labu leher tiga, corong pisah, kondensor, corong tetes, neraca analitis, dan *hot plate* yang dilengkapi dengan termokopel dan pengaduk magnetik. Karakterisasi NMR dilakukan mempergunakan <sup>1</sup>H-NMR Varian Mercury Plus 400 MHz dengan mempergunakan pelarut CDCl<sub>3</sub>. Piranti lunak MestRenova dipergunakan untuk pemrosesan spektrum NMR.

### *Bahan*

Metil oleat (methyl cis-9-octadecenoate ≥99%, Sigma-Aldrich), metil linoleat (methyl cis,cis-9,12-octadecadienoate ≥99%, Sigma-Aldrich) dan minyak jarak (3,3 ikatan rangkap per molekul trigliserida, dipress dalam keadaan panas dari biji *Jatropha Curcas L.* yang berasal dari Cape Verde, Afrika) dipergunakan sebagai sumber asam lemak jenuh. Untuk reaksi epoksidasi dipergunakan asam format (ACS Reag Ph Eur ≥99%, Merck Chemicals), H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (*stabilized*, Ph Eur, BP, USP 30%, Merck Chemicals), benzen (ReagentPlus®, thiophene free, ≥99%, Sigma-Aldrich), dan toluen (99,5% Aldrich) langsung dipergunakan tanpa perlakuan pendahuluan. Chloroform-d (CDCl<sub>3</sub>, 99,96 atom% D, Sigma-Aldrich) dipergunakan sebagai pelarut pada analisis NMR.

### *Prosedur Penelitian*

Reaksi epoksidasi diadaptasi dan dikembangkan dari hasil penelitian yang telah dipublikasikan sebelumnya.<sup>[6,12]</sup> Penambahan pereaksi secara bertahap dilakukan untuk meningkatkan nilai konversi reaksi pada skala reaksi yang lebih besar. Ester lemak atau minyak jarak dilarutkan dalam benzen atau toluen (perbandingan mol C=C pada asam lemak: asam format:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:pelarut = 1:1:10:5) ditempatkan di dalam labu bundar leher tiga yang berisi asam format dan dilengkapi dengan sistem kondensor. Hidrogen peroksida kemudian ditambahkan tetes per tetes ke dalam labu, dengan mempertahankan reaksi di 40 °C. Untuk reaksi bertahap, lapisan air yang berisi sisa asam format dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> yang belum bereaksi terlebih dahulu dipisahkan dari reaktor. Selanjutnya, sejumlah tertentu asam format dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ditambahkan mengikuti prosedur yang sama. Rekap komposisi pereaksi dan kondisi reaksi dapat dilihat pada Tabel 1. Setelah reaksi selesai, seluruh fasa air dipisahkan dari campuran reaksi. Dilakukan ekstraksi cair-cair sebanyak lima kali mempergunakan aqua DM untuk memisahkan sisa pereaksi polar yang terlarut di fasa organik. Selanjutnya, pelarut organik diuapkan mempergunakan rotavap. Produk akhir yang diperoleh dikarakterisasi mempergunakan NMR. Perhitungan konversi reaksi dilakukan melalui perhitungan yang didasarkan pada perbandingan puncak gugus epoksi pada produk terhadap puncak ikatan rangkap pada pereaksi dengan

mempergunakan puncak metil terminal sebagai referensi ( $\delta$  0,88 ppm). Secara umum, perhitungan konversi reaksi mengikuti Persamaan 1:

$$\text{Konversi}(\%) = \frac{\text{Luas area sinyal epoksi}}{\text{Luas area sinyal C=C}} \times 100 \quad (\text{Persamaan 1})$$

Konversi metil oleat didasarkan pada sinyal gugus epoksi ( $\delta$  2,8 ppm) pada EMO dan ikatan rangkap C=C ( $\delta$  5,4 ppm) pada MO. Adapun untuk konversi metil linoleat didasarkan pada sinyal gugus epoksi ( $\delta$  2,9 - 3,2 ppm) pada LO dan ikatan rangkap C=C ( $\delta$  5,4 ppm) pada LO. Sedangkan untuk perhitungan konversi JO menjadi EJO dilakukan berdasarkan penjumlahan konversi MO dan LO sebagai ester lemak jenuh utama penyusun JO.

## DISKUSI

Asam lemak tak jenuh yang merupakan komponen utama penyusun trigliserida pada JO adalah asam oleat dan asam linoleat. Ikatan rangkap (C=C) pada asam lemak tersebut merupakan target reaksi epoksidasi, sehingga akan terbentuklah gugus epoksi. Untuk memudahkan studi epoksidasi pada JO, reaksi epoksidasi terlebih dahulu dilakukan pada molekul yang lebih sederhana yaitu ester lemak oleat dan linoleat, dalam hal ini metil oleat (MO) dan metil linoleat (LO). Informasi yang diperoleh dari hasil studi epoksidasi MO dan LO menjadi metil oleat terepoksidasi (EMO) dan metil linoleat terepoksidasi (ELO) kemudian dijadikan dasar untuk sistem reaksi yang lebih rumit, yaitu JO menjadi minyak jarak terepoksidasi (EJO). Kondisi dan hasil yang diperoleh untuk masing-masing reaksi epoksidasi dapat dilihat pada Tabel 1.

**Tabel 1.** Kondisi dan hasil reaksi epoksidasi metil oleat (MO), metil linoleat (LO), dan minyak jarak (JO).

sumber C=C		waktu reaksi (jam)	kecepatan pengadukan (rpm)	penambahan pereaksi lain*	pelarut	konversi (%)
pereaksi	massa (gram)					
MO	1	24	300	1×24 jam	benzen	100
	5	24	300	1×24 jam	benzen	70
	5	24	400	1×24 jam	benzen	93
	5	24	400	2×12 jam	benzen	100
LO	5	24	400	2×12 jam	benzen	96
JO	5	24	400	2×12 jam	benzen	92
	17	96	700	4×24 jam	benzen	100
	10	24	700	1×24 jam	toluen	95
	20	24	700	1×24 jam	toluen	92

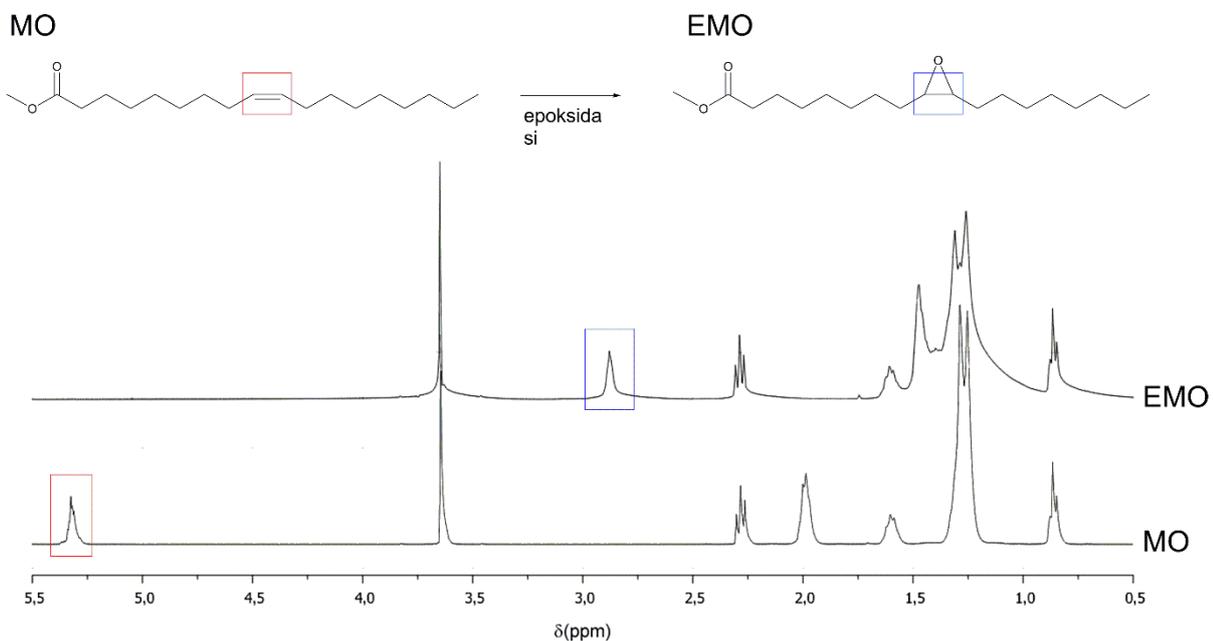
Perbandingan mol ekiv C=C:asam format:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>:pelarut = 1:1:10:5

\* asam format dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>

Reaksi epoksidasi metil oleat dilakukan dalam skala relatif kecil (1-5 gram) mengikuti prosedur yang telah dipublikasikan sebelumnya.<sup>[6,12]</sup> Untuk dua reaksi awal epoksidasi MO dilakukan pada kecepatan pengadukan 300 rpm menggunakan pengaduk magnetik. Terlihat bahwa untuk jumlah MO yang sedikit (1 gram) konversi penuh dapat diperoleh. Akan tetapi, ketika jumlah MO ditingkatkan menjadi 5 gram, konversi reaksi turun menjadi 70%. Untuk meningkatkan konversi reaksi, reaksi ke

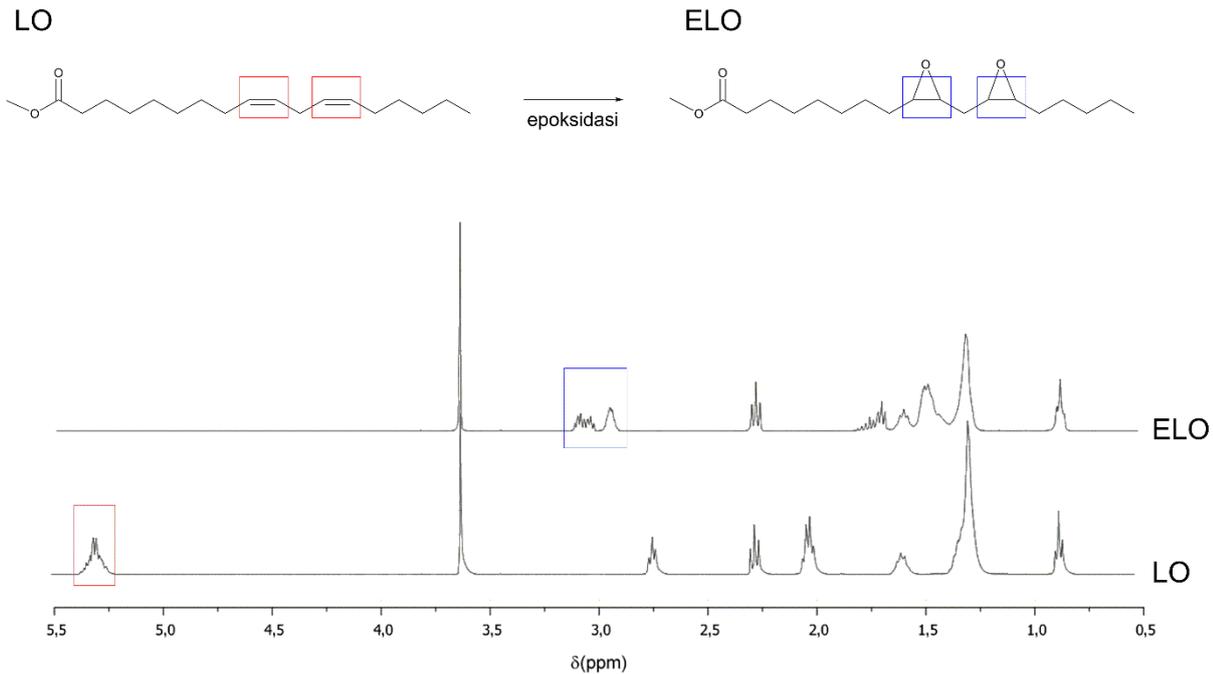
tiga dilakukan dengan pengadukan yang lebih kuat dengan tujuan meningkatkan transfer massa pada sistem. Terjadi peningkatan konversi menjadi 93% namun tetap belum dapat mencapai angka 100% yang telah dicapai pada percobaan dengan MO sebanyak 1 gram. Konversi 100% kembali diperoleh melalui reaksi yang dilangsungkan secara dua tahap ( $2 \times 12$  jam). Penambahan asam format dan  $H_2O_2$  yang dilakukan dalam dua tahap diharapkan akan menggeser kesetimbangan reaksi ke arah produk terepoksidasi (air sebagai hasil dekomposisi  $H_2O_2$  dihilangkan dari sistem).

Spektrum  $^1H$ -NMR untuk reaksi epoksidasi MO menjadi EMO dengan konversi penuh dapat dilihat pada Gambar 1. Hilangnya sinyal di  $\delta$  5,4 ppm yang berasal dari ikatan rangkap C=C pada spektrum NMR EMO mengindikasikan bahwa seluruh MO telah terepoksidasi menjadi EMO. Hal ini dikonfirmasi dengan munculnya puncak gugus epoksi di  $\delta$  2,8 ppm pada spektrum NMR EMO.



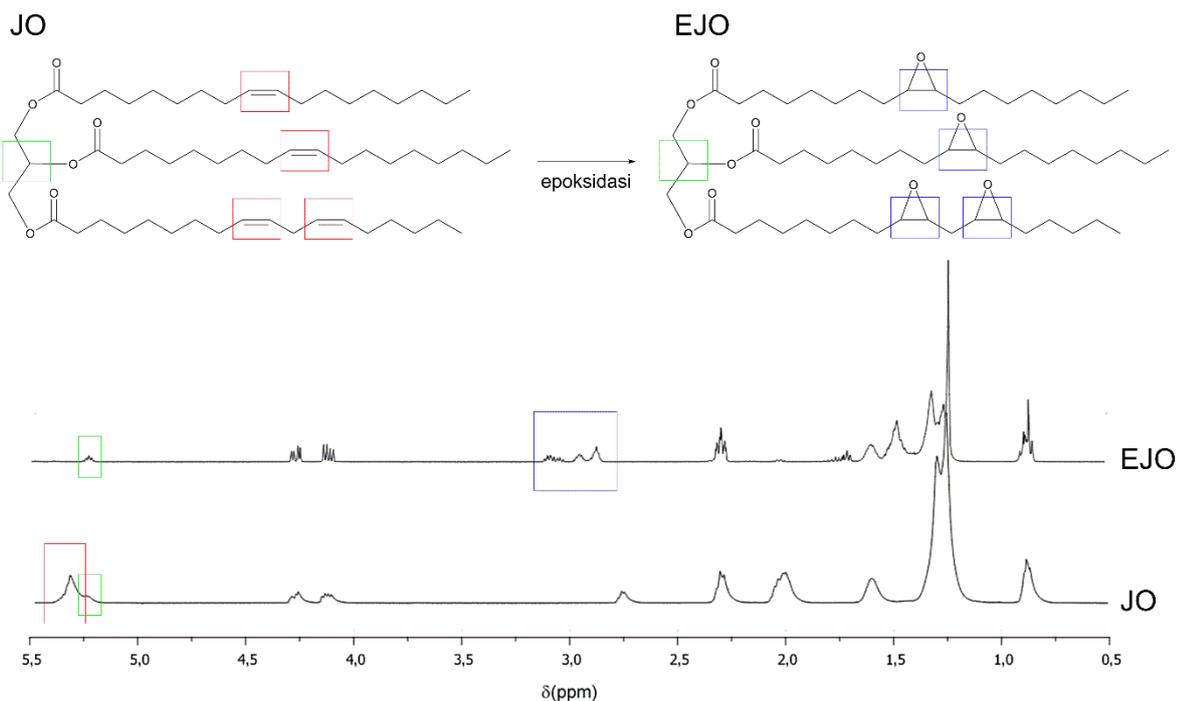
**Gambar 1.** Spektrum  $^1H$ -NMR metil oleat (MO) dan metil oleat terepoksidasi (EMO) dalam pelarut  $CDCl_3$

Epoksidasi LO sebanyak 5 gram didasarkan pada reaksi epoksidasi MO yang telah berhasil memberikan konversi penuh (Tabel 1). Konversi penuh tidak diperoleh dari reaksi epoksidasi ini (konversi 96%). Hal ini mungkin disebabkan oleh lingkungan kimia ikatan rangkap C=C yang berbeda antara MO dan LO. Setelah satu ikatan rangkap pada LO terepoksidasi, gugus oksiran yang terbentuk akan mengurangi aksesibilitas ikatan rangkap tetangganya terhadap asam performat. Spektrum NMR yang diperoleh dari hasil pengukuran LO dan ELO memiliki kemiripan dengan spektrum MO dan EMO. Dengan terepoksidasinya ikatan rangkap pada LO, sinyal dengan  $\delta$  5,4 ppm (C=C) dan  $\delta$  2,8 ppm (proton milik karbon di antara dua ikatan rangkap) pada LO tidak lagi muncul pada spektrum ELO. Puncak baru yang muncul di spektrum ELO pada rentang  $\delta$  2,9 -  $\delta$  3,2 ppm berasal dari proton milik gugus epoksi pada ELO (Gambar 2).



**Gambar 2.** Spektrum <sup>1</sup>H-NMR metil linoleat (LO) dan metil linoleat terepoksidasi (ELO) dalam pelarut CDCl<sub>3</sub>

Metil oleat dan metil linoleat yang diepoksidasi pada penelitian ini semuanya memiliki konfigurasi cis sehingga memberikan spektrum yang bersih untuk MO dan LO. Akan tetapi, produk yang dihasilkan dari reaksi epoksidasi merupakan campuran antara konfigurasi cis- dan trans-. Hal ini ditunjukkan oleh munculnya dua puncak epoksi di δ 3,1 dan δ 3,2 ppm pada ELO. Kombinasi puncak produk yang lebih rumit dapat dilihat pada spektrum NMR JO dan EJO (Gambar 3). Puncak-puncak epoksi pada EJO muncul saling berimpit dari δ 2,8 dan δ 3,2 ppm. Sebagai catatan penting, puncak C=C di δ 5,4 ppm pada JO kini berimpit dengan proton yang berikatan dengan karbon pada pusat struktur gliserol (δ 5,3 ppm). Oleh karena itu, perhitungan luas area yang mewakili ikatan rangkap pada JO harus dikoreksi dengan luas area puncak pada δ 5,3 ppm tersebut. Reaksi oksidasi mempergunakan asam performat yang diikuti dengan ekstraksi cair-cair mempergunakan aqua DM secara signifikan mengurangi jenis dan jumlah "pengotor" yang terdapat di dalam JO. Hal ini dapat dilihat dari spektrum EJO yang secara umum memiliki resolusi yang lebih baik dibandingkan dengan spektrum JO.



**Gambar 3.** Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  minyak jarak (JO) dan minyak jarak terepoksidasi (EJO) dalam pelarut  $\text{CDCl}_3$

Mengikuti prosedur epoksidasi LO, sebanyak 5 gram JO diepoksidasi dengan kondisi reaksi yang sama. Sesuai dengan perkiraan, konversi reaksi yang diperoleh untuk epoksidasi 5 gram JO adalah terendah bila dibandingkan terhadap LO, dan MO (berturut-turut 92%, 96%, dan 100%). Hal ini kembali lagi kemungkinan disebabkan oleh halangan ruang yang lebih besar lagi untuk proses epoksidasi ikatan rangkap pada JO. Pergerakan dinamis tiga buah rantai asam lemak yang terdapat pada struktur trigliserida dan memiliki ukuran relatif panjang (18 atom C) menjadikan akses asam performat terhadap ikatan rangkap menjadi lebih terbatas. Untuk memastikan bahwa reaksi epoksidasi JO dengan sistem yang diselidiki dapat menghasilkan konversi penuh, dilakukan reaksi epoksidasi JO sebanyak 17 gram yang dilakukan selama 4 hari dengan penambahan pereaksi secara bertahap ( $4 \times 24$  jam). Reaksi tersebut berhasil memberikan konversi penuh, namun tentu saja prosedurnya yang dipergunakan tidaklah disukai (waktu reaksi yang lama dan tahapan pengerjaan yang banyak). Kemudian toluen dipergunakan sebagai pelarut untuk menggantikan benzen dengan harapan akan terjadi transfer massa yang lebih baik pada sistem. Perbedaan kepolaran toluen dan benzen ternyata memberikan hasil yang cukup signifikan. Untuk epoksidasi 10 gram JO dalam pelarut toluen memiliki konversi 95%, adapun epoksidasi 20 gram JO memiliki konversi yang sedikit lebih rendah yaitu 92%. Sebagai catatan, seluruh percobaan dengan pelarut toluen hanya dilakukan selama 24 jam dengan penambahan reagen secara langsung. Sehingga untuk sejauh ini, hasil optimum (konversi 95%) diperoleh dari mereaksikan 10 gram JO dengan asam format dan  $\text{H}_2\text{O}_2$  (ditambahkan sekaligus) selama 24 jam dalam pelarut toluen. Serangkaian percobaan yang lebih sistematis diperlukan untuk mendapatkan hasil yang lebih baik lagi.

## KESIMPULAN

Metil oleat, metil linoleat, dan *jatropha oil* telah berhasil diepoksidasi mempergunakan asam performat (hasil reaksi antara asam format dan  $\text{H}_2\text{O}_2$ ) pada temperatur  $40^\circ\text{C}$ . Reaksi epoksidasi yang

dilakukan memiliki nilai konversi yang tinggi, berkisar dari 70%–100%. Penambahan pereaksi (asam format dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) secara bertahap memberikan nilai konversi yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan reaksi yang menggunakan pereaksi yang ditambahkan secara sekaligus. Penggunaan toluen sebagai pelarut untuk menggantikan benzen memberikan nilai konversi yang berbeda. Hasil optimum (konversi 95%) diperoleh dari mereaksikan 10 gram JO dengan asam format dan H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (ditambahkan sekaligus) selama 24 jam dalam pelarut toluen.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis secara pribadi mengucapkan terima kasih kepada University of Groningen yang telah menyediakan beasiswa Ubbo Emmius sebagai sumber finansial utama. Penulis juga menyampaikan ucapan terima kasih kepada Vijay Kalpoe, Henk Bovenkamp, dan H. J. Heeres untuk penyediaan dan karakterisasi minyak jarak yang dipergunakan pada penelitian ini.

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Daniel, L.; Ardiyanti, A.R.; Schuur, B.; Manurung, R.; Broekhuis, A.A.; Heeres, H.J. Synthesis and properties of highly branched jatropha curcas l. Oil derivatives. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* **2011**, *113*, 18-30.
- [2] Galià, M.; de Espinosa, L.M.; Ronda, J.C.; Lligadas, G.; Cádiz, V. Vegetable oil-based thermosetting polymers. *Eur. J. Lipid Sci. Technol.* **2010**, *112*, 87-96.
- [3] Tan, S.G.; Chow, W.S. Biobased epoxidized vegetable oils and its greener epoxy blends: A review. *Polym-Plast Technol.* **2010**, *49*, 1581-1590.
- [4] Xia, Y.; Larock, R.C. Vegetable oil-based polymeric materials: Synthesis, properties, and applications. *Green Chem.* **2010**, *12*, 1893-1909.
- [5] Seniha Güner, F.; Yağcı, Y.; Tuncer Erciyes, A. Polymers from triglyceride oils. *Prog. Polym. Sci.* **2006**, *31*, 633-670.
- [6] Abduh, M.Y.; Iqbal, M.; Picchioni, F.; Manurung, R.; Heeres, H.J. Synthesis and properties of cross-linked polymers from epoxidized rubber seed oil and triethylenetetramine. *J. Appl. Polym. Sci.* **2015**, *132*.
- [7] Corma, A.; Iborra, S.; Velty, A. Chemical routes for the transformation of biomass into chemicals. *Chem. Rev.* **2007**, *107*, 2411-2502.
- [8] Earls, J.D.; White, J.E.; López, L.C.; Lysenko, Z.; Dettloff, M.L.; Null, M.J. Amine-cured  $\omega$ -epoxy fatty acid triglycerides: Fundamental structure–property relationships. *Polymer* **2007**, *48*, 712-719.
- [9] Akbar, E.; Yaakob, Z.; Kamarudin, S.K.; Ismail, M.; Salimon, J. Characteristic and composition of jatropha curcas oil seed from malaysia and its potential as biodiesel feedstock. *Eur. J. Sci. Res.* **2009**, *29*, 396-403.
- [10] Gerpen, J.V. Biodiesel from vegetable oils. In *Biomass to biofuels: Strategies for global industries*, Vertes, A.A.; Qureshi, N.; Blaschek, H.P.; Yukawa, H., Eds. John Wiley & Sons, Ltd.: United Kingdom, 2010.
- [11] Knothe, G.; Dunn, R.O. Biodiesel: An alternative diesel fuel from vegetable oils or animal fats. In *Industrial uses of vegetable oils*, Erhan, S.Z., Ed. AOCS Press: United States of America, 2005.
- [12] Campanella, A.; Fontanini, C.; Baltanás, M.A. High yield epoxidation of fatty acid methyl esters with performic acid generated in situ. *Chem. Eng. J.* **2008**, *144*, 466-475.

## EFEKTIVITAS TEPUNG KULIT PISANG RAJA BULU (*Musa paradisiaca* L. *Var sapientum*) SEBAGAI MEDIA PERTUMBUHAN BAKTERI ASAM LAKTAT (*Lactobacillus casei* dan *Lactobacillus acidophilus*)

Anisa Budiman<sup>a</sup>, Tina Dewi Rosahdi<sup>a</sup>, Asep Supriadin<sup>a</sup>

a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat  
40614, Indonesia  
e-mail: anisabudiman0322@gmail.co.id

### ABSTRAK

Tepung kulit pisang raja bulu (*Musa paradisiaca* L. var *sapientum*) dapat berperan sebagai prebiotik yang dapat menjadi nutrisi untuk pertumbuhan bakteri asam laktat (*Lactobacillus casei* dan *Lactobacillus acidophilus*). Analisis yang dilakukan meliputi analisis pH, total asam, kadar gula reduksi, dan jumlah bakteri. Analisis dilakukan pada fermentasi jam ke -0, -24, -48, dan -72. Analisis pH dilakukan dengan menggunakan pH meter, total asam dengan menggunakan metode titrasi, pengukuran kadar gula reduksi dengan menggunakan metode DNS, serta pengukuran jumlah bakteri dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Hasil fermentasi oleh bakteri *Lactobacillus casei* selama 72 jam didapatkan nilai pH semakin asam yaitu berkisar 5,3-5,1, kadar total asam laktat meningkat berkisar 0,1786%-0,4620%, kadar gula reduksi menurun yaitu berkisar 2,4771 mM-1,5690 mM dan jumlah bakteri meningkat berkisar  $2,29 \times 10^{10}$  sel/mL -  $4,08 \times 10^{10}$  sel/mL. Fermentasi oleh bakteri *Lactobacillus acidophilus* selama 72 jam didapatkan nilai pH semakin asam yaitu berkisar 5,7-5,3, kadar total asam laktat meningkat berkisar 0,2798%-0,306%, kadar gula reduksi menurun berkisar 3,7183 mM -1,6487 mM dan jumlah bakteri berkisar  $8,35 \times 10^9$  sel/mL-  $9,23 \times 10^9$  sel/mL. Hasil penelitian menunjukkan bahwa bakteri asam laktat *Lactobacillus casei* memiliki kemampuan tumbuh yang lebih baik pada media tepung kulit pisang raja bulu dibandingkan dengan bakteri asam laktat *Lactobacillus acidophilus*.

**Kata kunci:** Bakteri asam laktat, Prebiotik, Probiotik.

### PENDAHULUAN

Dalam kehidupan modern ini, semakin banyak perkembangan dalam hal makanan, khususnya makanan untuk manusia. Makanan merupakan suatu hal penting yang harus diperhatikan, karena makanan merupakan salah satu faktor keberlangsungan hidup manusia. Namun yang harus diperhatikan dalam hal makanan itu tidak hanya terletak pada cita rasanya saja melainkan juga makanan yang dikonsumsi hendaklah memenuhi kebutuhan gizi agar tubuh tetap sehat. Hal yang dapat menunjang dalam makanan pada era modernisasi ini yaitu pangan fungsional. Salah satu produk pangan yang biasa dikembangkan dalam pangan fungsional yaitu probiotik. Dimana probiotik ini memiliki fungsi yang baik terhadap tubuh terutama dalam saluran pencernaan, karena pada saluran pencernaan inilah zat-zat gizi dapat diserap. Bakteri yang dapat digunakan untuk probiotik ini yaitu bakteri asam laktat. Bakteri asam laktat yang digunakan adalah bakteri dari jenis *Lactobacillus*, yaitu *Lactobacillus casei* dan *Lactobacillus acidophilus*, kedua bakteri ini digunakan karena merupakan bakteri yang normal untuk digunakan sebagai probiotik dan memiliki ketahanan terhadap lambung cukup tinggi, serta memiliki kemampuan untuk tahan hidup sampai usus besar

[1]. Kedua bakteri ini juga dapat menyerap bahan-bahan berbahaya, serta dapat menghambat dan membunuh bakteri patogen [2].

Untuk meningkatkan populasi BAL maka dapat disiasati dengan memberikan substrat-substrat yang dapat dicerna oleh bakteri tersebut, Prebiotik merupakan salah satu substrat yang dapat digunakan oleh BAL. Prebiotik itu sendiri dapat diartikan sebagai nutrient bagi bakteri yang meliputi karbohidrat dan serat pangan yang melindungi penyerapan dalam usus halus mencapai usus besar ketika sebagian besar bakteri berkembang [3]. Salah satu prebiotik yang dapat digunakan yaitu kulit pisang. Dalam kehidupan sehari-hari kulit pisang biasanya hanya dijadikan sebagai limbah, namun ternyata kulit pisang memiliki banyak manfaat yaitu dapat membantu pertumbuhan BAL. Kulit pisang yang digunakan adalah kulit pisang raja bulu. Karena kulit pisang ini memiliki tekstur yang lebih tebal serta kandungan pati yang cukup tinggi [4]., selain itu terdapat banyak kandungan zat gizi seperti karbohidrat, protein, mineral yang tinggi [5]. Kandungan zat gizi yang lengkap pada kulit pisang raja bulu dapat dilihat pada **Tabel 1**.

**Tabel 1.** Kandungan Zat Gizi Kulit Pisang Raja Bulu

Zat Gizi	Jumlah
Karbohidrat	59,90%
Lemak	1,94%
Protein	0,90%
Kalsium	645 mg/100g
Fosfor	0,06%
Besi	1,6 mg/100g
Vitamin B	0,1 mg/100g

## BAHAN DAN METODA

### Alat

Cawan petri, jarum ose, batang pengaduk, spatula, kaca arloji, refrigerator, labu erlenmeyer, blender, shaker inkubator, laminar flow, inkubator, tabung reaksi, buret, klem statif saringan 120 mesh, oven, mikro pipet, autoklaf, dan pH meter, serta instrument spektrofotometer UV-Vis.

### Bahan

Kulit pisang raja bulu (*Musa paradisiaca* L. var *sapientum*) didapatkan dipasar Ujung berung, bakteri asam laktat (*Lactobacillus casei* dan *Lactobacillus acidophilus*) didapatkan di Politeknik Kesehatan Bandung, akuades, media de Man Rogosa Sharpe (MRS) broth, media de Man Rogosa Sharpe (MRS) agar, Dinitrosalisilat (DNS), Natrium Hidroksida (NaOH), Besi (III) Klorida ( $\text{FeCl}_3$ ), Barium Klorida ( $\text{BaCl}_2$ ), Asam Oksalat ( $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ), fenolftalein, plastik wrap, aluminium foil, tips, alkohol, buffer pH 4 dan 7.

### Prosedur Penelitian

#### Preparasi Sampel Pembuatan Tepung Kulit Pisang Raja Bulu

Kulit pisang raja bulu sebanyak 5 kg, dicuci dan ditiriskan, kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 100 °C selama kurang lebih 3 hari. kemudian dilakukan penggilingan dengan menggunakan blender, perlakuan terakhir yaitu melakukan pengayakan dengan saringan 120 mesh. Dilakukan analisis total asam, pH, dan gula reduksi.

### **Pembuatan Stok Kultur Bakteri Asam Laktat**

Bakteri *Lactobacillus casei* dan *Lactobacillus acidophilus* dipindahkan ke media padat MRS agar dengan menggunakan jarum ose, setelah itu inkubasi pada suhu 37 °C selama 2 hari sehingga didapatkan stok kultur. Stok kultur disimpan di refrigerator pada suhu 4 °C dan regenerasi setiap 3 minggu sekali.

### **Pembuatan Kurva Pertumbuhan Bakteri**

Pada pembuatan kurva pertumbuhan bakteri hal yang pertama dilakukan yaitu sterilisasi media cair MRS broth sebanyak 500 mL, setelah steril BAL diinokulasikan pada media cair tersebut, kemudian diinkubasi pada suhu 37 °C, setelah itu Setiap selang waktu 1 jam dilakukan pengukuran absorbansi selama 48 jam.

### **Pembuatan Starter**

Starter dibuat dengan menggunakan media MRS broth steril sebanyak 100 mL dalam erlenmeyer steril, kemudian dua ose kultur bakteri asam laktat diinokulasikan pada media cair tersebut, media kultur diinkubasi pada suhu 37 °C. Starter dapat digunakan pada waktu fase eksponensial masing-masing BAL.

### **Fermentasi Tepung Kulit Pisang Raja Bulu**

Tepung kulit pisang raja bulu sebanyak 5 gram ditambahkan dengan 100 mL aquades, kemudian dihomogenkan, setelah itu disterilisasi dengan autoklaf pada suhu 121 °C selama 15 menit. Setelah steril pada larutan tepung tersebut diinokulasi kultur starter sebanyak 3% (v/v), dan diinkubasi pada suhu 37 °C selama 3 hari. selanjutnya dilakukan analisis pH, total asam tertitrasi, kadar gula reduksi, dan jumlah bakteri. Analisis sampel dilakukan pada fermentasi ke-0, -24,-48,dan-72.

### **Analisis pH**

Analisis pH dilakukan dengan menggunakan pH meter. pH meter dikalibrasi terlebih dahulu dengan menggunakan buffer pH 4 dan pH 7. Sebelumnya elektroda dibilas terlebih dahulu dengan akuades dan dikeringkan. Elektroda dicelupkan kedalam larutan sampel dan set pengukuran pH sampai pembacaan stabil, pH sampel dicatat.

### **Analisis Total Asam**

Sepuluh mL larutan sampel dititrasi dengan larutan standar 0,1 N NaOH dengan ditambahkan indikator fenolftalein sebanyak 3 tetes, titik akhir titrasi ditandai dengan berubahnya warna menjadi merah.

### **Analisis Gula Reduksi**

Analisis gula reduksi ini dilakukan dengan metode DNS (*Dinitrosalicylic acid*). Yang pertama yaitu sampel dipipet sebanyak 50 µL, kemudian ditambahkan dengan 50 µL akuades dan 50 µL DNS, setelah itu dipanaskan pada air mendidih selama 10 menit, kemudian didiamkan disuhu ruang beberapa saat, dan dilakukan penambahan aquades kembali sebanyak 900 µL dan perlakuan terakhir yaitu diukur absorbansinya pada panjang gelombang 500 nm dengan spektrofotometer UV-Vis.

### **Analisis Jumlah Sel Bakteri**

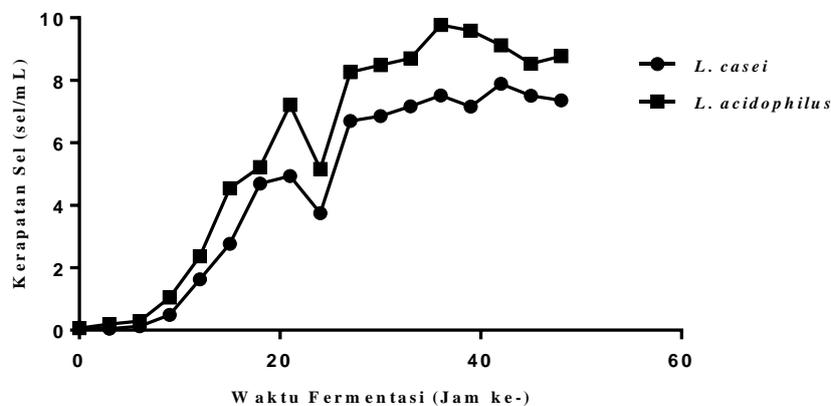
Sebanyak 2 mL sampel dimasukan kedalam kuvet, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 610 nm. Jumlah sel bakteri dihitung menggunakan standar Mc Farland.

## DISKUSI

### Kurva Pertumbuhan Bakteri Asam Laktat

Kurva pertumbuhan bakteri asam laktat dibuat dengan menggunakan media MRS broth, pembuatan kurva ini bertujuan untuk mengetahui waktu optimum dari masing-masing bakteri. Berdasarkan Gambar 1. kurva tersebut menunjukkan tiga fase, yaitu fase lag, fase eksponensial, dan fase stasioner. Baik untuk bakteri *L. casei* maupun bakteri *L. acidophilus* fase lag terjadi pada jam ke-6 yang mana pada jam tersebut menunjukkan bahwa pertumbuhan bakteri masih berjalan lambat dikarenakan bakteri berada pada kondisi menyesuaikan dengan lingkungan. Menurut penelitian (Fardiaz, 1992) terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi panjang atau pendeknya fase lag diantaranya yaitu banyaknya jumlah sel yang diinokulasikan, kondisi fisiologis dan morfologis, serta medium yang digunakan untuk pertumbuhan bakteri tersebut [6].

Sedangkan untuk fase eksponensial pada bakteri *L. acidophilus* terjadi pada jam ke- 36 dan pada bakteri *L. casei* terjadi pada jam ke- 42. Fase eksponensial ini menunjukkan bahwa pertumbuhan optimum dari masing-masing bakteri asam laktat sehingga dapat dilihat dari pertumbuhan yang meningkat dan membentuk kurva eksponensial, hal ini setara dengan yang diungkapkan pada penelitian (Reiny, 2012) bahwasanya pada fase ini menunjukkan terjadinya pembelahan biner sehingga massa menjadi dua kali lipat akibat adanya aktifitas metabolisme konstan sehingga terjadilah pertumbuhan optimum [7]. Kemudian fase selanjutnya yaitu fase stasioner, untuk bakteri *L. casei* fase stasioner terjadi pada jam ke- 43 dan bakteri *L. acidophilus* pada jam ke- 37. Hal ini dapat terjadi karena bakteri mengalami kekurangan nutrisi, sehingga mempengaruhi terhadap pertumbuhan yang mengalami penurunan.



**Gambar 1.** Kurva Pertumbuhan Bakteri Asam Laktat

### Tepung Kulit Pisang Raja Bulu

Pembuatan tepung kulit pisang raja bulu ini dilakukan melalui beberapa tahap, diawali dengan memisahkan antara kulit pisang dengan buahnya, setelah itu dilakukan pencucian pada kulit pisang dengan air bersih agar kotoran-kotoran yang menempel pada kulit pisang terpisah, selanjutnya ditiriskan beberapa saat, dilanjutkan dengan pemanasan yang dilakukan selama 3 hari pada suhu 100°C hal ini dilakukan agar mempermudah kulit pisang ketika penyaringan dikarenakan berkurangnya kadar air.

Setelah kering kulit pisang tersebut diblender hingga hancur, kemudian disaring dengan saringan 120 mesh. kulit pisang yang sudah selesai dipreparasi dilakukan analisis yaitu analisis pH, total asam, dan gula reduksi.

### Fermentasi Tepung Kulit Pisang Bulu (*Musa textillia*)

Fermentasi tepung kulit pisang raja bulu oleh bakteri asam laktat *L. casei* dan *L. acidophilus* dilakukan selama 72 jam, hal ini dilakukan berdasarkan penelitian sebelumnya. Kemudian dilakukan analisis pH, total asam, gula reduksi, dan jumlah bakteri pada jam ke-0, -24, -48, dan -72. Fermentasi ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh bakteri asam laktat *L. casei* dan *L. acidophilus* dalam sampel tepung kulit pisang raja bulu selama proses analisis.

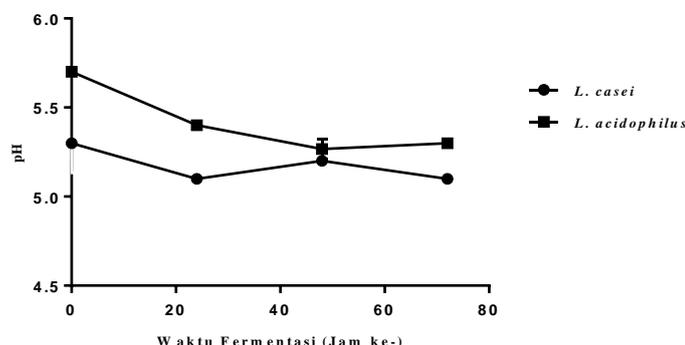
### Analisis pH

Analisis pH dilakukan pada sampel sebelum fermentasi dan fermentasi, hal ini dilakukan untuk mengetahui derajat keasaman dari sampel tersebut. Hasil analisis pH tanpa dilakukan fermentasi didapatkan sebesar 6,4. Dari Gambar 2. dapat dilihat bahwa nilai pH pada bakteri *L. casei* cenderung menurun, yang mana nilai pH awal pada jam ke 0 yaitu 5,3, pada jam ke 72 yaitu 5,1 begitupun yang terjadi pada bakteri *L. acidophilus* yang memiliki pH awal 5,7 pada jam ke -0 sedangkan pada jam ke-72 pH yang diperoleh sebesar 5,3.

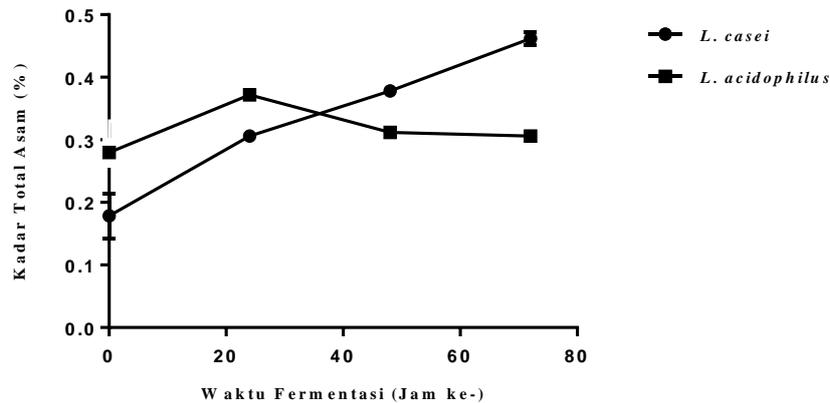
Terjadinya penurunan pada nilai pH ini disebabkan karena sampel kulit pisang raja bulu yang digunakan mengandung glukosa, sehingga glukosa inilah yang digunakan oleh mikroorganisme tersebut untuk pertumbuhannya, glukosa ini dimanfaatkan oleh bakteri asam laktat *L. casei* dan *L. acidophilus* menjadi sumber energi dan dimetabolisme sehingga menghasilkan asam organik asam laktat yang mengubah keadaan fisiologis sel. Dengan adanya penurunan pH ini menunjukkan bahwa tingkat keasaman semakin tinggi sehingga dapat mencegah kontaminasi mikroba patogen dan mikroba pembusuk [8].

### Analisis Total Asam

Analisis total asam dilakukan untuk menentukan kadar asam laktat yang terkandung dalam sampel tepung kulit pisang raja bulu. Untuk hasil dari analisis total asam sebelum fermentasi didapatkan sebesar 0,2262%. Sedangkan untuk hasil analisis total asam dengan fermentasi dapat dilihat pada **Gambar 3**



**Gambar 2.** Grafik pH



**Gambar 3.** Grafik Total Asam

Dari **Gambar 3** diatas dapat diketahui bahwa untuk bakteri *L.casei* memiliki kadar total asam yang semakin naik yaitu bermula pada jam ke-0 memiliki kadar 0,1786% dan pada jam ke -72 kadarnya 0,462%. Berbeda halnya dengan yang terjadi pada bakteri *L. acidophilus* yang bermula pada jam ke-0 memiliki kadar total asam 0,2798% menjadi 0,3720% pada jam ke 24. Namun penurunan terjadi pada jam ke- 48 dan 72 yaitu kadar total asam sebesar 0,3120% dan 0,306%.

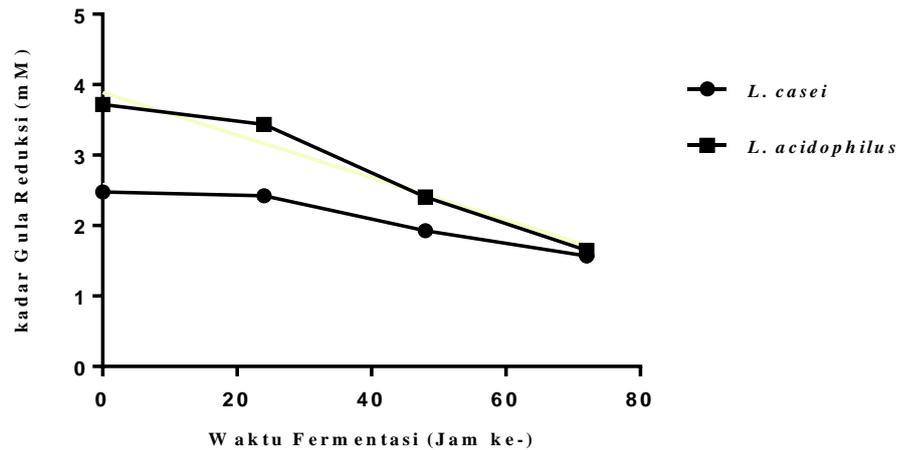
Kenaikan kadar total asam ini disebabkan oleh adanya aktivitas bakteri pembentuk asam laktat mengubah glukosa yang terdapat dalam sampel tepung kulit pisang raja bulu hasil fermentasi menjadi asam laktat dalam keadaan anaerob [9]. proses yang terjadi dalam perubahan glukosa menjadi asam laktat yaitu proses glikolisis. Pada awalnya penurunan pH disertai dengan naiknya total asam, namun tidak setiap keadaan terjadi demikian, hal ini disebabkan karena ketika total asam mengalami kenaikan maka bakteri asam laktat sedang memproduksi asam laktat dari glukosa yang merupakan sumber karbon utama sebagai nutrisi untuk pertumbuhannya, ketika pada jam ke-48 bakteri asam laktat menggunakan sumber cadangan karbon yang lain sehingga terjadi penurunan kadar total asam [10].

### Analisis Gula Reduksi

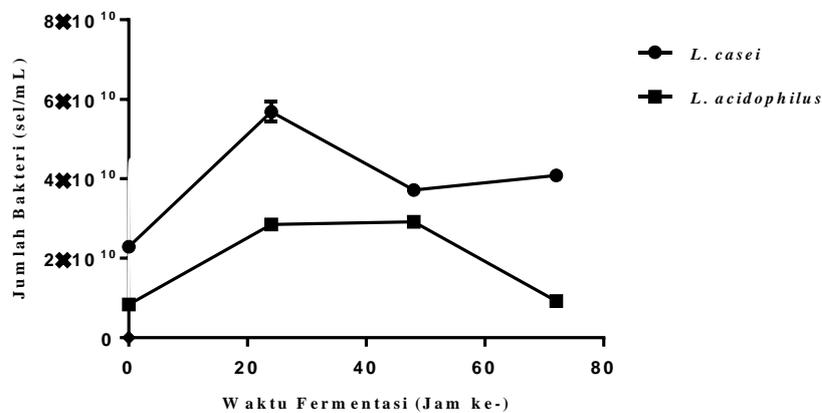
Analisis ini dilakukan untuk mengetahui kadar gula reduksi yang digunakan oleh bakteri asam laktat. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada **Gambar .4**.

Hasil pengukuran yang didapat yang terlihat dalam Gambar 4. baik bakteri *L. casei* maupun bakteri *L. acidophilus* cenderung mengalami penurunan. Pada bakteri *L. casei* pada jam ke-0 kadar gula reduksinya sebesar 2,4771 mM sedangkan pada jam ke-72 hanya 1,5690 mM. Untuk bakteri *L. acidophilus* kadar gula reduksi di jam ke-0 sebesar 3,7183 mM dan pada jam ke-72 sebesar 1,6487 mM.

Penurunan kadar gula reduksi tersebut menunjukkan bahwa dari jam ke-0 sampai jam ke-72 kadar gula reduksi yang



**Gambar 4.** Grafik Gula Reduksi



**Gambar 5.** Grafik Jumlah Bakteri

digunakan oleh bakteri asam laktat semakin menurun, hal ini disebabkan karena gula reduksi yang terdapat pada sampel tepung kulit pisang raja bulu hasil fermentasi digunakan sebagai nutrisi yaitu untuk sumber karbon dalam pertumbuhannya, energi, dan juga untuk sintesis asam laktat [3]. Penurunan kadar gula reduksi ini berarti bahwa semakin sedikitnya asam 3-amino 5-nitrosalisilat yang terbentuk, karena semakin tinggi absorbansi yang diserap maka membuktikan bahwa semakin tinggi kadar gula reduksi yang dihasilkan.

## Analisis Jumlah Bakteri

Analisis jumlah bakteri dilakukan untuk mengetahui jumlah bakteri setiap mL selama 72 jam. Jumlah bakteri yang telah dianalisis dapat dilihat pada **Gambar 5**. Dari gambar tersebut dapat diketahui bahwa pertumbuhan yang terjadi pada bakteri asam laktat *L. casei* maupun *L. acidophilus* cenderung naik turun. Pada bakteri *L. casei* di jam ke-0 mengalami pertumbuhan jumlah bakteri sebesar  $2,29 \times 10^{10}$  sel/mL, pada jam ke-24 sebesar  $5,68 \times 10^{10}$  sel/mL, namun penurunan terjadi pada jam ke-48 yaitu sebesar  $3,72 \times 10^{10}$  sel/mL, dan pada jam ke-72 pertumbuhan jumlah bakteri menjadi mengalami peningkatan kembali yaitu  $4,08 \times 10^{10}$  sel/mL. Begitupun Pada bakteri *L. acidophilus* pertumbuhan jumlah bakteri terus mengalami peningkatan dari jam ke-0 yang bermula pertumbuhannya sebesar  $8,35 \times 10^9$  sel/mL hingga jam ke-48 mencapai  $2,91 \times 10^{10}$  sel/mL, namun pada jam ke-72 jumlah bakteri mengalami penurunan yaitu jumlahnya sebesar  $9,23 \times 10^9$  sel/mL.

Terjadinya peningkatan jumlah sel bakteri ini dapat dipengaruhi oleh lamanya waktu fermentasi, karena dengan hal ini bakteri akan semakin aktif dalam berkembang biak sehingga kemampuan untuk memecah substansi pun akan semakin besar. dengan adanya substrat tersebut sehingga memungkinkan terjadinya metabolisme bakteri kembali. Kenaikan jumlah sel bakteri juga dapat dipengaruhi oleh nutrisi yang cukup dalam melakukan pembelahan sel. Seperti halnya yang terjadi pada bakteri *L. casei*, penurunan yang terjadi pada jam ke-48 disebabkan karena bakteri tersebut sedang membutuhkan nutrisi untuk tumbuh kembali, maka dari itu pada jam ke-72 kenaikan ini disebabkan karena nutrisi yang diperlukan oleh bakteri terpenuhi kembali akibat kandungan yang terdapat dalam sampel kulit pisang raja bulu.

Tetapi berbeda dengan penurunan jumlah bakteri yang terjadi pada *L. acidophilus*, penurunan ini diduga bahwa bakteri mengalami fase stasioner atau kematian, akibat dari kekurangan nutrisi, karena menurut (Rukmi, dkk 2004) pertumbuhan sel mikroba dalam medium fermentasi cenderung mengalami peningkatan selama terpenuhinya nutrisi yang dibutuhkan untuk pertumbuhan. sampel kulit pisang raja bulu yang dijadikan sebagai media pertumbuhan ini memiliki banyak kandungan yang dijadikan sebagai nutrisi, seperti lemak, protein, kalsium, fosfat, zat besi, Vitamin B, Vitamin C, dan air [11].

## KESIMPULAN

1. Tepung kulit pisang raja bulu efektif untuk dijadikan sebagai media pertumbuhan bakteri asam laktat *Lactobacillus casei* dan *Lactobacillus acidophilus*.
1. Bakteri *Lactobacillus casei* tumbuh lebih baik di media tepung kulit pisang raja bulu dibandingkan dengan bakteri *Lactobacillus acidophilus*.
2. Hasil analisis dari semua parameter menunjukkan bahwa tepung kulit pisang raja bulu dapat dijadikan sebagai pangan fungsional.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] L. Y. Febriyanti and J. Kusnadi, "Pengaruh Penambahan Tepung Kulit Buah Pisang terhadap Pertumbuhan Bakteri (*Lactobacillus casei*) pada Es Krim Probiotik," *Jurnal Pangan dan Agroindustri*, vol. 3, pp. 1694-1700, September 2015.
- [2] Widodo, *Bioteknologi Industri Susu*, Yogyakarta: Lacticia Press, 2003.

- [3] T. W. Suryana, "Efektivitas Sari Kacang Hijau (*Phaseolus radiatus* L.) Sebagai Media Pertumbuhan Bakteri Asam Laktat (*Lactobacillus acidophilus* dan *Lactococcus lactis*)," Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati Bandung, Bandung, 2012.
- [4] M. Nanti, "Kajian Kandungan dan Karakteristik Pati Resisten dari beberapa Varietas Pisang.," *Teknologi Hasil Industri dan Hasil Pertanian*, vol. 14, no. 1, 2009.
- [5] R. H. Stover and N. W. Simmonds, *Bananas Tropical Agricultura Series*, Singapore: Longman Scientific and Technical, 1987, pp. 86-101.
- [6] S. Fardiaz, "Mikrobiologi Pengolahan Pangan," pp. 3-23, 1992.
- [7] S. S. Reiny, "Potensi *Lactobacillus acidophilus* ATCC 4796 sebagai Biopreservatif pada Rebusan Daging Ikan Tongkol," pp. 604-603, 2012.
- [8] H. S. Nur, "Pembentukan Asam Organik oleh Isolat Bakteri Asam Laktat pada Media Daging Buah Durian (*Durio zibethinus* Murr.)," *Bioscintiae*, vol. 2, pp. 15-24, 2005.
- [9] K. A. Buckle, R. A. Edward, G. H. Fleet and W. , *Ilmu Pangan.*, Jakarta: Terjemahan:H. Purnomo dan Adiono. UI Press, 1987.
- [10] A. Y. Thamime and R. K. Robinson, *Yoghurt, Science and Technology*, New York: CRC Pr, 2007.
- [11] Rukmi, "Pembuatan Starter Kering Kultur Campuran Bakteri Asam Laktat dan *Saccharomyces cereviceae* untuk Proses Fermentasi Produk Sereal Instan," *Jurnal. Tek. Pert*, 2004.

## IDENTIFIKASI KEMAMPUAN $\alpha$ -AMILASE DARI *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> DALAM MENDEGRADASI DAN MENGADSORPSI PATI MENTAH

Tia Bestiana Nur Azizah <sup>a</sup>, Tina Dewi Rosahdi <sup>a</sup>, Anggita Rahmi Hafsari <sup>b</sup>

a) Jurusan Kimia, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat  
40614, Indonesia

b) Jurusan Biologi, Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati, Jalan A.H. Nasution, Cibiru, Bandung, Jawa Barat  
40614, Indonesia

e-mail: tiabestiana@gmail.com

### ABSTRAK

$\alpha$ -Amilase dari isolat *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> yang diperoleh dari *Rhizosphere* karst menunjukkan kemampuan mendegradasi dan mengadsorpsi pati mentah dengan aktivitas spesifik ekstrak kasar dan hasil pengendapan ammonium sulfat 60% yaitu 3,0043 U/mg dan 5,9803 U/mg. Pati mentah yang diuji yaitu pati gandum, beras, singkong, kentang dan jagung dengan persentase derajat hidrolisis pada kisaran 50-79 % dan persentase adsorpsi pada kisaran 29-69 %. Pati gandum menunjukkan persentase derajat hidrolisis tertinggi yang diikuti oleh jagung, beras, tapioka dan kentang, sedangkan pati beras menunjukkan persentase derajat adsorpsi tertinggi yang diikuti oleh pati singkong, gandum, beras dan kentang. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan pola pemecahan  $\alpha$ -amilase membentuk lubang pada permukaan pati sereal, pengelupasan permukaan butir pati umbi-umbian dan pola pemecahan keduanya.

**Kata kunci:** Adsorpsi; Hidrolisis; *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>;  $\alpha$ -Amilase; Pati mentah

### PENDAHULUAN

Proses konversi pati dengan suatu katalis menjadi senyawa turunannya dapat menghasilkan suatu produk yang bernilai lebih. Hidrolisis pati dapat dilakukan dengan dua cara, menggunakan asam dan enzim pemecah pati, contohnya dari golongan amilase [1].  $\alpha$ -Amilase adalah salah satu enzim dari golongan amilase sebagai katalis yang berperan penting dalam proses konversi pati dan banyak digunakan pada bidang industri, pertanian, energi dan kesehatan [2].  $\alpha$ -Amilase dapat digunakan dalam berbagai aplikasi, di antaranya untuk produksi gula cair dan etanol, untuk proses *desizing* dan *coating* pada industri tekstil dan kertas, sebagai zat aditif detergen dan aplikasi biomedis [3]. Hidrolisis pati atau pemecahan pati merupakan proses pemecahan ikatan glikosida dalam molekul pati [1]. Proses hidrolisis pati menjadi produk turunannya melalui tiga tahapan utama yaitu gelatinisasi, likuifikasi dan sakarifikasi [4]. Gelatinisasi merupakan proses pemanasan pati di atas suhu gelatinisasinya. Proses ini memerlukan energi yang tinggi sehingga meningkatkan biaya hidrolisis bahan berpati [1]. Amilase dengan kemampuan memecah pati mentah banyak diminati karena memiliki kemampuan dalam menghidrolisis pati mentah tanpa melalui proses gelatinisasi sehingga menurunkan biaya produksi hidrolisis bahan berpati.

Amilase pemecah pati mentah (APPM) dapat diisolasi dari berbagai macam mikroba yaitu bakteri dan jamur [2]. Penelitian mengenai amilase pemecah pati mentah yang bersumber dari genus *Bacillus* yang pernah dilakukan seperti *Bacillus amyloliquifaciens* ABBD yang bersumber dari bakteri laut tropis [5]; *Bacillus Aquamaris* MKSC 6.2 bersumber dari kultur *marine* [6]; *Bacillus Subtilis* 65 bersumber dari tanah [7]; dan *Bacillus licheniformis* ATCC 9945a [8], masing-masing memiliki

spesifitas substrat tertentu serta memiliki kemampuan menghidrolisis dan mengadsorpsi pati yang berbeda. Penelitian ini bertujuan mengidentifikasi  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> isolat bakteri dari *rhizosphere* karst Citatah Bandung [9] dalam menghidrolisis dan mengadsorpsi pati mentah.

Hidrolisis pati mentah berkaitan erat dengan kemampuannya mengadsorpsi pati mentah. Beberapa jenis  $\alpha$ -amilase dengan kemampuan menghidrolisis pati mentah dapat mengadsorpsi pati mentah dan tidak dapat mengadsorpsi pati mentah [10]. Kemampuan mengadsorpsi pati mentah tersebut menunjukkan adanya domain tambahan di luar sisi aktif enzim sebagai domain pengikat pati atau *Starch Binding Domain* (SBD) [3]. SBD berperan pada reaksi heterogen antara pati dengan enzim dalam suatu proses hidrolisis [11].

## BAHAN DAN METODE

### *Alat*

Alat yang digunakan cawan petri, tabung valcon, labu erlenmeyer, tabung reaksi, gelas kimia, pipet ukur, labu ukur, autoklaf, shaker inkubator, pH meter, alat sentrifugasi, *hotplate*, pipet mikro, instrumentasi spektrofotometer UV-Vis dan SEM (*Scanning electron microscopy*).

### *Bahan*

Bahan yang digunakan bakteri *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>, NA (*Nutrien Agar*) dan TSB (*Trypticase Soy Broth*), reagen DNS, alkohol 70%, akua DM, membran selopan, bufer kalium fosfat 50 mM pH 7; bufer natrium fosfat 50 mM pH 7; bufer fosfat sitrat 50 mM pH 6, HCl 1 M, ammonium sulfat, reagen Bradford, BSA (*Bovine Serume Albumin*), sampel pati mentah gandum, beras, tapioka, jagung dan kentang.

## PROSEDUR PENELITIAN

### *Kultivasi bakteri dan isolasi $\alpha$ -amilase dari Bacillus sp K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub>*

Kultur bakteri pada media padat dikultivasi ke dalam media cair *Tryptic Soy Broth* (TSB) yang telah disterilisasi pada suhu 121°C selama 15 menit, kemudian diinkubasi menggunakan *shaker* inkubator pada suhu 35°C selama 18 jam dengan kecepatan 150 rpm [12]. Media cair hasil kultivasi disentrifugasi pada 4000 rpm selama 15 menit. Supernatan atau ekstrak kasar enzim difraksinasi dengan garam ammonium sulfat pada fraksi optimum 60 % [13]. Endapan enzim yang dihasilkan dilarutkan dalam bufer natrium fosfat pH 7.

### *Penentuan aktivitas $\alpha$ -amilase*

Aktivitas  $\alpha$ -amilase ditentukan dengan menginkubasi 25  $\mu$ L ekstrak kasar enzim dan 25  $\mu$ L pati terlarut 1% b/v dalam 50 mM bufer fosfat sitrat pH 7.0 pada suhu 40 °C selama 10 menit. Campuran reaksi ditambahkan 50  $\mu$ L reagen DNS dan disimpan pada penangas air mendidih selama 10 menit. Campuran reaksi ditambahkan akua DM hingga volume total 1 mL. Absorbansi ditentukan dengan spektrofotometer UV Vis pada 500nm [14].

### *Penentuan kadar total protein $\alpha$ -amilase*

Kadar total protein ditentukan dengan metode Bradford dengan menambahkan 500  $\mu$ L pereaksi Bradford ke dalam 500  $\mu$ L larutan enzim kemudian absorbansinya diukur pada 595 nm [15].

### **Uji Kualitatif Aktivitas $\alpha$ -Amilase**

Uji kualitatif  $\alpha$ -amilase menggunakan metode Fuwa dengan menambahkan larutan iodin (2% KI dan 0,2% I<sub>2</sub>) pada media padat kultur bakteri yang telah ditambahkan 1 % pati [12].

### **Karakterisasi : Hidrolisis dan adsorpsi pati mentah**

Identifikasi kemampuan  $\alpha$ -amilase dalam menghidrolisis pati mentah ditentukan dengan menginkubasi larutan 1% b/v pati dalam enzim sebanyak 0,15 mL dan bufer fosfat sitrat 50 mM pH 6 hingga volume total 0,2 mL masing-masing pada suhu 40°C dan 27 °C selama 24 jam. Campuran reaksi disentrifugasi pada 4000 rpm selama 15 menit. % DH ditentukan dengan mencampurkan 0,05 mL supernatan dan 0,05 mL reagen DNS kemudian ditempatkan pada penangas air panas selama 10 menit. Campuran reaksi didinginkan pada suhu ruang dan ditambahkan akua DM hingga volume total 1 mL. Absorbansi campuran ditentukan pada 500 nm [6]. % DH dihitung dengan persamaan: %DH = (H<sub>1</sub>/H<sub>0</sub>)×100. H<sub>1</sub> menunjukkan gula pereduksi hasil hidrolisis dengan enzim sedangkan H<sub>0</sub> menunjukkan gula pereduksi hasil hidrolisis dengan asam. Hidrolisis dengan asam dilakukan dengan menginkubasi 20 mg pati mentah dengan 0,2 mL HCl 1 M pada suhu 100°C selama 2 jam dan kadar gula pereduksi diukur dengan prosedur yang sama [6].

Afinitas  $\alpha$ -amilase terhadap pati mentah ditentukan dengan menginkubasi 20 mg pati mentah dengan 0,5 mL enzim pada suhu 4°C selama 1 jam, kemudian disentrifugasi pada 4000 rpm selama 15 menit [6]. Aktivitas residu  $\alpha$ -amilase ditentukan menggunakan prosedur sama. Persen adsorpsi dihitung dengan persamaan % Ads = [(B-A)/B]×100. A menunjukkan aktivitas residu  $\alpha$ -amilase, B menunjukkan aktivitas enzim pada pati terlarut [6].

## **DISKUSI**

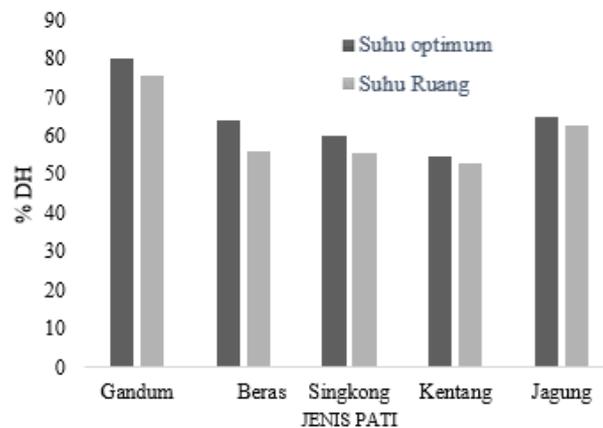
$\alpha$ -Amilase yang dihasilkan dari bakteri amilolitik umumnya berupa enzim ekstraseluler [1], enzim yang diproduksi di dalam sel kemudian dilepaskan keluar dari sel. Gambar 1 menunjukkan hasil uji kualitatif  $\alpha$ -Amilase dengan metode Fuwa, adanya zona bening atau *halozone* pada media uji menandakan adanya  $\alpha$ -amilase yang diproduksi oleh *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> sehingga menyebabkan kandungan pati dalam media di sekitar koloni terhidrolisis. Warna biru kehitaman di luar zona bening menandakan pati belum terhidrolisis. Enzim hasil isolasi dengan sentrifugasi masih berupa ekstrak kasar yang mengandung komponen lain sehingga dilakukan pemisahan dengan ammonium sulfat 60% dan dialisis menggunakan bufer kalium fosfat [13]. Aktivitas ekstrak kasar  $\alpha$ -amilase adalah 3,0043 U/mg dan meningkat setelah proses fraksinasi dan dialisis dengan aktivitas spesifik 5,9803 U/mg



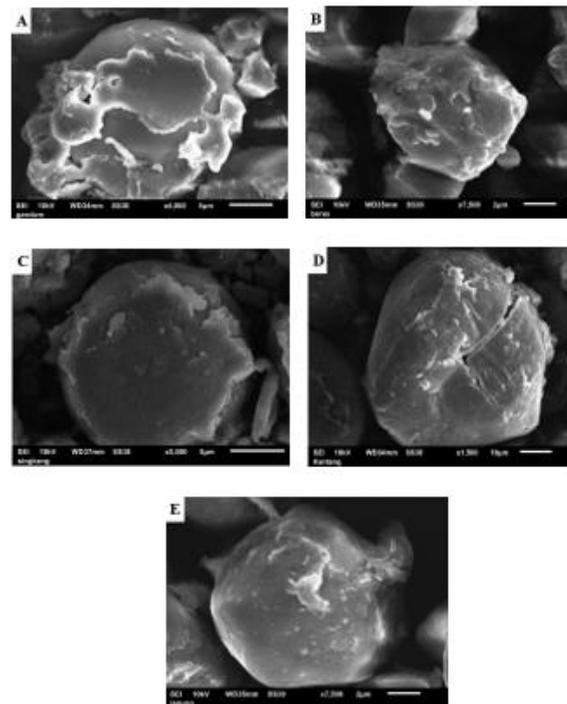
**Gambar 1.** Uji kualitatif metode Fuwa

Berdasarkan hasil karakterisasi,  $\alpha$ -amilase dari isolat *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> menunjukkan kemampuan menghidrolisis pati mentah dengan kecenderungan menghidrolisis pati sereal atau pati tipe-B. Pati tipe-B memiliki struktur heksagonal yang membentuk ruang-ruang sehingga memiliki lebih banyak molekul air terstruktur di sekitar molekul pati [16]. Gambar 1 menunjukkan grafik persen hidrolisis tertinggi pada masing-masing pati dengan suhu inkubasi 40°C selama 24 jam. Persen hidrolisis tertinggi pada pati gandum yaitu 79,882 % pada hidrolisis suhu 40°C, sedangkan nilai terendah ditunjukkan oleh pati kentang yaitu 52,707% pada hidrolisis suhu ruang. Gambar 1 menunjukkan grafik % DH pati jagung pada suhu inkubasi yang berbeda antara suhu ruang dan suhu optimum tidak terdapat perbedaan yang signifikan. Hal tersebut menunjukkan kemampuan  $\alpha$ -Amilase menghidrolisis pati jagung di bawah suhu optimum hidrolisis.

Hasil karakterisasi SEM pada Gambar 3 menunjukkan pola pemecahan  $\alpha$ -amilase dengan pembentukan lubang pada permukaan pati sereal dan pengelupasan permukaan pati umbi-umbian. Pola pemecahan enzim juga bergantung pada karakteristik masing-masing pati tipe-A dan tipe-B [17]. Pati umbi-umbian atau pati tipe-A menunjukkan rantai amilopektin yang relatif lebih panjang dan kompleks dari pada tipe B sehingga pati tipe-A lebih resisten terhadap serangan enzim [17]. Hasil penelitian yang sama ditunjukkan dari penelitian Puspasari, F (2011). Nurachman, Z et al (2010) dan Shinsaku, H (1988) [6] [5] [7], menggunakan bakteri genus *Bacillus* sp. dari kultur *marine*, laut tropika dan tanah dengan pembentukan lubang-lubang pada pati sereal dan pengelupasan pati pada pati umbi-umbian, perbedaan terdapat pada kehomogenan, jumlah dan dalamnya lubang pada masing-masing pati.



**Gambar 2.** Grafik persen derajat hidrolisis pati mentah (% DH)



**Gambar 3.** Profil butir pati setelah proses hidrolisis a)pati gandum b)pati beras c)pati singkong d)pati kentang dan e)pati jagung

$\alpha$ -Amilase pemecah pati mentah terbagi menjadi dua, yaitu enzim yang dapat menghidrolisis dan mengadsorpsi pati mentah dan enzim yang dapat menghidrolisis pati mentah tapi tidak dapat mengadsorpsi pati mentah [10]. Adanya kemampuan mengadsorpsi pati mentah menunjukkan kemungkinan adanya *Carbohydrate Binding Module* (CBM) tipe *Starch Binding Domain* (SBD) pada struktur protein enzim. Menurut Rodriguez, R (2005) salah satu peran SBD dalam struktur  $\alpha$ -amilase yaitu membentuk interaksi antara substrat tak larut dan enzim dalam larutan [11]. Perlu dilakukan analisa lebih lanjut untuk mengetahui struktur, jenis dan letak dari SBD.

Gambar 4 menunjukkan grafik kemampuan  $\alpha$ -amilase dari isolat *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> dalam mengadsorpsi pati mentah dengan persen adsorpsi tertinggi pada pati beras yaitu 68,92 % dan terendah pada pati kentang yaitu 29,08 %. Faktor yang dapat mempengaruhi adsorpsi pati adalah profil butir pati yaitu ukuran dan bentuk granula pati [6]. Berdasarkan hasil karakterisasi, pati beras memiliki ukuran butir pati terkecil yaitu 2  $\mu$ m sedangkan pati kentang 10  $\mu$ m. Semakin besar butir pati maka rasio luas permukaan semakin rendah [6], hal tersebut menyebabkan semakin rendahnya interaksi enzim dengan butir pati. Selain itu, bentuk granula pati yang bervariasi dari sangat bulat ke bentuk polihedral menjadi faktor perbedaan persen adsorpsi. Semakin bulat bentuk butir pati, maka rasio luas permukaan semakin kecil dan semakin mendekati bentuk polihedral memiliki rasio luas permukaan yang lebih besar [6]. Namun berdasarkan hasil pengamatan yang diperoleh, ukuran atau efek dimensi dari butir pati memiliki hubungan yang lebih dominan terhadap afinitas adsorpsi dibandingkan bentuk butir pati.



**Gambar 4.** Grafik persen adsorpsi pati mentah (% Adsorpsi)

Hasil karakterisasi spesifitas substrat menunjukkan tidak ada korelasi secara langsung antara kemampuan hidrolisis dan adsorpsi pati mentah. Walaupun adanya kemampuan mengadsorpsi pati dapat meningkatkan kecepatan hidrolisis pati mentah karena adanya SBD, namun proses pengikatan granula pati oleh SBD yang berperan dalam proses hidrolisis cenderung tergantung dari ukuran granula pati dan tingginya persen derajat hidrolisis dapat dipengaruhi oleh karakteristik pati tipe-A dan tipe-B serta sisi aktif enzim.

## KESIMPULAN

Hasil penelitian menunjukkan  $\alpha$ -amilase dari isolat *Bacillus* sp. K<sub>2</sub>Br<sub>5</sub> menunjukkan kemampuan menghidrolisis pati mentah tipe sereal dengan persen adsorpsi 29,08- 68,92 %. Jenis pati yang terhidrolisis pada suhu ruang dapat menjadi kandidat yang baik dalam proses pengolahan pati menjadi produk turunannya.

## DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. Nangin dan A. Sutrisno, "Enzim Amilase Pemecah Pati Mentah dari Mikroba: Kajian Pustaka," *Jurnal Pangan dan Agroindustri* , vol. 3, no. Enzim Amilase Pemecah Pati dari Mikroba, pp. 1032-1039, Juli 2015.
- [2] K. Mojsov, "Microbial  $\alpha$ -Amylases And Their Industrial Application: A Review," *International Journal of Management, IT and Engineering*, vol. 2, October 2012.
- [3] P. M. d. Souza dan P. d. O. Magalhaes, "Application of Microbial alfa-amylase in Industry- A Review," *Brazilian Journal of Microbiology*, vol. 41, pp. 850-861, 2010.
- [4] M. Chaplin dan C. Bucke, *Enzyme Technology*, Cambridge: Cambridge University Press, 1990.
- [5] Z. Nurachman, A. Kono, O. R. Karna dan D. Natalia, "Identification a Novel Raw-Starch-Degrading- $\alpha$ -Amylase from a Tropical Marine Bacterium," *American Journal of Biochemistry and Biotechnology*, vol. 4, pp. 300-306, 2010.
- [6] F. Puspasari, Z. Nurachman, A. S. Noer, D. Natalia dan O. K. Radjasa, "Characteristics of raw starch degrading a-amylase from *Bacillus aquimaris* MKSC 6.2 associated with soft coral *Sinularia* sp," *Starch/starcke*, vol. 63, pp. 461-647, 2011.

- [7] S. hayashida, Y. Teramoto dan T. Inoue, "Production and Characteristics of Raw-Potato-Starch-Digesting  $\alpha$ -Amylase from *Bacillus subtilis* 65," *Applied and Environmental Microbiology*, vol. 54, no. 6, pp. 1516-1522, 1988.
- [8] N. Bozic, R. Jordi, S. J. Lopez dan Z. Vujeic, "Production and Properties of the Highly Efficient Raw Starch Digesting  $\alpha$ -amylase from a *Bacillus licheniformis* ATCC 9945a," *Biochemical Engineering Journal*, vol. 014, p. 10, 2010.
- [9] S. Maulani, "Isolasi dan Identifikasi Bakteri pada Tanah Rhizosfer di Kawasan Citatah Kabupaten Bandung Barat Serta Aplikasinya pada Perkecambahan Tanaman cabai Merah," UIN Sunan Gunung Djati, Bandung, 2015.
- [10] L. M. Hamilton, C. T. Kelly dan W. M. Fogarty, "Production and properties of the raw starch digesting  $\alpha$ -amylase of *Bacillus* sp. IMD 435," *Process Biochemistry*, vol. 35, no. 1-2, pp. 27-31, 1999.
- [11] R. S. Rodr'iguez, N. Oviedo dan S. Sa' nchez, "Microbial Starch-Binding Domain," *Ecology and industrial microbiology*, vol. 8, pp. 260-267, 2005.
- [12] E. Nuraliyah, "Isolasi dan Karakterisasi  $\alpha$ -Amilase dari *Bacillus* sp. K2Br5," UIN Sunan Gunung Djati, Bandung, 2016.
- [13] R. Lailatussyifa, "Pengaruh Buffer Dialisis, Suhu dan Waktu Penyimpanan Terhadap Aktivitas  $\alpha$ -amilase dari *Bacillus* sp. K2Br5," UIN Sunan Gunung Djati, Bandung, 2018.
- [14] I. P. Wood , A. Elliston, P. Ryden, I. Bancroft dan I. N. Robert , "Rapid Quantification of Reducing Sugars in Biomass Hydrolysates: Improving The Speed and Precision of the DNS Assay," *Elsevier*, p. 120, 2012.
- [15] B. M, "A rapid and sensitive method for the quantitation microorganism quantities of protein utilizing the principle of protein-dye binding," *Journal Biochem*, vol. 72, pp. 248-254, 1976.
- [16] I. Damager, S. E. Balling, A. Blennow, B. L. Møller dan M. S. Motawia, "First Principles Insight into the r-Glucan Structures of Starch: Their Synthesis, Conformation, and Hydration," *Chemical Reviews*, 2010.
- [17] J. F. Robyt, *Essentials of Carbohydrate Chemistry*, Boston USA: Springer Media New York, 1997.
- [18] M. Maldonado, M. D. Oleksiak, S. Chinta and J. D. Rimer, "Controlling Crystal Polymorphism in Organic-Free Synthesis of Na-Zeolites," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 135, p. 2641-2652, 2013.
- [19] C. E. Housecroft and A. G. Sharpe, *Inorganic Chemistry*, 2nd ed., London: Pearson Education Limited, 2005.
- [20] A. R. Conklin, *Introduction to Soil Chemistry: Analysis and Instrumentation*, Hoboken: John Wiley & Sons, 2005.
- [21] L. Hardjito, W. Niloperbowo, I. G. Wenten, S. Soemitro, H. Bahti, T. Adi dan T. P. Thaurhesia, "Produksi enzim pemecah pati," Laporan RUT I. Kementrian Riset Dan Teknologi, Indonesia, 1996.
- [22] S. Janecek dan J. Sevcik, "The Evolution of Starch-Binding Domain," *Institute of Microbiology, Slovak Academy of Sciences, Bratislava, Slovakia*, pp. 119-125, 1999.

## UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN ANTIBAKTERI FERMENTASI KACANG KEDELAI (NATTO) TERHADAP BAKTERI *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*

Urza Febrina, Ira Adiyati Rum, Rahmat Santoso

Sekolah Tinggi Farmasi Bandung, Jalan Soekarno Hatta No 754 Cibiru Bandung  
e-mail: ira.adiyati@stfb.ac.id

### ABSTRAK

Natto merupakan produk hasil fermentasi dari kacang kedelai, produk fermentasi ini merupakan makanan khas dari Negara Jepang. Bakteri yang digunakan dalam fermentasi natto adalah *Basillus subtilis* yang menghasilkan enzim nattokinase. Natto dibuat dari kedelai yang dikukus dan diberikan larutan inokulum *Basillus subtilis* dengan cara dicampurkan. Penelitian ini menyajikan ulasan mengenai potensi natto sebagai antibakteri dan potensinya sebagai antioksidan. Dari hasil penelitian aktivitas antibakteri untuk KHM berada di konsentrasi 64 ppm yang berarti memiliki potensi dalam menghambat pertumbuhan bakteri, dan pada KBM terlihat adanya pertumbuhan dari bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* bakteri yang tumbuh pada cawan petri, maka dapat disimpulkan Natto hanya memiliki potensi untuk menghambat pertumbuhan bakteri patogen. Sedangkan pada pengujian aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH dengan spektrofotometri UV-Vis diamati absorbansinya pada  $\lambda$  516 nm, dan dilakukan perhitungan  $IC_{50}$  dan hasilnya natto 5% sebesar 43.54 ppm, natto 10% sebesar 38.95 ppm, natto 15% sebesar 32.43 ppm dan untuk kedelai segar sebesar 91.32 ppm. Berdasarkan hasil penelitian dapat dilihat dari nilai  $IC_{50}$  dapat disimpulkan bahwa natto memiliki potensi antioksidan yang lebih tinggi dibandingkan dengan kedelai segar yang tidak difermentasi.

**Kata kunci:** antibakteri, antioksidan, *Basillus subtilis*, fermentasi, natto

### PENDAHULUAN

Di dalam tubuh, radikal bebas terbentuk sebagai hasil dari proses metabolisme sel. Radikal bebas dapat berasal dari dalam (endogen) maupun luar tubuh (eksogen). Sistem pertahanan tubuh secara alami menghasilkan senyawa antioksidan endogen intrasel berupa enzim-enzim seperti superoksidasidismutase (SOD), katalase (CAT) dan glutathion peroksidase (GPX) untuk mengimbangi terbentuknya radikal bebas, sehingga mencegah timbulnya efek negatif dari radikal bebas (Eleganty. 2016; Sanmugapriya dan Venkataraman, 2006). Salah satu cara yang dilakukan untuk mengatasi oksidan adalah dengan menggunakan antioksidan eksogen yang diaplikasikan melalui bahan makanan (Eleganty. 2016; Saija *et al.*, 1995).

Sebagian besar nutrisi antioksidan merupakan senyawa polifenol, bertindak sebagai agen pereduksi (terminator radikal bebas). Kedelai dan produk olahan kedelai lainnya yang berbeda diketahui mengandung senyawa fenolik juga. Konsentrasi senyawa ini pada kedelai dilaporkan meningkat setelah fermentasi (Samruan *et al.*, 2012). Salah satu bahan pangan yang menghasilkan antioksidan alami adalah kedelai. Kedelai memiliki komponen penting berupa senyawa bioaktif yang bertindak sebagai antioksidan yaitu isoflavon (Eleganty. 2016; Zubik dan Meydani, 2003).

Penyakit infeksi masih merupakan jenis penyakit yang paling banyak diderita oleh penduduk di negara berkembang, termasuk Indonesia. Salah satu penyebab penyakit infeksi adalah bakteri. Bakteri merupakan mikroorganisme yang tidak dapat dilihat dengan mata telanjang, tetapi hanya dapat dilihat dengan bantuan mikroskop. (Mpila *et al.*, 2012; Radji, 2011). Bakteri patogen lebih berbahaya dan menyebabkan infeksi baik secara sporadik maupun endemik, antara lain *Staphylococcus aureus*, *Escherichia coli* dan *Pseudomonas aeruginosa* (Mpila *et al.*, 2012; Djide dan Sartini, 2008).

*Glycine max* (L.) Merrill adalah nama ilmiah kacang kedelai, dalam golongan famili Leguminosae. Tanaman ini populer dikonsumsi karena nilai gizi tinggi diantaranya vitamin A, B, C dan mineral yang dibutuhkan tubuh. Sebuah laporan medis tentang manfaat olahan kedelai dalam pencegahan dan pengobatan berbagai penyakit diantaranya Mencegah obesitas, kanker, osteoporosis, penyakit kardiovaskular dan obstruksi ginjal (Samruan *et al.*, 2012).

Natto merupakan produk fermentasi dari kedelai yang direbus dan diberikan larutan inokulum *B. subtilis* dengan cara disemprotkan (Kim *et al.*, 2012). Natto adalah makanan kedelai hasil fermentasi yang populer di Jepang (Yoshikawa *et al.*, 2014; Taira *et al.*, 1982). Natto dibuat dari kedelai rebus yang difermentasi dalam waktu yang singkat dengan *B. subtilis* var. *Natto* (sebelumnya disebut *B. natto*), yang menghasilkan rasa unik dan tekstur kental. Untuk memproduksi Natto, kedelai kukus dan direbus disemprotkan dengan larutan inokulum *B. subtilis* (7-8 log cfu / g kedelai), dan kemudian campuran tersebut difermentasi selama 15-24 jam di ruang suhu konstan pada suhu sekitar 40 °C kemudian simpan di *freezer* selama 1 minggu untuk menambah sifat lengket. (Kim *et al.*, 2012).

Fermentasi kedelai adalah salah satu teknik yang menghasilkan makanan baru dengan fitur yang unik (Chukeatirote, 2015). Ada beberapa jenis produk olahan kedelai yang difermentasi serupa di beberapa Negara lain, yaitu kinema di India, schuidouchi di Cina, dan thua nao di Thailand. Produk kedelai fermentasi yang paling disukai yaitu natto. *B. subtilis* memiliki kemampuan pertumbuhan yang aktif antara pH 5.5 - 8.5 dan untuk menghasilkan beberapa enzim (yaitu protease) dan senyawa biologis bermanfaat lainnya nampaknya merupakan alasan yang kuat untuk keunggulannya dalam fermentasi kedelai (Samruan *et al.*, 2012).

Pada penelitian ini telah dilakukan fermentasi kacang kedelai (Natto) dengan menggunakan bakteri *Basillus subtilis* sebagai bakteri yang berperan untuk proses fermentasi. Natto tersebut telah diuji aktivitas antioksidannya dan antibakteri terhadap bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*.

## BAHAN DAN METODE

Penelitian dilakukan di Laboratorium Biokimia dan Laboratorium Mikrobiologi Sekolah Tinggi Farmasi Bandung. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Kacang kedelai, bakteri *Basillus subtilis*, akuades steril, air suling, alkohol 70%, *Nutrien Agar* (NA), *Nutrient Broth* (NB), DPPH (1,1 –dipenil-2-pikrihidrazil), methanol PA, Natrium karbonat, Folin-ciocalteu, asam galat, NaCl, NaOH, indikator fenolftalein dengan menggunakan Mikroba uji *Esherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*.

Pada penelitian ini telah dilakukan pengujian aktivitas antioksidan dan antibakteri Natto terhadap bakteri Gram-negatif *Escherichia coli* dan bakteri Gram-positif *Staphylococcus aureus*. Tahapan penelitian dimulai dari pengumpulan bahan, determinasi kacang kedelai, pembuatan dan karakterisasi

Natto, pengujian aktivitas antioksidan kacang kedelai segar dan kacang kedelai fermentasi (Natto) dan pengujian aktivitas antibakteri.

Tahapan pertama yaitu melakukan sterilisasi alat dan pembuatan media yang akan digunakan. Alat dan bahan yang digunakan harus dalam keadaan yang steril yaitu bebas dari mikroba, keberadaan mikroba yang tidak diinginkan dapat mengganggu pertumbuhan bakteri pada proses penelitian. Tahapan ini juga meliputi pemeliharaan bakteri uji, yakni *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* dalam media.

Tahap kedua yaitu kacang kedelai disortasi terlebih dahulu agar terpisah dari kotoran berupa sisa-sisa batang, daun kedelai, pasir, tanah dan kedelai yang rusak. Tahapan ketiga yaitu proses pembuatan natto yaitu dengan cara fermentasi kacang kedelai dengan starter natto selama 15 – 24 jam pada suhu 40 °C (Kim *et al.*, 2012).

Tahapan selanjutnya yaitu uji aktivitas antioksidan natto (kacang kedelai yang difermentasi) dengan perendaman reduksi radikal bebas DPPH (*2,2-difenil-1-pikrilhidrazil*) menggunakan spektrofotometri UV-Vis.

Uji aktivitas antibakteri dilakukan untuk mengetahui penghambatan natto pada bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* yang diinkubasi pada suhu 37°C selama 24 jam. Uji ini menggunakan metode difusi agar dengan menggunakan cakram kertas sehingga diperoleh diameter zona hambat serta nilai KHM dari natto. KHM (konsentrasi hambat minimum) adalah konsentrasi minimum dari suatu obat atau zat yang dapat menghambat pertumbuhan dari suatu organisme.

Selanjutnya dilakukan evaluasi pada natto yang meliputi organoleptik (warna, tekstur dan aroma), pH, total asam, kadar fenolik total, uji proksimat dan uji kontaminasi.

## DISKUSI

Pembuatan Natto dimulai dengan cara aktivasi bakteri *B.subtillis* dari media Nutrient Broth (NB) ke media sari kacang kedelai, sebelum di fermentasi dengan kacang kedelai. Proses aktivasi dimulai dengan mempersiapkan sari kacang kedelai dan media Nutrien Broth (NB) yang sudah steril tujuannya untuk mencegah kontaminasi mikroorganisme lain yang dikhawatirkan dapat mengganggu pada saat proses pertumbuhan bakteri *B.subtillis*.

Proses aktivasi dilakukan dengan seperti proses pengenceran yaitu dengan berbagai perbandingan diantaranya: NB (nutrient broth) 100% lalu dilanjutkan ke NB 75% : SK (sari kacang) 25% kemudian NB 50% : SK 50% dan NB 25% : SK 75% sampai SK 100%.

Proses aktivasi bakteri bertujuan untuk proses adaptasi bakteri dengan media yang baru yaitu media sari kacang kedelai, karena ini merupakan proses untuk membuat produk fermentasi makanan tentunya tidak boleh ada bahan kimia di dalam produk tersebut, maka dari itu dilakukan aktivasi untuk bakteri *B.subtillis* sebelum di gunakan untuk fermentasi.

Fermentasi Natto dibuat dengan perbedaan pada penambahan bakteri dari sari kacang ke kacang kedelai yang sudah melalui proses pengukusan yaitu dengan konsentrasi 5%, 10% dan 15%. Setelah kacang kedelai dicampurkan dengan sari kacang selanjutnya diinkubasi pada suhu 40°C selama 24 jam setelah 24 jam sampel dipindahkan ke *freezer* selama 1 minggu tujuannya untuk menambah sifat

lengket dari natto tersebut. Setelah 1 minggu lalu diamati dan ternyata tidak terbentuk sifat lengket tersebut, kemungkinan ini dikarenakan bakteri yang digunakan dalam penelitian ini bukan bakteri *B.subtilis* varian natto melainkan bakteri *B.subtilis* varian dari Indonesia

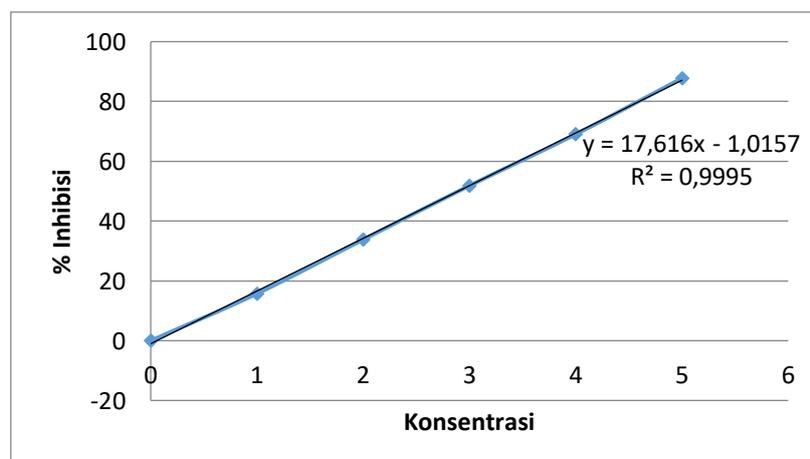


**Gambar 1.** Hasil Fermentasi Natto

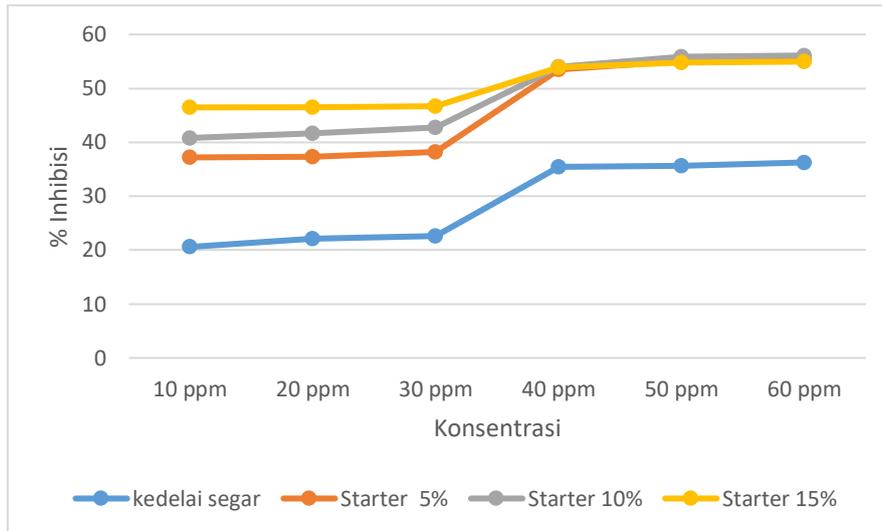
Uji antioksidan dilakukan pada sampel kacang kedelai segar dan kacang kedelai yang sudah di fermentasi (Natto), tujuannya untuk membandingkan potensi antioksidan sebelum dan setelah dilakukan proses fermentasi. Sebelum dilakukan pengujian sampel dibuat ekstrak terlebih dahulu untuk pengujiannya, untuk ekstrak kedelai segar diperoleh dari proses ekstraksi dengan metode maserasi sedangkan untuk ekstrak Natto diperoleh dari proses sentrifugasi dingin dengan suhu 4° dengan kecepatan 10000 rpm yang akan menghasilkan supernatan.

**Tabel.1** Hasil Analisis Vitamin C

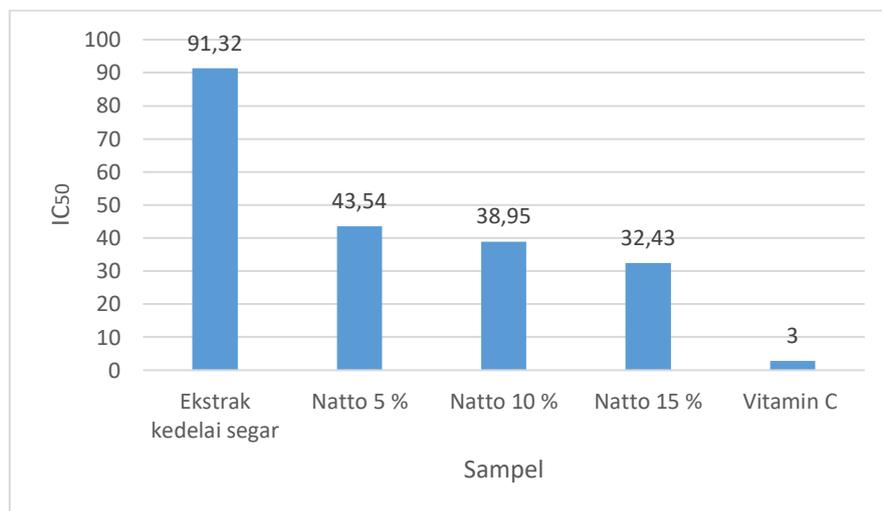
Konsentrasi	% Inhibisi	Absorbansi
0	0	0.8978
1	15.73	0.7565
2	33.83	0.594
3	51.82	0.4325
4	69.04	0.2779
5	87.73	0.1101



**Grafik 1.** Hasil Analisis Vitamin C



**Grafik 2.** Hasil Analisis DPPH Sampel



**Grafik 3.** Hasil Perhitungan IC<sub>50</sub>

Dari regresi linear yang sudah dihitung maka dari persamaan tersebut bisa dihitung IC<sub>50</sub> dari masing masing sampel, setelah dihitung IC<sub>50</sub> hasil dari ekstrak kedelai berada di rentang 50-100 yang berarti masuk dalam kategori antioksidan yang kuat, sedangkan untuk semua sampel fermentasi kacang kedelai nilai IC<sub>50</sub> menunjukkan <50 yang berarti termasuk kedalam kategori antioksidan yang sangat kuat, semakin tinggi konsentrasi starter maka semakin tinggi aktivitas antioksidannya.

Pengujian aktivitas antibakteri natto terhadap bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* dilakukan dengan metode mikrodilusi untuk pengujian KHM (konsentrasi hambat minimum) dan dilanjutkan dengan difusi sebagai KBM (konsentrasi bunuh minimum). Dari kedua metode ini yang dilihat yaitu zona bening. Pengujian ini dilakukan bertujuan untuk melihat kemampuan natto dengan variasi konsentrasi berbeda yaitu 5%, 10% dan 15% dalam kemampuannya menghambat pertumbuhan bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*.

Pengujian antibakteri ini menggunakan kontrol negatif *Nutrient Broth* (NB) ,sedangkan kontrol positifnya yaitu *Nutrient Broth* (NB) dan suspensi bakteri sebagai pembanding. Hasil zona hambat fermentasi Natto terhadap bakteri *staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* dapat dilihat pada data di bawah .

**Tabel 2.** Hasil Uji antibakteri Natto bakteri *staphylococcus aureus*  
Pengujian aktivitas antibakteri terhadap bakteri *Staphylococcus aureus*

Sampel	konsentrasi ( $\mu\text{g/ml}$ )											
	K (-)	K (+)	1	2	4	8	16	32	64	128	256	512
Natto 5%	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
Natto 10%	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
Natto 15%	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
Antibiotik	-	+	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	+	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Keterangan :

K (-) : kontrol negatif (media Nutrient Broth)

K (+) : kontrol positif (media Nutrient Broth + bakteri *Staphylococcus aureus*)

Antibiotik : Tetrasiklin

**Tabel 3.** Hasil Uji antibakteri Natto bakteri *Escherichia coli*  
Pengujian aktivitas antibiotik terhadap bakteri *Escherichia coli*

Sampel	konsentrasi ( $\mu\text{g/ml}$ )											
	K (-)	K (+)	1	2	4	8	16	32	64	128	256	512
Natto 5%	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
Natto 10%	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
	-	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-	-
Natto 15%	-	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-
	-	+	+	+	+	+	+	+	+	-	-	-
Antibiotik	-	+	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	+	+	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Keterangan :

K (-) : kontrol negatif (media Nutrient Broth)

K (+) : kontrol positif (media Nutrient Broth + bakteri *Escherichia coli*)

Antibiotik : Tetrasiklin

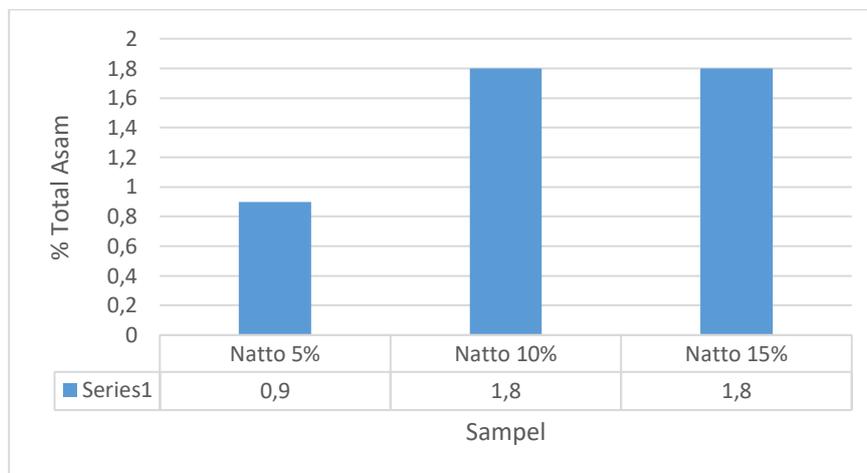
Dari tabel di atas uji aktivitas antibakteri (KHM) starter 5%, 10% dan 15% terhadap bakteri *S.aureus* dengan menggunakan metode mikrodilusi memiliki nilai KHM pada 64  $\mu\text{g/mL}$  pada semua starter. Sedangkan pada bakteri *E.coli* konsentrasi hambat nya sampai ke konsentrasi 128  $\mu\text{g/mL}$  pada starter 15%.

Setelah dilakukannya pengujian tentang Konsentrasi Hambat Minimum maka dilanjutkan dengan pengujian Konsentrasi Bunuh Minimum dengan menggunakan *Nutrient Agar* (NA) dengan menggunakan metode gores (Effendi *et al.*2013).

Natto tidak dapat membunuh pertumbuhan bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli*. Karena terjadinya pertumbuhan bakteri *Staphylococcus aureus* dan *Escherichia coli* setelah dilakukan pengujian KBM.

Dilanjutkan dengan evaluasi pada Natto yaitu pH, total asam tertitrisasi, kadar fenol total, dan uji proksimat.

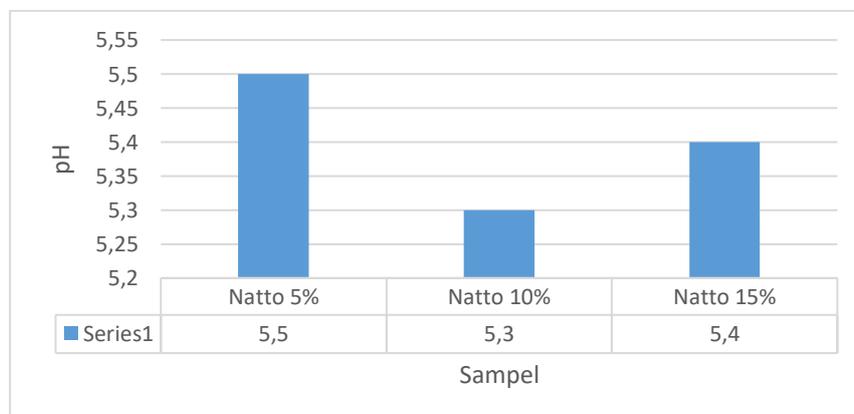
Metode yang digunakan untuk menghitung total asam tertitrisasi (TAT) yaitu dengan menggunakan metode titrasi, dimana TAT menghitung seluruh asam organik yang terkandung dalam natto. Jumlah TAT dapat mempengaruhi daya awet dari natto, karena ada kandungan asam tersebut natto dapat tahan lebih lama.



**Grafik 4.** Hasil Analisis Total Asam

Dari hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi konsentrasi starter maka total asam juga meningkat.

Pengukuran pH dilakukan dengan menggunakan pH meter. Berdasarkan hasil pengukuran, pH dari sampel menunjukkan pH asam yang berarti proses fermentasinya berhasil karena semua bahan yang telah melalui proses fermentasi akan bersifat asam atau nilai pH nya akan rendah.



**Grafik 5.** Hasil Analisis pH

Dari hasil pengukuran pH dapat disimpulkan bahwa semakin tinggi konsentrasi pH dari sampel menjadi kecil namun perbedaannya tidak begitu jauh.

Senyawa fenol merupakan senyawa yang banyak ditemukan pada tumbuhan. Senyawa fenol ditandai dengan adanya cincin aromatik yang mengandung satu atau dua gugus OH-. Dalam penelitian ini, kandungan fenol diukur dengan kurva standar asam galat. Dari hasil pengamatan menunjukkan rata-rata total fenol fermentasi natto berkisar antara 14,98 ( $\mu\text{g/ml.GAE}$ ) hingga 32,03 ( $\mu\text{g/ml.GAE}$ ).

**Tabel 4.** Hasil Analisis Total Fenol

Sampel	Total Fenol ( $\mu\text{g/ml.GAE}$ )
Starter 5%	25,14
Starter 10%	32,03
Starter 15%	14,98

Komposisi proksimat dalam makanan merupakan indikator kandungan nilai nutrisi dalam makanan. Semakin tinggi kadar protein, karbohidrat, serat kasar, dan vitamin, semakin tinggi pula nilai gizi makanan tersebut. Kadar air yang tinggi dari produk fermentasi dapat dikaitkan dengan tingginya kandungan sel protein tunggal karena jumlah mikroba yang tinggi (Kasangi *et al*, 2010).

Pengujian analisis proksimat ini menggunakan kacang kedelai yang difermentasi menjadi Natto. Hasil analisis kandungan nutrisi pada Natto dapat dilihat pada tabel berikut:

**Tabel 5.** Hasil Analisis Proksimat pada Natto

Sampel	Parameter	Hasil (%)
Fermentasi kacang kedelai (Natto)	Protein	44,18
	Gula	
	Total	0,58
	Lemak	3,59
	Serat	
	Kasar	1,82
	Kadar Air	63,86

Dari hasil pengujian jika dibandingkan dengan kandungan gizi protein dari Natto lebih tinggi yaitu sebesar 44,18 sedangkan pada kedelai segar hanya 30,2 itu berarti proses fermentasi terbukti dapat meningkatkan kadar protein. Dan untuk kadar air pada Natto cukup tinggi yaitu sebesar 63,86 dikarenakan dalam proses pembuatan natto ada proses pengukusan terlebih dahulu sehingga kadar air tinggi dibandingkan kacang kedelai segar.

## KESIMPULAN

1. Aktivitas antibakteri dari Natto berpotensi hanya menghambat pertumbuhan bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* saja tidak sampai membunuhnya, dilihat dari pengujian dengan metode difusi yang dimana hasilnya bakteri tetap tumbuh.
2. Berdasarkan hasil penelitian aktivitas antioksidan pada Natto dari masing masing konsentrasi starter menunjukkan Natto memiliki potensi antioksidan yang sangat kuat dengan nilai  $IC_{50}$  dengan hasil natto 5% sebesar 43.54 ppm, natto 10% sebesar 38.95 ppm, natto 15% sebesar 32.43 ppm dan untuk kedelai segar sebesar 91.32 ppm.

## DAFTAR PUSTAKA

- Dzen, & Sjoekoer. M. 2003. *Bakteriologi Medik*. Malang: Bayumedia
- Effendi, F., Roswien, A.P. & Stefani, E., 2005. *Uji aktivitas antibakteri teh kombucha probiotik terhadap bakteri Escherichia coli dan Staphylococcus aureus*.
- Eleganty. Eriani., 2016. *Aktivitas Antioksidan Susu Kedelai Hasil Fermentasi oleh Lactobacillus casei dan Lactococcus lactis*. Jember : FMIPA
- Gunawan, S.G., Nafrialdi, R.S., & Elysabeth., 2011. *Farmakologi dan Terapi*, Edisi 5. Jakarta: Badan Penerbit FKUI.
- Galih, K. P. (2015). Uji Efektivitas Antimikroba Kombucha Sari BungaBakung Paskah (Lilium longiflorum Thunb.) Dengan Penambahan Sari Kurma (Phoenix dactilyfera L.) dan Lama Fermentasi. *Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang*.
- Ibe, S., Kumada, K., Yoshida, K., Otobe, K., 2013. *Natto (Fermented Soybean) Extract Extends the Adult Lifespan of Caenorhabditis elegans*; Biosci. Biotechnol. Biochem.
- Jawetz, E. M. 2001. *Mikrobiologi Kedokteran*, Edisi XXII, diterjemahkan oleh Bagian Mikrobiologi Fakultas Kedokteran Universitas Airlangga. Penerbit Salemba Medika, Jakarta.
- Kim, B., Byun, B.Y., Mah, J.-H., 2012. *Biogenic amine formation and bacterial contribution in Natto products*. Food Chem.
- Lampe, B.J., English, J.C., 2016. *Toxicological assessment of nattokinase derived from Bacillus subtilis var.natto*. Food Chem. Toxicol.
- Lee, B.-H., Lai, Y.-S., Wu, S.-C., 2015. *Antioxidation, angiotensin converting enzyme inhibition activity, nattokinase, and antihypertension of Bacillus subtilis (natto)-fermented pigeon pea*. J. Food Drug Anal.
- Murakami, K., Yamanaka, N., Ohnishi, K., Fukayama, M., Yoshino, M., 2012. *Inhibition of angiotensin I converting enzyme by subtilisin NAT (nattokinase) in natto, a Japanese traditional fermented food*. Food Funct.
- Murata, D., Sawano, S., Ohike, T., Okanami, M., Ano, T., 2013. *Isolation of antifungal bacteria from Japanese fermented soybeans, natto*. J. Environ. Sci.
- Okamoto, A., Hanagata, H., Kawamura, Y., Yanagida, F., 1995. *Anti-hypertensive substances in fermented soy bean, natto*. Plant Foods Hum. Nutr.
- Pelczar, M., & Chan, E. 1986. *Dasar - dasar Mikrobiologi 2*. Diterjemahkan oleh Hadioetomo RS, Imas T, Tjitrosomo SS, Angka SL. Jakarta: Penerbit Universitas Indonesia.
- Ramadhan. Emir., & Sudarsono., 2013. *PENANGKAPAN RADIKAL 2,2-difenil-1 pikril hidrazil (DPPH) BUAH PEPAYA (Carica papaya L. (jingga)) TUA DAN MUDA*. Yogyakarta: Fakultas Farmasi. UGM.
- Rosenbach. (1884). *Staphylococcus aureus*.
- Saha, J., Biswas, A., Chhetri, A., Sarkar, P, K., 2011. *Response surface optimisation of antioxidant extraction from kinema, a Bacillus-fermented soybean food*. Food Chemistry.
- Salim, Kendis, Nandya., 2014. *Natto*. Bandung: Fakultas Teknik UNPAS.
- Samin, A., Bialangi, N., Salimi, Y, K., 2013. *Penentuan kandungan fenolik total dan aktivitas antioksidan dari rambut jagung (zea mays L.) yang tumbuh di daerah Gorontalo*. Gorontalo: Fakultas Matematika dan IPA. UNG
- Samruan, W., Oonsivilai, A., Oonsivilai, R., 2012. *Soybean and fermented soybean extract antioxidant activities*, in: Proceedings of World Academy of Science, Engineering and Technology. World Academy of Science, Engineering and Technology (WASET)
- Songer, G., & Post, K. W. 2005. *Microbiology Bacterial and Fungal Agent of Animal Disease*. Elsevier Saunders: Philadelphia
- Sun, P., Wang, J.Q., Deng, L.F., 2013. *Effects of Bacillus subtilis natto on milk production, rumen fermentation and ruminal microbiome of dairy cows*. Animal

- Waluyo, L. 2004. *Mikrobiologi Umum*. Malang: UMM Press.
- Winarsih, Hery., 2007. *Antioksidan alami dan Radikal bebas*. Yogyakarta: Konisius.
- Yoshikawa, Y., Chen, P., Zhang, B., Scaboo, A., Orazaly, M., 2014. *Evaluation of seed chemical quality traits and sensory properties of natto soybean*. Food Chem.
- Yunowo. 2012. *Mikrobiologi Penyakit Infeksi*. Palembang : Departemen Mikrobiologi FK UNSRI.

## **STUDI OPTIMASI ADSORPSI ZAT WARNA CIBACRON RED OLEH KITOSAN HASIL DEASETILASI KITIN CANGKANG UDANG PUTIH**

**Nurwanti Fatnah<sup>1)</sup>, Lena Rachmidar<sup>2)</sup>, Eko Prabowo Hadisantoso<sup>3)</sup>**

*<sup>1)</sup>Universitas Muhammadiyah Cirebon*

*<sup>2)</sup>Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati Bandung*

*<sup>3)</sup>Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati Bandung*

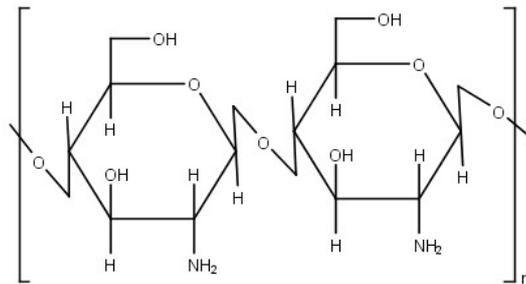
### **ABSTRAK**

Zat warna azo merupakan golongan zat warna reaktif yang paling banyak digunakan di dunia sekitar 60-70% dan sekitar 15-20% akan tersisa pada air buangan, kemudian masuk ke dalam lingkungan sekitarnya. Salah satu metode pengolahan limbah yang dapat digunakan untuk mengatasi pencemaran dari zat warna tersebut yaitu dengan metode adsorpsi. Efektivitas dari metode adsorpsi tidak terlepas dari jenis adsorben yang digunakan. Adsorben yang telah banyak dikembangkan saat ini adalah kitosan yang dapat diperoleh melalui deasetilasi kitin cangkang udang putih. Limbah yang berasal dari cangkang udang putih banyak tersedia di lingkungan dan menimbulkan pencemaran terutama dari bau yang dikeluarkan. Oleh karena itu, dengan memanfaatkan limbah cangkang udang putih menjadi kitosan diharapkan dapat menanggulangi permasalahan akibat pencemaran tersebut. Pembuatan kitosan dari cangkang udang putih dilakukan dengan tiga tahap, yaitu deproteinasi, demineralisasi dan deasetilasi. Kitosan yang diperoleh memiliki derajat deasetilasi sebesar 65%. Studi optimasi adsorpsi dilakukan pada berbagai variasi, yaitu pH dengan menggunakan pH meter, waktu pengadukan dengan menggunakan pengaduk magnet dan konsentrasi dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak. Kondisi optimum yang diperoleh yaitu pada pH 2, waktu pengadukan selama 30 menit dan konsentrasi sebesar 20 ppm dengan efisiensi adsorpsinya yaitu sebesar 99,5%. Berdasarkan hasil efisiensi adsorpsi yang diperoleh tersebut dapat dikatakan bahwa kitosan yang dihasilkan mampu mengadsorpsi zat warna cibacron red dengan baik.

**Kata kunci:** Cangkang udang putih, adsorpsi, kitin, kitosan dan cibacron red

### **PENDAHULUAN**

Saat ini ekosistem perairan telah banyak dicemari oleh berbagai macam toksik yang mengakibatkan kesetimbangan kehidupan di dalamnya terkontaminasi dan terjadi perubahan warna dan kualitas air yang tidak sesuai akibat limbah dari berbagai industry yang dibuang ke lingkungan tanpa pengolahan dahulu (Siregar, 2009). Zat warna azo merupakan golongan zat warna reaktif yang paling banyak digunakan di dunia sekitar 60-70% dan sekitar 15-20% akan tersisa pada air buangan, kemudian masuk ke dalam lingkungan sekitarnya (Nurhayati, dkk, 2011). Zat warna azo mempunyai sifat beracun, membahayakan hewan air, tidak mudah terurai secara biologi dan mencemari lingkungan melalui limbah cairnya. Salah satu metode pengolahan limbah yang dapat digunakan untuk mengatasi pencemaran dari zat warna tersebut yaitu dengan metode adsorpsi (Susanti, 2009). Efektivitas metode adsorpsi tidak terlepas dari jenis adsorben yang digunakan (Yuliusman dan Adelina, 2010). Adsorben yang telah banyak dikembangkan saat ini adalah kitosan yang dapat diperoleh melalui deasetilasi kitin (Allen dan Koumanova, 2005).



Gambar 1. Struktur kitosan

Kitosan merupakan polisakarida linear yang mempunyai rumus kimia poli-(2-amino-2-dioksi- $\beta$ -(1,4)-D-glukopiranos) dengan rumus molekul  $(C_6H_{11}NO_4)_n$ . Kitosan berasal dari kitin, dimana gugus asetilnya telah dihilangkan melalui proses deasetilasi dengan menggunakan basa kuat (Yuliusman dan Adelina, 2010). Adanya perbedaan antara kitin dan kitosan, kitin mengandung gugus  $-NHC_2H_5$  sedangkan kitosan mengandung gugus  $-NH_2$  (Meriatna, 2008).

Kitosan merupakan biopolimer yang secara komersial berpotensi dalam berbagai bidang industri, salah satu sumbernya adalah cangkang udang (Allen dan Koumanova, 2005). Cangkang udang mengandung protein 25-40%, kalsium karbonat 45-50% dan kitin 15-20% (Puspawati dan Simpen, 2010). Limbah yang berasal dari cangkang udang putih banyak tersedia di lingkungan dan menimbulkan pencemaran terutama dari bau yang dikeluarkan. Oleh karena itu, dengan memanfaatkan limbah cangkang udang putih menjadi kitosan diharapkan dapat menanggulangi permasalahan akibat pencemaran tersebut.

## BAHAN DAN METODA

### *Alat*

Alat yang digunakan adalah peralatan gelas, neraca analitik, pengaduk magnet, oven, pH meter, spektrofotometer sinar tampak dan spektrofotometer FTIR.

### *Bahan*

Bahan-bahan yang digunakan adalah cangkang udang putih, larutan HCl p.a, NaOH, zat warna cibacron red, kertas saring dan akuades.

### *Prosedur Penelitian*

#### A. Persiapan bahan

Persiapan bahan diawali dengan mengeringkan cangkang udang putih di bawah sinar matahari selama dua hari, kemudian dibersihkan dari sisa-sisa daging yang menempel di bagian kepala. Setelah diperoleh cangkang udang yang sudah kering dan bersih kemudian digiling sampai halus dan diayak sampai diperoleh serbuk berwarna coklat.

#### B. Pembuatan kitosan

##### 1. Proses deproteinasi

Serbuk cangkang udang ditimbang sebanyak 50 gram, lalu ditambahkan larutan NaOH 3,5% dengan perbandingan 1:10 (b/v) antara sampel dengan pelarut. Setelah itu dipanaskan pada suhu 65 °C sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet selama dua jam, kemudian dicuci dengan akuades sampai pH netral. Setelah pH netral, disaring lalu dikeringkan dalam oven pada suhu 65 °C selama 24 jam, kemudian ditimbang.

## 2. Proses demineralisasi

Serbuk cangkang udang hasil deproteinasi ditambahkan larutan HCl 1 M dengan perbandingan 1:15 (b/v), kemudian dipanaskan pada suhu kamar sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet selama satu jam. Setelah pengadukan berakhir, kemudian dicuci dengan menggunakan akuades sampai diperoleh pH yang netral, lalu disaring. Endapan yang diperoleh lalu dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 65 °C dan ditimbang.

## 3. Proses deasetilasi

Kitin yang diperoleh dari proses demineralisasi ditambahkan larutan NaOH 50% dengan perbandingan 1:10 (b/v), kemudian dipanaskan pada suhu 65 °C selama dua jam sambil diaduk menggunakan pengaduk magnet. Selanjutnya dicuci dengan menggunakan akuades dengan cara dekantasi sampai pH netral. Setelah pH yang diperoleh netral, kemudian disaring lalu endapan dikeringkan dalam oven selama 24 jam pada suhu 65 °C dan ditimbang.

## C. Analisis spektrofotometer FTIR

Kitosan yang diperoleh kemudian dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR untuk menentukan gugus fungsi yang khas pada kitosan.

## D. Optimasi adsorpsi larutan zat warna *cibacron red*

### 1. Penentuan panjang gelombang maksimum *cibacron red*

Larutan zat warna cibacron red 20 ppm diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 501 sampai 532 nm untuk mendapatkan panjang gelombang maksimum.

### 2. Pembuatan kurva standar *cibacron red*

Larutan standar zat warna cibacron red dibuat dengan variasi 0,25 sampai 100 ppm, kemudian diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang maksimum yaitu 515 nm.

### 3. Variasi pH larutan zat warna *cibacron red*

Larutan zat warna cibacron red dengan konsentrasi 20 ppm diatur pH-nya menjadi pH 1, 2, 3, 4 dan 5. Sebanyak 50 mg kitosan ditambahkan ke dalam masing-masing larutan, kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet pada 150 rpm selama 30 menit. Setelah itu larutan disaring, kemudian konsentrasi sisa zat warna cibacron red yang tidak teradsorpsi oleh kitosan dianalisis dengan spektrofotometer sinar tampak.

### 4. Variasi waktu pengadukan

Larutan zat warna cibacron red dengan konsentrasi 20 ppm diatur pada pH optimum yaitu pada pH 2, kemudian ditambahkan 50 mg kitosan, kemudian diaduk menggunakan pengaduk magnet pada 150 rpm dengan variasi waktu pengadukan 20, 25, 30, 35 dan 40 menit. Setelah pengadukan berakhir, kemudian larutan disaring dan diukur absorbansinya dengan menggunakan spektrofotometer sinar tampak.

### 5. Variasi konsentrasi larutan zat warna *cibacron red*

Larutan zat warna cibacron red dibuat dengan variasi konsentrasi 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 60, 70, 80, 90 dan 100 ppm, kemudian diatur pada pH 2. Setelah pH-nya diatur kemudian ditambahkan 50 mg kitosan ke dalam masing-masing larutan, kemudian diaduk dengan waktu optimum yang diperoleh yaitu selama 30 menit dengan menggunakan pengaduk magnet pada 150 rpm. Selanjutnya

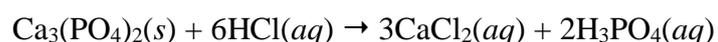
larutan disaring dan dianalisis menggunakan spektrofotometer sinar tampak pada panjang gelombang 515 nm.

## DISKUSI

### A. Pembuatan Kitosan

Tahap pertama dalam pembuatan kitosan yaitu deproteinasi yang bertujuan untuk menghilangkan protein. Larutan basa kuat yang digunakan pada tahap ini akan masuk melalui pori-pori pada permukaan serbuk cangkang udang putih untuk memutuskan ikatan yang terjadi antara kitin dengan protein yaitu ikatan hidrogen intermolekuler. Ikatan ini terbentuk antara gugus karboksil pada protein dengan gugus amino pada kitin dan sebaliknya gugus amino pada protein dengan gugus karboksil pada kitin. Larutan basa kuat yang digunakan adalah NaOH, sehingga ion OH<sup>-</sup> akan mengikat ion H<sup>+</sup> yang terdapat pada gugus -NH<sup>3+</sup> dari asam amino, selanjutnya ion Na<sup>+</sup> berikatan dengan ujung rantai asam amino yang bermuatan negative yaitu gugus -COO<sup>-</sup> menjadi -COONa sehingga menghasilkan Na-proteinat.

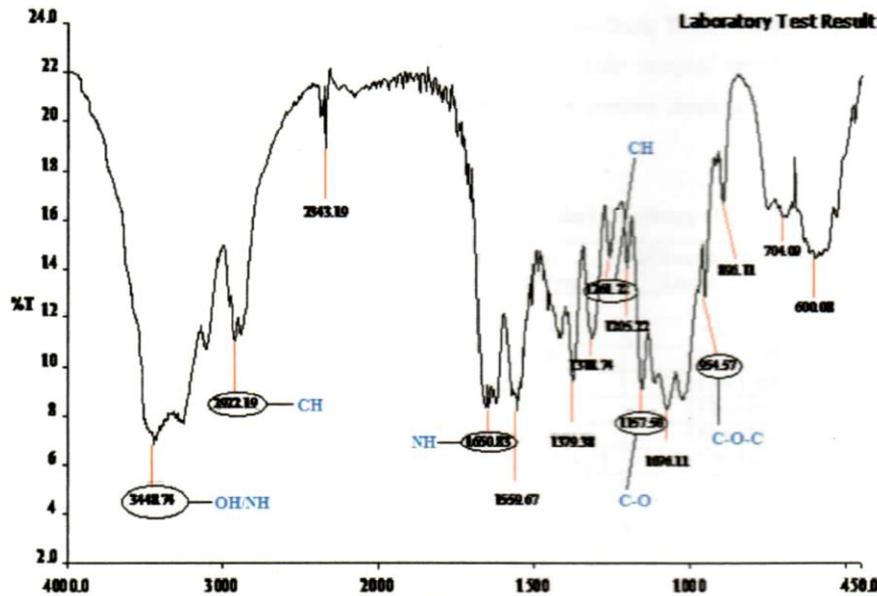
Selain mengandung protein, cangkang udang putih juga mengandung mineral, sehingga dilakukan tahap selanjutnya yaitu demineralisasi. Tahap ini bertujuan untuk menghilangkan mineral-mineral yang ada agar kitin yang diperoleh murni menggunakan larutan asam kuat. Pemilihan asam yang tepat dan pengadukan yang konstan berpengaruh pada tahap ini, dimana asam yang digunakan yaitu HCl karena dapat mengilangkan bahan-bahan anorganik. Menurut Savitri, dkk (2010) dengan penambahan HCl, mineral yang terdapat dalam bahan terutama CaCO<sub>3</sub> dan sedikit Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> mudah dihilangkan dan dapat menghasilkan kitin dengan kandungan mineral yang lebih rendah. Pada saat awal ditambahkan dengan larutan HCl 1 M terjadi reaksi yang cukup signifikan yaitu terbentuknya buih yang cukup banyak dan gelembung-gelembung udara yang cukup besar. Timbulnya gelembung gas CO<sub>2</sub> tersebut merupakan indicator adanya reaksi HCl dengan garam mineral yang terdapat dalam cangkang udang. Akan tetapi, ketika pengadukan mulai berlangsung, buih dan gelembung-gelembung udara tersebut hilang secara berangsur-angsur. Reaksi yang terjadi adalah sebagai berikut:



Tahap terakhir dalam pembuatan kitosan yaitu deasetilasi yang bertujuan untuk menghilangkan gugus asetil pada kitin. Reaksi pembentukan kitosan dari kitin merupakan reaksi hidrolisis amida oleh basa yaitu NaOH. Penambahan konsentrasi basa yang tinggi pada tahap ini yaitu untuk memutuskan ikatan antara gugus karboksil dengan atom nitrogen sehingga menghasilkan gugus amino. Mula-mula terjadi reaksi adisi, dimana ion OH<sup>-</sup> masuk ke dalam gugus -NHCOCH<sub>3</sub>, kemudian terjadi eliminasi menjadi gugus -CH<sub>3</sub>COO<sup>-</sup> sehingga menghasilkan kitosan.

### B. Analisis Spektrofotometer FTIR

Analisis menggunakan spektrofotometer FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi adanya gugus fungsi kitosan dari hasil spektrum yang terdapat pada Gambar di bawah ini.



Gambar 2. Hasil spektrum kitosan

Hasil spektrum kitosan yang diperoleh menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi yang khas pada kitosan dan disimpulkan dalam Tabel di bawah ini.

Tabel 1. Hasil Analisis Gugus Fungsi Kitosan dari Cangkang Udang Putih

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang Literatur (cm <sup>-1</sup> )
Ulur O-H/N-H amina primer	3448,74	3450-3250
Ulur C-H dari alkana	2922,19	3000-2850
Ulur N-H dari amina	2343,19	2560-2270
N-H amida primer	1650,83	1650-1550
C=O karbonil	1559,67	1530-1580
CH <sub>3</sub>	1379,38	1390-1370
C-H amina	1318,74	1359-1000
C-O-C asimetris	1205,22	1150-1060
C-O dari alkohol sekunder	1157,50	1125-1085
C-O dari alkohol primer	1076,11	1085-1030
C-O-C simetris	954,57	1050-950
Pembentukan NH <sub>2</sub> amida primer	704,09-600,08	750-600

Selain identifikasi gugus fungsi, dilakukan pula analisis kuantitatif untuk mengetahui seberapa besar gugus asetil yang telah dihilangkan pada tahap ini, yaitu dengan menghitung derajat deasetilasi. Untuk memperoleh derajat deasetilasi tersebut yaitu dengan cara menarik garis vertikal pada spektrum yang dihasilkan dari analisis menggunakan spektrofotometer FTIR pada bilangan gelombang 1650,83 cm<sup>-1</sup> dan 3448,74 cm<sup>-1</sup>. Rumus yang digunakan adalah sebagai berikut:

$$DD = \left[ 1 - \left( \frac{A_{1650,83}}{A_{3448,74}} \times \frac{1}{1,33} \right) \right] \times 100$$

Berdasarkan rumus di atas, maka derajat deasetilasi yang diperoleh adalah 64,6%.

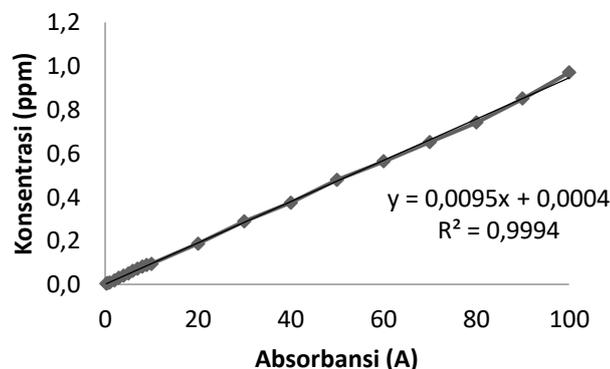
### C. Optimasi Adsorpsi Larutan Zat Warna Cibacron Red

#### 1. Penentuan panjang gelombang maksimum *cibacron red*

Pengukuran panjang gelombang maksimum dilakukan dengan rentang 501-532 nm, dimana panjang gelombang maksimum yang diperoleh adalah 515 nm.

#### 2. Pembuatan kurva standar *cibacron red*

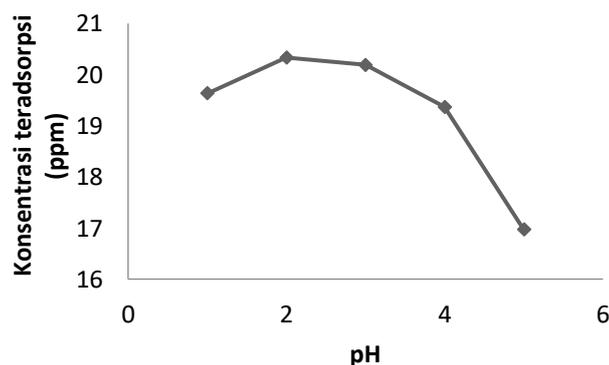
Kurva standar diperoleh dari hasil pengukuran larutan zat warna *cibacron red* dengan variasi konsentrasi pada panjang gelombang maksimum.



Gambar 3. Kurva standar *cibacron red*

#### 3. Variasi pH larutan zat warna *cibacron red*

Derajat keasaman atau pH merupakan salah satu factor penting yang menunjukkan kinerja adsorben dalam proses adsorpsi. Nilai pH yang terlalu rendah atau terlalu tinggi akan membuat kitosan tidak mampu bekerja secara optimum. Pada kondisi pH asam, gugus amina yang terdapat pada kitosan menjadi terprotonasi, dan gugus sulfonat pada zat warna *cibacron red* menjadi terdisosiasi.

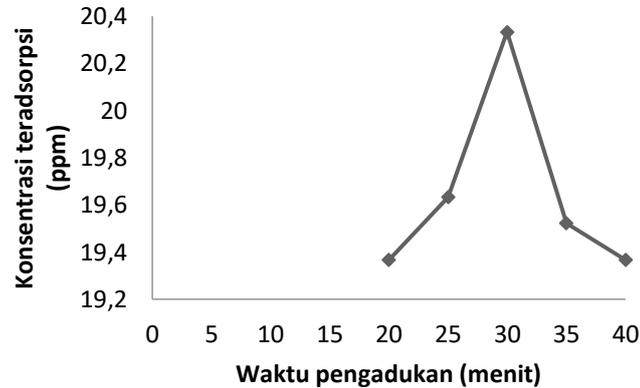


Gambar 4. Kurva variasi pH *cibacron red*

Dari Gambar di atas dapat dilihat bahwa pH optimum yang diperoleh adalah pada pH 2. Menurut Astuti (2007) ion sulfat yang mengikat gugus amina terprotonasi tersebut dapat menambah kereaktifan gugus aktif pada kitosan sehingga dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dari kitosan.

#### 4. Variasi waktu pengadukan

Optimasi waktu pengadukan dilakukan agar kitosan dapat mengadsorpsi larutan dengan sempurna dan menghasilkan daya adsorpsi yang maksimal.



Gambar 5. Kurva variasi waktu pengadukan

Dari Gambar di atas dapat dilihat bahwa waktu pengadukan optimumnya adalah selama 30 menit. Hal ini menggambarkan bahwa pada saat adsorpsi berlangsung selama 30 menit, sisi aktif permukaan kitosan telah berada dalam kondisi tepat jenuh oleh larutan zat warna cibacron red sehingga tercapai suatu kesetimbangan. Sedangkan pada waktu pengadukan melebihi 30 menit konsentrasi yang teradsorpsi mengalami penurunan, karena terjadi proses desorpsi atau pelepasan kembali larutan tersebut ke dalam lingkungan.

#### 5. Variasi konsentrasi larutan zat warna cibacron red

Variasi konsentrasi dilakukan dari 20 ppm sampai dengan 100 ppm. Nilai absorbansi yang diperoleh berbanding lurus dengan dengan konsentrasi, semakin tinggi nilai konsentrasi, maka semakin tinggi pula nilai absorbansinya. Presentase efisiensi adsorpsi yang diperoleh sangat baik karena berkisar antara 96-99%. Efisiensi adsorpsi yang paling baik yaitu pada konsentrasi 20 ppm dengan persentase efisiensi adsorpsi sebesar 99,5%. Penurunan efisiensi adsorpsi seiring dengan kenaikan konsentrasi, hal ini disebabkan karena terbatasnya kemampuan kitosan dalam jumlah kecil untuk mengadsorpsi zat warna dalam konsentrasi yang semakin besar.

### KESIMPULAN

Adanya serapan gugus  $-NH_2$  pada hasil spektrum FTIR kitosan menunjukkan telah terjadinya proses deasetilasi. Hal ini ditunjukkan pula dengan derajat deasetilasi yang diperoleh yaitu sebesar 64,6%. Kondisi optimum adsorpsi cibacron red oleh kitosan hasil deasetilasi kitin cangkang udang putih yaitu pada pH 2, kemudian waktu pengadukan selama 30 menit dan konsentrasi larutan sebesar 20 ppm dengan efisiensi adsorpsinya yaitu sebesar 99,5%.

### DAFTAR PUSTAKA

- Allen, S.J. dan Koumanova, B. (2005): Decolorisation of Water/Wastewater Using Adsorption, *Journal of The University Chemical Technology and Metallurgy*, Vol. 40 (3). Hal. 370-377.
- Astuti, P. (2007): *Adsorpsi Limbah Zat Warna Tekstil Jenis Procion Red MX 8b oleh Kitosan dan Kitosan sulfat Hasil Deasetilasi Kitin Cangkang Bekicot*, Skripsi, Universitas Sebelas Maret, Surakarta.

- Meriatna (2008): *Penggunaan Membran Kitosan untuk Menurunkan Kadar Logam Krom (Cr) dan Nikel (Ni) dalam Limbah Cair Industri Pelapisan Logam*, Tesis, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Nurhayati, dkk. (2011): *Degradasi Reacitve Orange 84 dalam Medium Cair Menggunakan Sonochemistry*, Skripsi, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Puspawati, N.M. dan Simpen, I.N. (2011): *Optimasi Deasetilasi Khitin dari Kulit Udang dan Cangkang Kepiting Limbah Restoran Seafood Menjadi Khitosan melalui Variasi Konsentrasi NaOH*, *Jurnal Kimia*, Vol. 4 (1). Hal. 79-90.
- Savitri, E., dkk. (2010): *Sintesis Kitosan, Poli(2-amino-2-deoksi-D-Glukosa), Skala Pilot Project dari Limbah Kulit Udang sebagai Alternatif Pembuatan Bahan Baku Biopolimer*, *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "Kejuangan" Pengembangan Teknologi Kimia untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*, Yogyakarta.
- Siregar, M. (2009): *Pengaruh Berat Molekul Kitosan Nanopartikel untuk Menurunkan Kadar Logam Besi (Fe) dan Zat Warna pada Limbah Industri Tekstil Jeans*, Tesis, Universitas Sumatera Utara, Medan.
- Susanti, A. (2009): *Potensi Kulit Kacang Tanah sebagai Adsorben Zat Warna Reaktif Cibacron Red*, Skripsi, Institut Pertanian Bogor, Bogor.
- Yuliusman dan Adelina P.W. (2010): *Pemanfaatan Kitosan dari Cangkang Rajungan pada Proses Adsorpsi Logam Nikel dari Larutan NiSO<sub>4</sub>*, *Prosiding Seminar Rekayasa Kimia dan Proses*, Depok.

## **KARBONISASI BATUBARA CARA PEMANASAN LANGSUNG DALAM ROTARY KILN SKALA PILOT PLANT**

**Suganal**

*Pusat Penelitian Dan Pengembangan Teknologi Mineral Dan Batubara  
Jl. Jenderal Sudirman 623 Bandung, 40211  
e-mail : suganal.1957@esdm.go.id*

### **ABSTRAK**

Undang Undang Republik Indonesia No 4 tahun 2009 tentang Pertambangan Mineral dan Batubara mengamanatkan para pemegang IUP Operasi Produksi wajib melakukan peningkatan nilai tambah mineral dan batubara. Salah satu kegiatan tersebut adalah pembuatan kokas (*coke making*) seperti tertulis dalam Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral No.25. tahun 2018 pasal 16 ayat 3 huruf c. Salah satu cara pembuatan kokas dari batubara adalah memanaskan batubara dalam suatu reaktor berbentuk rotary kiln dengan cara pemanasan langsung. Puslitbangtek Minerba telah melakukan upaya peningkatan nilai tambah batubara menjadi produk kokas di Pilot Plant Kokas, Palimanan. Operasi produksi berlangsung pada 880 °C sampai dengan 980 °C yang merupakan jelajah operasi karbonisasi batubaratempertur tinggi. Kokas butiran yang diperoleh mempunyai kadar zat terbang kurang dari 2 % sehingga secara kimiawi telah memenuhi persyaratan kokas secara umum. Keberhasilan realisasi peningkatan nilai tambah batubara dalam bentuk produksi kokas akan mendorong dan mendukung upaya peningkatan mineral yang membutuhkan kokas sebagai sumber energi dan sumber kimia reduktor berbasis sumberdaya alam domestik.

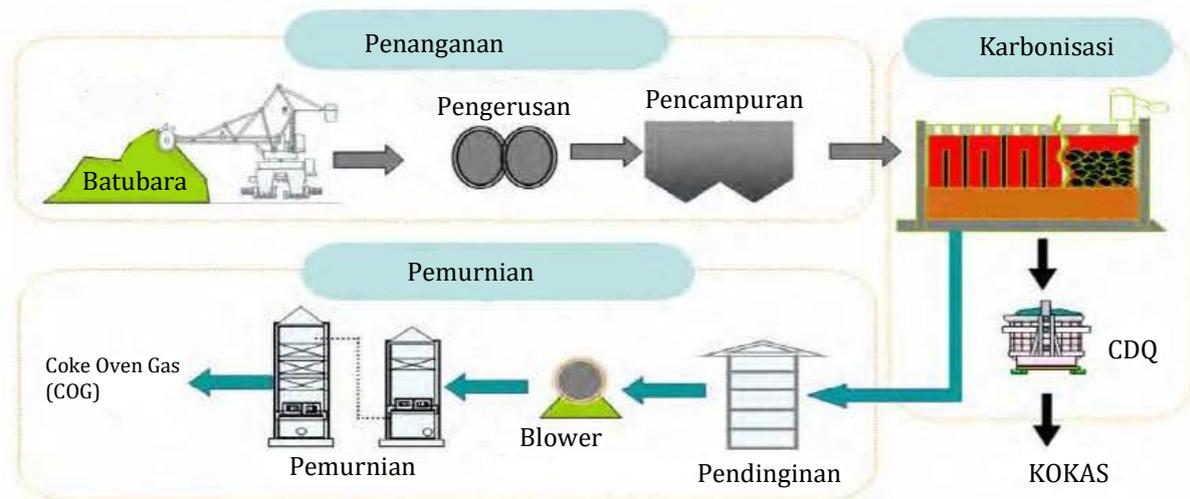
**Kata Kunci:** Karbonisasi, kokas butiran, rotary kiln, sumber daya alam domestik

### **PENDAHULUAN**

Undang Undang Republik Indonesia No. 4 tahun 2009 tentang Pertambangan Mineral dan Batubara mengamanatkan para pemegang IUP Operasi Produksi wajib melakukan peningkatan nilai tambah mineral dan batubara. Salah satu kegiatan tersebut adalah pembuatan kokas (*coke making*) seperti tertulis dalam Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral No.25. tahun 2018 pasal 16 ayat 3 huruf c (Anonim, 2018). Pembuatan kokas dilakukan mengkarbonisasi batubara, diutamakan batubara jenis *coking coal*.

Karbonisasi adalah destruksi batubara karena adanya pemanasan tanpa oksigen atau dengan oksigen dalam jumlah terbatas. Keberadaan oksigen diatur agar oksigen hanya bereaksi dengan zat terbang yang terbentuk pada pemanasan batubara tersebut, dengan demikian karbon padat batubara tidak mengalami reaksi oksidasi dengan oksigen. Kokas adalah produk utama proses karbonisasi batubara, berupa material padatan yang kaya akan karbon. Selain padatan, karbonisasi batubara juga menghasilkan menghasilkan produk samping (*by product*) berupa cairan dan gas. Padatan yang dihasilkan disebut kokas untuk produk karbonisasi temperatur tinggi.

Karbonisasi sebagai inti proses produksi kokas yang umum dilakukan adalah menggunakan sistem battere dengan cara memanaskan unggun batubara dalam kamar kamar atau slot karbonisasi. Pada akhir proses, produk kokas panas didorong ke dalam kereta pemadam kokas (*quenching car*) yang tertutup guna memperkecil emisi partikel padat halus dan emisi gas. Waktu tinggal karbonisasi berlangsung 15-30 jam, tergantung pada laju pemanasan dan lebar kamar karbonisasi. Gambar 1 menunjukkan bagan alir pembuatan kokas konvensional.



Sumber : Eun, K. 2012. Gambar1. Proses pembuatan kokas konvensional

Pada saat proses karbonisasi mencapai 700 °C terbentuklah sejumlah gas yang bercampur dengan tar dan buangan cairan lainnya seperti phenol, ammonia dan lainnya. Produktivitas gas bersih setelah pengolahan pemurnian mencapai 300 Nm<sup>3</sup>/ton batubara kering, meskipun sering dipengaruhi oleh kadar zat terbang umpan batubaranya. Gas yang disebut coke oven gas dapat digunakan sebagai bahan bakar pada boiler untuk pembangkit listrik tenaga uap. Pada pabrik kokas dengan kapasitas 1.000.000 ton per tahun diperkirakan dapat membangkitkan tenaga listrik sampai 80 MW (anonym, 2017).

Teknologi karbonisasi terbagi atas beberapa sistem tergantung antara lain pada spesifikasi fisik butiran bahan baku. Beberapa yang dikenal adalah : teknologi tungku *beehive*, teknologi tungku *rexco*, teknologi *system battere*, teknologi tungku terfluidisasi, teknologi *rotary kiln*, teknologi *vertical retort (carbonizer)*, teknologi *travelling grate retort (carbonizer)*. Teknologi *rotary kiln* sama dengan teknologi pengeringan batubara dalam *rotary kiln* namun berbeda temperatur operasinya, yaitu pada 700 °C. Proses karbonisasi atau pirolisa batubara dalam *rotary kiln* dapat digunakan untuk memproduksi kokas untuk operasi metalurgi, salah satunya operasi *blast furnace* yang memerlukan reaktivitas dan porositas tinggi. Penggunaan *rotary kiln* untuk produksi kokas mempunyai dua kelebihan yang khusus yaitu dapat menggunakan butiran batubara berukuran butir 1 - 2 cm, disamping waktu tinggal proses yang sangat cepat yang hanya membutuhkan waktu sekitar 1 jam. Waktu tinggal karbonisasi pada tungku karbonisasi konvensional memerlukan 15 - 20 jam. Pemanasan yang berlangsung cepat dapat mendorong pembentukan butiran kokas sangat berpori (Patisson, dkk, 2000).

Umumnya karbonisasi batubara berlangsung secara pemanasan langsung atau *direct heating*. Sumber panas berasal dari zat terbang yang teruapkan saat karbonisasi namun telah mengalami pengolahan gas sebagai *coke oven gas*. Dalam hal tertentu, antara lain kapasitas produksi yang kecil maka zat terbang yang teruapkan dibakar langsung pada ruang karbonisasi dengan cara memasukkan udara untuk membakar zat terbang. Teknologi *rotary kiln* efektif pada operasi pemanasan yang seragam sehingga kualitas semikokas atau kokas yang diperoleh relatif seragam. Kelemahan teknologi ini adalah volume ruangan *rotary kiln* yang digunakan untuk proses karbonisasi hanya maksimal 20 %. Hal ini berakibat produktivitas relatif rendah dibanding besarnya peralatan.

Produk karbonisasi berupa kokas dapat digunakan sebagai sumber energi maupun sumber karbon atau bahan baku industri kimia. Secara umum lingkup pemanfaatan meliputi sumber panas, dan reduktor pada blast furnace pengecoran logam produk karbit, sumber CO<sub>2</sub> pada *bleaching* pabrik gula dll. Pemanfaatan hasil karbonisasi batubara berupa kokas maupun semikokas di Indonesia cukup besar terutama dalam industri pengolahan dan pemurnian mineral logam. Pemenuhan kebutuhan kokas tersebut sebagian besar dipenuhi dari impor berasal dari China. Meskipun terdapat industri besi yang memproduksi kokas namun bahan baku berupa batubara *coking coal* masih didatangkan dari impor pula. Hal demikian karena Indonesia tidak memiliki cadangan batubara *coking coal*. Sebagai gambaran besarnya kebutuhan kokas terlihat dari impor kokas dan semikokas yang diperoleh dari data Biro Pusat Statistik pada Tabel 1., yang berasal dari Jepang, Hongkong, Taiwan, China, Singapura, Vietnam, Mesir, Australia, New Zealand, Colombia, Jerman, Malaysia, Amerika Serikat, Korea, Polandia, Ukraina, India, Inggris dan Swiss.

**Tabel 1. Impor kokas dan semikokas**

Tahun	Jumlah, kg	Nilai, US\$
2010	61.735.834	21.672.318
2011	62.441.588	25.644.956
2012	98.973.542	38.807.116
2013	129.581.703	38.669.821
2014	257.093.933	60.326.540
2015	219.066.720	38.951.646

Sumber : Anonim, 2018.

Tingginya lonjakan impor kokas dan semikokas pada Tabel 1 merupakan konsekuensi langsung dari penerapan Undang undang, Peraturan Pemerintah dan Peraturan Menteri Energi dan Sumber Daya Mineral untuk melaksanakan peningkatan nilai tambah dari mineral dan batubara. Kebutuhan kokas untuk memproduksi satu ton pig iron berkisar 0,32 ton – 0,45 ton, sedangkan untuk produksi Nickel Pig Iron (NPI) membutuhkan kokas sebesar 1,3 ton - 1,7 ton per ton NPI (Zulhan, dkk, 2012).

Penelitian dan pengembangan batubara Indonesia untuk pembuatan kokas juga dilakukan oleh institusi litbang di luar negeri sebagai pendukung industri di negara negara yang bersangkutan. Hal demikian menunjukkan bahwa peran sumberdaya alam Indonesia sangat penting. Dalam industri besi baja dan pemurnian mineral logam, peranan batubara maupun kokas dari batubara juga termasuk obyek penelitian untuk mendukung industri. Industri besi yang memanfaatkan metode *blast furnace* memang membutuhkan kokas yang berasal dari *coking coal*, namun batubara jenis tersebut masih belum tersedia secara konkrit. Beberapa litbang umumnya diperoleh hasil bahwa kekuatan kokas sangat minim karena kandungan maceral yang tidak tepat untuk mendapatkan kokas metalurgi. Beberapa hasil studi digunakan sebagai masukan porsi pencampuran batubara antara *coking coal* dan *non coking coal* (Chen, YW, 2015).

Beberapa proses pengolahan dan pemurnian mineral logam tidak membutuhkan kokas jenis kokas metalurgi yang memerlukan kekuatan fisik tinggi, namun terdapat pula dalam bentuk butiran halus yang dicampur dengan bahan mineral dalam bentuk *granular* atau *pellet*. Sebagai contoh adalah proses reduksi bijih nikel dengan *Krupp Renn process* untuk mendapatkan ferronikel. Tahapan proses tersebut meliputi penggerusan bijih dengan mencampur dengan material berkarbon yaitu batubara antrasit, kokas dan limestone sebagai flux kemudian dibuat briket. Tahap selanjutnya direduksi dengan dialiri gas panas dari hasil pembakaran batu bara. Produk yang terbentuk didinginkan, digerus, dipisahkan secara fisik dan terakhir pemisahan dengan magnetik. Produk akhir berupa partikel dengan ukuran 2 - 3 mm dengan komposisi Ni 18-22%. (Setiawan, I.2016).

Hasil karbonisasi batubara non coking pada dasarnya hanya akan mendapatkan kokas bertmutu baik dari sisi kimiawi namun dari sisi kekuatan fisik hampir pasti berupa kokas butiran yang rapuh. (Suganal; Supriatna, W. 2017). Namun demikian, kokas batubara Indonesia masih berpeluang digunakan pada operasi pengolahan dan pemurnian mineral logam di luar system proses dengan peralatan blast furnace. Salah satu system proses non blast furnace adalah tanur tecnored. Proses kerja tanur ini hampir menyerupai dapur kupola, namun memiliki dua lapis lubang pemasukan udara (tuyere). Kegunaan ubang tuyere pada lapis bawah untuk membakar batubara atau kokas menghasilkan gas CO dan H<sub>2</sub>, selanjutnya lapisan atasnya membakar CO dan H<sub>2</sub> menjadi gas CO<sub>2</sub> dan air. Keuntungan dari proses tecnored adalah masih tepat menggunakan kokas kualitas rendah arau bahkan batubara mentah (tanpa karbonisasi) (Gunara, M. 2017).

Dalam rangka mengoptimalkan pemanfaatan batubara *non coking* Indonesia untuk mendukung proses pningkatan nilai tambah batubara dan implementasinya pada pengolahan dan pemurnian mineral logam, dilakukan ujicoba karbonisasi batubara dalam rotary kiln pemanasan langsung. Pemilihan metode pemanasan langsung dalam rotary kiln didasarkan pada sifat batubara Indonesia yang mudah pecah membentuk butiran kecil saat tersimpan pada stockpile yang terbuka.

## BAHAN DAN METODA

### Alat

Peralatan yang digunakan berupa *Rotary kiln* berbentuk silinder membujur dengan dimensi dan system operasi sebagai berikut :

- a. Dimensi : panjang : 10,0 meter,  
diameter luar : 1,5 meter,  
diameter dalam : 1,0 meter,  
jenis bahan bakar : batubara serbuk – 30 mesh (menggunakan siklo burner batubara).
- b. *Rotary kiln* dilengkapi alat pendukung berupa *screw conveyor vertikal*, untuk mengangkut umpan bahan baku batubara dari lantai dasar ke *hopper* atas, dilengkapi dengan pengatur kecepatan (inverter) dan *screw feeder* horisontal, untuk mengangkut batubara dari *hopper* atas ke dalam *rotary kiln*, dilengkapi dengan pengatur kecepatan (inverter) serta *Hydro – cyclone separator* sebagai pembersih gas buang untuk menangkap debu sisa karbonisasi maupun abu dari pembakar siklon.

Ujud peralatan terlihat pada Gambar 2.



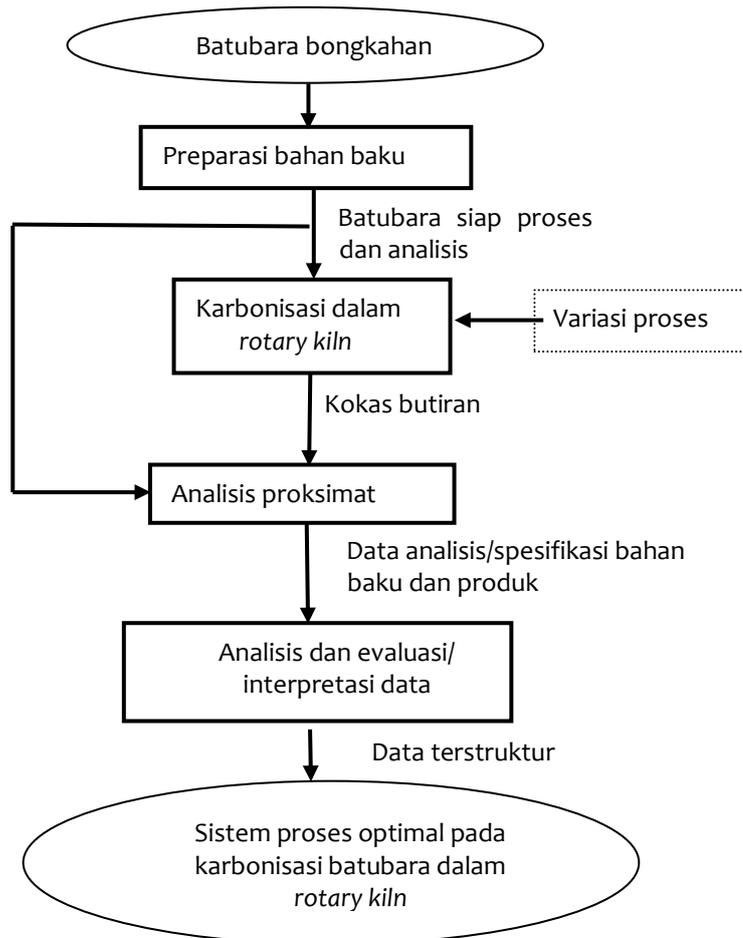
Gambar 2. *Rotary Kiln* untuk karbonisasi

**Bahan**

Batubara bongkah dengan ukuran butir 0-3 inci, diambil dari Pelabuhan Cirebon yang berasal dari lokasi tambang batubara di Kalimantan Selatan.

**Prosedur Penelitian**

Percontoh batubara diambil langsung lokasi penimbunan batubara Terminal Batubara Indah di Pelabuhan Cirebon berupa batubara berasal dari Kalimantan Selatan. Batubara dilakukan preparasi untuk mendapatkan ukuran butir seragam antara 2,5 – 5,0 cm. Hasil preparasi dilakukan karbonisasi dalam rotary kiln pada suhu 880-980°C, yaitu pada tempuhan temperatur di lokasi pengumpanan (*raw material inlet*) 880 °C, 900 °C, 905 °C, 920 °C, 930 °C, 960 °C, 965 °C dan 980 °C dengan pemanasan langsung. Analisis kualitas dari bahan baku (batubara) dan produk (kokas) berupa analisis proksimat dilakukan menggunakan metode analisis standart ASTM. Langkah penelitian terlihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Kegiatan penelitian karbonisasi batubara

## DISKUSI

Pembuatan kokas dari batubara Indonesia sebagai upaya peningkatan nilai tambah batubara hanya dapat dilakukan terhadap jenis batubara *non coking coal* sesuai kenyataan cadangan batubara yang tersedia. Berbagai upaya ujicoba system karbonisasi telah dicoba termasuk system pemanasan langsung dan tak langsung. Namun kendala sifat sifat fisik batubara yang mudah pecah dan sulitnya mendapatkan umpan batubara berbutir besar (*nut coal*) maka pilihan operasi karbonisasi dalam *rotary kiln* menjadi suatu pilihan yang tepat. Terlebih lagi sebagai upaya penghematan pasokan kebutuhan energi karbonisasi yang bersifat *endoterm* maka pemanasan langsung juga merupakan pertimbangan pilihan yang tepat. Tampilan fisik antara bahan baku berupa batubara bongkahan dengan produk berupa butiran kokas (*nut coke*) terlihat pada gambar 4. Pada Gambar 4 terlihat bahwa kokas butiran mempunyai ukuran butir yang lebih kecil, umumnya kurang dari 3 cm. Hal ini sebagai dampak dari pemanasan batubara *non coking* yang cenderung akan hancur. Berbeda dengan pemanasan pada batubara *coking coal*, pemanasan batubara *coking coal* justru akan menggumpal dan keras yang cocok untuk pembuatan kokas metalurgi. Kondisi operasi dan hasil kokas dari ujicoba karbonisasi dalam *rotary kiln* terlihat pada Tabel 2, Tabel 3 dan Gambar 5.



Umpan Karbonisasi



Produk Karbonisasi

Gambar 4. Ukuran partikel umpan batubara dan produk kokas

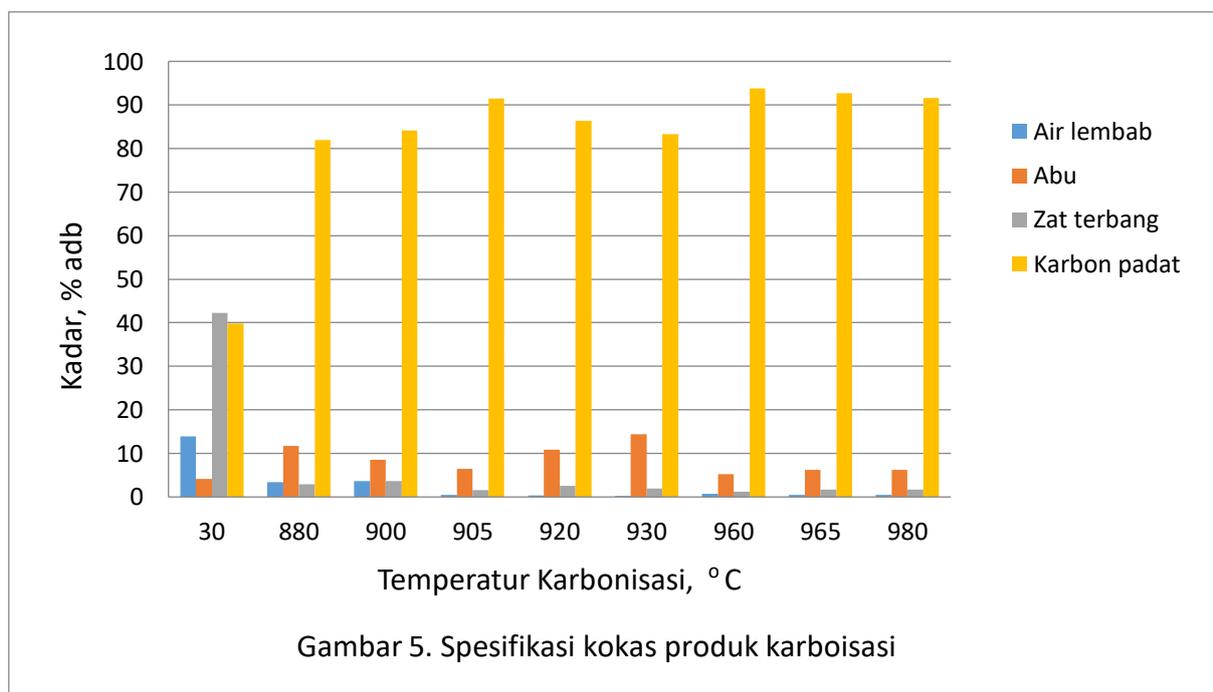
Tabel 2. Kondisi operasi karbonisasi pada *rotary kiln*

No.	Tempuhan operasi	Temperatur lokasi pengumpan, °C	Temperatur tengah kiln, °C	Temperatur keluaran produk, °C
1	A	880	674	500
2	B	900	690	548
3	C	905	728	570
4	D	920	705	567
5	E	930	733	587
6	F	960	738	595
7	G	965	740	526
8	H	980	745	597

Tabel 3. Analisis kokas hasil karbonisasi

No	Temperatur karbonisasi, °C	Air lembab	Abu (% db)	Zat terbang (% db)	Karbon padat (% db)	Keterangan
----	----------------------------	------------	------------	--------------------	---------------------	------------

		(%db)				
1	25 (umpan)	13,86	4,02	42,30	39,82	Umpan/batubara
2	880	3,35	11,74	2,96	81,95	Kokas
3	900	3,61	8,53	3,69	84,17	Kokas
4	905	0,50	6,43	1,57	91,5	Kokas
5	920	0,35	10,81	2,52	86,32	Kokas
6	930	0,20	14,45	2,0	83,35	Kokas
7	960	0,75	5,24	1,26	92,75	Kokas
8	965	0,95	4,02	1,76	93,27	Kokas
9	980	0,50	6,16	1,70	91,64	Kokas



Gambar 5. Spesifikasi kokas produk karbonisasi

Menilik hari ujicoba pada Tabel 3 dan Gambar 5 tersebut di atas dapat disimpulkan produk kokas butiran yang dihasilkan mempunyai spesifikasi yang sangat baik karena kadar zat terbang yang tersisa sangat rendah dan kadar padat yang diperoleh sangat tinggi. Kualitas yang tergolong prima tersebut merupakan akibat positif dari bahan baku yang sangat rendah kadar abunya dan system kontak pemanasan yang dilakukan secara co-current (searah antara aliran panas dan aliran bahan). System co-current pada karbonisasi ini akan menimbulkan efek *flash Pyrolysis* dan pemanfaatan media panas yang efektif karena media panas kontak langsung. Setelah kontak yang bersifat *flash pyrolysis* yang diikuti tahap pendinginan juga berlangsung secara simultan.

Target ujicoba karbonisasi saat ini adalah mendapatkan kokas yang dapat digunakan pada pengolahan dan pemurnian mineral logam di luar operasi *blast furnace*.

Berdasarkan data data percobaan sebelumnya bahwa rendemen karbonisasi batubara Indonesia berkisar 40 %. Atas dasar tersebut maka umpan karbonisasi dipilih batubara dengan kadar abu kurang dari 5 % (adb) agar produk kokas yang diperoleh mempunyai kadar abu yang tidak melebihi dari 10 % sebagai batas maksimum persyaratan umum kokas (Suganal, 2017). Oleh

karena itu umpan proses batubara sebesar 4,02 % persen masih dalam kisaran target pemilihan bahan baku. Dari semua tempuhan operasi telah diperoleh kadar zat terbang > 80 %. Pada temperatur > 900 °C bahkan diperoleh kadar zat terbang kokas > 90 % dan kadar zat terbang hanya kurang dari 2%. Pada spesifikasi kokas dengan nilai tersebut sudah sangat cukup untuk memanfaatkan produk kokas tersebut sebagai material reduktor pengolahan dan pemurnian mineral logam (namun bukan sebagai kokas metalurgi pada blast furnace). Supriatna dkk melaporkan bahwa ujicoba reduksi pellet bijih besi dalam *rotary kiln* di Lampung telah berhasil baik meskipun menggunakan kokas dengan kadar zat terbang sebesar 80,34 % (Supriyatna, YI., Amin, M., Suharto, 2012). Bahan reduktor pada ujicoba tersebut tercantum pada Tabel 4 berikut.

**Tabel 4. Hasil analisa proksimat reduktor**

No.	Nama contoh	Analisa proksimat, % adb				Kalori, kJ/kg, adb
		Air	Zat terbang	Abu	Karbon padat	
1	Arang kayu	10,00	8,75	4,37	76,85	7.009,4
2	Arang batok	5,39	11,03	3,98	79,60	5.312,71
3	Kokas	7,22	5,84	6,51	80,43	7.600
4	Batubara	8,96	40,22	5,48	45,34	5.800

Sumber : Supriyatna, YI., Amin, M., Suharto (2012).

Beberapa ujicoba karbonisasi dalam *rotary kiln* di beberapa negara antara lain India juga masih pada kisaran kadar karbon padat kurang dari 80 %. Pada ujicoba karbonisasi batubara dalam *rotary kiln* di India dengan variasi temperatur dan waktu tinggal diperoleh bahwa devolatilasi pada 900 °C selama 2 jam dapat mencapai kadar zat terbang 2 %, kadar karbon padat 64 %. Namun pada peningkatan kadar karbon padat dari devolatilasi masih rendah mengingat kadar abu kokas sangat tinggi mencapai 34 % (Kumar, R, 2014). Kumar yakin bahwa kokas butiran tersebut sudah tepat untuk operasi pabrik *sponge iron* di India. Pemanfaatan kokas untuk smelting process di China juga dirasa sudah cukup memadai dengan kadar karbon padat kokas sebesar 80% (Li, dkk, 2016).

Secara umum, operasi proses karbonisasi batubara pada temperatur 960°C telah dapat menghasilkan produk butiran kokas dengan kadar zat terbang sangat rendah, 1,26 % (adb) dan kadar karbon padat sangat tinggi, 92,75 % (adb), yang secara kimiawi dapat digunakan sebagai reduktor dan bahan bakar pada proses pengolahan dan pemurnian mineral logam **selain** operasi *blast furnace* yang tidak memerlukan persyaratan kekuatan fisik yang tinggi sekelas kokas metalurgi. Hal lain yang lebih unggul dari proses karbonisasi metode lainnya adalah operasi *co-current* tidak memerlukan zona pendinginan yang terpisah dari *rotary kiln* setelah tahap flash pyrolysis. Produk kokas bersama media pemanas mengalami pendinginan secara bersamaan sampai ujung keluaran produk.

## KESIMPULAN

Operasi proses karbonisasi batubara Indonesia dari Kalimantan Selatan dalam *rotary kiln* dengan pemanasan langsung pada temperatur 960°C pada skala *pilot plant* telah dapat menghasilkan produk butiran kokas dengan kadar zat terbang sangat rendah, 1,26 % (adb) dan kadar karbon padat sangat tinggi, 92,75 % (adb), yang secara kimiawi dapat digunakan sebagai reduktor dan bahan bakar pada proses pengolahan dan pemurnian mineral logam **selain** operasi *blast furnace* yang tidak memerlukan persyaratan kekuatan fisik yang tinggi sekelas kokas metalurgi. Implementasi pada skala komersil

akan menaikkan nilai tambah batubara dan mineral logam di dalam negeri dan berdampak pada pengurangan ketergantungan kokas impor.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada pengelola dan analis Laboratorium pada *Pilot Plant* Kokas di Sentra Pemanfaatan Batubara, Palimanan, atas pelayanan selama operasi karbonisasi berlangsung. Demikian pula kepada para analis Laboratorium Pengujian Batubara, Pusat Penelitian dan Pengembangan Teknologi Mineral dan Batubara, Bandung.

### DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. (2017) : Coke plant technologies, Thyssen Krupp, diunduh 23 Agustus 2017, [www.thyssen-industrial-solution.com](http://www.thyssen-industrial-solution.com).
- Anonim. (2018) : Peraturan Menteri Energi Dan Sumber Daya Mineral Republik Indonesia No. 25 tahun 2018, Tentang Pengusahaan Pertambangan Mineral Dan Batubara.
- Chen, YW. (2015) : An application of coke microstructure an microtexture to Indonesia coal, China Steel Technical report, No. 28 p 6-12.
- Gunara, M. (2017) : Potensi Batubara Sebagai Sumber Energi Alternatif Untuk Pengembangan Industri Logam, Prosiding Seminar Teknoka, Vol. 2.2017. M-22 s/d M-27.
- Kumar, R. (2014) : Carbonization study of non coking coals and characterisation of their properties for application in sponge iron making, Department Of Metallurgical And Materials Engineering National Institute Of Technology, Rourkela, India.
- Li, G., Jia, H., Luo, J., Peng, Z., Zhang, Y., Hunan, T (2016) : Ferronickel preparation from nickeliferous laterite by rotary kiln-electric furnace process, Characterization of Minerals, Metals, and Materials 2016, The Minerals, Metals & Materials Society. P 143-144.
- Patisson, F., Lebas, E., Hanrot, F., Ablitzer, D., Houzelot, Je. (2000) : Coal Pyrolysis in a Rotary Kiln. Part 1 : Model of the Pyrolysis of a Single Grain, Metallurgical and Materials Transactions B, volume 31b, april 2000, pp. 381-390. doi:10.1007/s11663-000-0056-5.
- Setiawan, I. (2016) : Pengolahan nikel laterit secara pirometalurgi: kini dan penelitian kedepan, Prosiding Seminar Nasional Sains Dan Teknologi 2016, Universitas Muhammadiyah, Jakarta.
- Suganal dan Supriatna, W. : Pembuatan kokas, dalam buku Teknologi Pemanfaatan Batubara Indonesia, Daulay, B, LIPI Press, Jakarta, 2017, Volume 1, hal 243-264.
- Supriyatna, YI., Amin, M., Suharto (2012) : Study penggunaan reduktor pada proses reduksi pellet bijih besi lampung menggunakan rotary kiln, Prosiding Seminar Nasional Penelitian dan PKM 2012 : Sains, Teknologi, dan Kesehatan, ISSN 2089-3582. Hal. 151-158.
- Zulhan, Z., Yusuf, Sata, YA., Solichin, Astuti, W., Sibarani, D., Nugok, MDR., Bagus, I. (2012) : Permodelan proses pembuatan nickel pig iron (NPI) dengan blast furnace untuk menentukan kebutuhan kokas, komposisi produk dan terak serta kapasitas pabrik sebagai fungsi dari kandungan nickel di bijih dan volume blast furnace, Prosiding The third Indonesian Process Metallurgy Conference (IPM III) 2012, hal 1-10.



ISBN 978-602-53770-0-6



**Jurusan Kimia**  
**Fakultas Sains dan Teknologi**  
**UIN Sunan Gunung Djati Bandung**  
Jl. A.H. Nasution No. 105 Bandung 40614  
<http://www.chem.uinsgd.ac.id>