

# BUKU PROSIDING

## SEMINAR NASIONAL KIMIA 2023

"Peran Riset Kimia dan Kontribusinya  
di Bidang Kesehatan"

23 Agustus 2023

SEMNAS

KIMIA 2023 PERAN RISET KIMIA DAN KONTRIBUSINYA DI BIDANG KESEHATAN

ORGANIZED BY:



SUPPORTED BY:



## Biosintesis Nanopartikel ZnO menggunakan Ekstrak Daun Betadin (*Jatropha multifida* L.) untuk Identifikasi Sidik Jari Laten

SRI ADELILA SARI<sup>1</sup>, MUHAMMAD RUDI AR<sup>2</sup>, HANISAH HASIBUAN<sup>1</sup>, NUR HARLIANDA<sup>3</sup>, ELVI SAYANI<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia, Universitas Negeri Medan, Medan, Indonesia

<sup>2</sup>Program Studi Magister Kesehatan Lingkungan, FKM Universitas Diponegoro, Semarang, Indonesia

<sup>3</sup>Program Studi Magister Kimia, Fakultas Pascasarjana, Universitas Negeri Medan, Medan, Indonesia

email: sriadelilasari@unimed.ac.id

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
<p>Kata Kunci: ZnO, nanopartikel, ekstrak daun betadin (<i>jatropha multifida</i> L.), sidik jari laten</p>	<p>Karena pentingnya penegakan hukum, identifikasi sidik jari laten adalah topik terbuka yang menarik lebih banyak perhatian. Kehadiran seseorang di Tempat Kejadian Perkara (TKP) dapat ditentukan melalui sidik jari laten. Sidik jari laten dapat memberi polisi informasi yang dapat membantu mereka menangkap penjahat. Banyak formulasi bubuk sidik jari yang berbeda telah digunakan secara luas selama ini, dengan masing-masing formula terdiri dari zat resin dan pewarna kontras. Metode yang paling banyak digunakan untuk pengembangan sidik jari laten di masa lalu adalah pencelupan perak nitrat, yodium asap, pencelupan ninhidrin, dan bubuk debu. Metode kuno ini bekerja dengan baik pada berbagai permukaan. Para ilmuwan telah bekerja untuk mengembangkan teknik yang lebih akurat untuk visualisasi cetakan laten karena metode konvensional untuk deteksi cetakan laten tidak selalu berhasil. Beberapa zat yang digunakan untuk membuat bubuk sidik jari beracun dan mungkin berbahaya bagi kesehatan manusia. Studi ini menawarkan cara penggunaan ZnO yang dikombinasikan dengan proses produksinya dan dimodifikasi dengan ekstrak daun betadin untuk menghasilkan zat bubuk sidik jari yang aman dan tidak beracun. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa ikatan Zn-O, gugus OH, gugus C-N, gugus C=O, serta adanya regangan N-O terdapat pada ekstrak daun betadin pada uji FTIR. Dengan demikian, maka temuan yang disajikan disini dapat menjadi titik awal untuk penyelidikan investigasi yang lebih canggih.</p>
<p>Keywords: ZnO, nanoparticles, latent fingerprint, betadin (<i>jatropha multifida</i> L.) leaf, biosynthesis</p>	<p><i>Due to its importance to law enforcement, latent fingerprint identification is an open subject that is drawing more attention. The presence of a person at a crime scene can be determined through latent fingerprints. Latent fingerprints can provide the police with information that can help them apprehend criminals. Many different fingerprint powder formulations have been widely employed during this time, with each formula consisting of a resin substance and a dye for contrast. The most widely used methods for latent fingerprint development in the past were silver nitrate immersion, smokey iodine, ninhydrin dipping, and dusting powder. These age-old methods work well on a variety of surfaces. Scientists have been working to develop more accurate techniques for latent print visualization because the conventional methods for latent print detection are not always successful. Some of the substances used to make fingerprint powders are poisonous and may be harmful to human health. This study offers a way for using ZnO in combination with its production process and modified by betadine leaf extract to create a safe and non-toxic fingerprint powder substance. The results of this investigation demonstrated that Zn-O bonds, OH groups, C-N groups, C=O groups, as well as the presence of N-O stretching are present in betadine leaf extract in the FTIR test. As a result, the findings presented here can act as a starting point for the investigation of more sophisticated investigations.</i></p>

### PENDAHULUAN

Nanopartikel merupakan suatu partikel yang memiliki ukuran sebesar 1-100 nm. Nanopartikel mampu menaikkan kestabilan bahan aktif terhadap kerusakan pada lingkungan

(penguraian enzimatis, pengoksidasian, dan hidrolisis), meningkatkan penyerapan senyawa makromolekul, meningkatkan ketersediaan hayati, mengurangi efek iritasi zat aktif pada saluran pencernaan, mengatasi kelarutan senyawa aktif yang tidak larut, dan mengubah sistem penghantaran obat sehingga obat dapat langsung menuju area tertentu. Saat ini, seng, emas, perak titanium, magnesium, tembaga, dan alginat digunakan untuk membuat berbagai struktur nano logam [1].

Nanopartikel menjadi sangat penting dibandingkan dengan partikel berukuran besar. Diantara nanopartikel logam lainnya, nanopartikel seng oksida sangat penting karena penggunaannya dalam sensor gas, biosensor, kosmetik, sistem pengiriman obat dan sebagainya. Seng oksida merupakan suatu senyawa inorganik yang memiliki rumus kimia ZnO. Serbuk seng oksida berwarna putih hampir tidak larut dalam air. ZnO adalah komponen yang banyak digunakan yang dapat ditemukan di berbagai macam produk dan bahan. Beberapa nanopartikel oksida logam diproduksi dengan kemungkinan aplikasi untuk masa depan. Diantaranya ZnO dianggap salah satu yang terbaik dieksploitasi di dimensi nano. Kesenjangan pita lebar dan energi pengikat rangsang yang besar membuat ZnO penting baik untuk aplikasi ilmiah maupun industri [2]. Perkembangan ilmu kimia dalam mensintesis ZnO yang tidak berbahaya telah banyak dilakukan, seperti Janjal [3] mensintesis nanopartikel ZnO dari ekstrak daun jambu. Awwad [4] mensintesis ZnO dari ekstrak daun *Oleaurope*.

Jenis-jenis nanopartikel dibagi menjadi perak, emas, alloy dan magnetik. Adapun fungsi dari jenis-jenis nanopartikel ini dapat dijadikan sebagai bahan untuk pelacak laboratorium dalam sidik jari DNA dalam sampel [5]. Sidik jari merupakan kesan garis-garis lengkung kulit pada ujung jari yang tertinggal di permukaan atau dibuat dengan menekan jari bertinta di atas kertas. Sidik jari memiliki ciri khas, tanda atau pola yang unik yang dapat digunakan untuk mengidentifikasi seseorang atau sesuatu [6]. Sidik jari laten, plastik, dan terlihat adalah tiga kategori yang termasuk dalam sidik jari forensik [7].

Identifikasi sidik jari laten adalah masalah terbuka yang menarik minat yang meningkat karena relevansinya dengan penegakan hukum [8]. Sidik jari laten bisa mengungkapkan keberadaan seseorang di TKP. Sidik jari laten dapat berfungsi sebagai petunjuk untuk mengarahkan polisi untuk penangkapan kriminal.

Misalnya, penemuan seorang anak kriminal jaringan pornografi di AS, pada tahun 2017, dimulai dari sidik jari yang diperoleh dari foto digital [9]. Identifikasi sidik jari laten semakin menarik perhatian karena perannya yang penting dalam penegakan hukum

Teknik bedak telah digunakan sebagai teknik sejak awal 1900-an. Selama periode ini, banyak formulasi bubuk sidik jari telah banyak digunakan, dengan masing-masing formula terdiri dari pewarna untuk kontras dan bahan resin [10]. Dulu bedak debu, pencelupan ninhidrin, yodium berasap dan perendaman perak nitrat adalah teknik yang paling umum digunakan untuk pengembangan sidik jari laten. Teknik tradisional ini cukup efektif untuk banyak permukaan. Namun, metode tradisional untuk laten deteksi cetak tidak selalu efektif dan para ilmuwan telah mencoba untuk menyempurnakan metode yang lebih baik untuk visualisasi cetakan laten. Beberapa zat yang digunakan untuk membuat bubuk sidik jari berbahaya bagi kesehatan manusia [11].

Pada tahun 2019, Sari et al., telah melakukan penelitian terkait bahan sidik jari dari bahan alam yaitu gambir. Hasilnya menunjukkan bentuk sidik jari yang kecoklatan dan pola warna sidik jari yang kontras [12]. Selain itu, pada tahun 2021, Sari et al., juga meneliti dengan menggunakan bahan alam dari kulit buah naga. Hasil yang diperoleh yaitu menunjukkan warna kecoklatan yang kontras [13]. Sari & Hawari juga telah melakukan penelitian tentang sidik jari laten dengan menggunakan ekstrak daun jeruk (*Citrus aurantifolia*). Hasil yang diperoleh pada berbagai permukaan berpori dan tidak berpori menunjukkan visualisasi dengan ciri gurat-gurat yang terlihat bagus dan jelas [14].

Penelitian ini memberikan solusi dalam mengembangkan bahan serbuk sidik jari yang tidak berbahaya dan tidak beracun dengan cara memanfaatkan ZnO yang dikombinasikan dengan metode sintesisnya serta juga dimodifikasi dengan menggunakan ekstrak daun betadin. *Jatropha multifida* L., juga dikenal sebagai tanaman obat tradisional Benin sebagai dikenal sebagai bahan antibiotik. Tanaman betadin dikenal sebagai alovi aton dalam bahasa Fon lokal Benin dan memiliki sifat obat yang diakui secara luas. Tanaman betadin ini digunakan untuk mengobati berbagai penyakit populasi manusia di Afrika, Asia atau Amerika Latin [15].

*Jatropha* dapat digunakan untuk pengobatan, diambil dari kata Yunani "jatros"

yang bermakna "dokter" dan "trophe" yang bermakna "makanan". Secara geografis, famili Euphorbiaceae, yang memiliki 150-175 spesies berkayu yang tersebar luas, termasuk genus *Jatropha* L. Famili Euphorbiaceae mencakup genus *Jatropha*, yang mengandung berbagai spesies, termasuk *J. multifida*, *J. curcas*, *J. molissima*, dan *J. gossypifolia* [16]. Genus *Jatropha* menawarkan berbagai keuntungan, termasuk aksi antibakteri dan pestisida [17]. Alkaloid dan flavonoid diketahui terdapat pada tanaman betadin ini. Salah satu metabolit sekunder yang ditemukan pada tanaman adalah flavonoid, yang merupakan zat polar yang dapat larut dalam alkohol. Sifat antimikroba, antijamur, antibakteri, anti alergi, sitotoksik, dan anti hipertensi dari metabolit sekunder sebagai metabolit sekunder [18].

## EKSPERIMEN

### *Material*

Bahan yang digunakan yaitu daun betadin, aquabides, seng nitrat heksahidrat ( $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (Smart-Lab), serbuk indestructible white (Sirchie) dengan komposisi titanium dioksida ( $\text{TiO}_2$ ), sampel permukaan berpori yang telah teruji (kertas karton hitam dan kertas minyak) dan sampel permukaan tidak berpori yang telah teruji (kaca preparat, aluminium foil dan compact disk).

### *Instrumentasi*

Gelas beaker (Pyrex) ukuran 500 ml, 250 mL dan 100 ml, serta gelas ukur (Pyrex) berukuran 150 ml, neraca analitik (Fujitsu), corong kaca (Pyrex) ukuran diameter 90 mm, blender, pengaduk magnetik (Thermo Scientific), furnace (Gallenhamp Hot Spot), mortal dan alu (PZ), spatula, gunting (Joyko), kaca pembesar (Joyko) ukuran 60mm dengan 5x pembesaran, kamera ponsel, sarung tangan (Sensi), selotip transparan (Joyko) ukuran sedang, lifted fingerprint backing card (Sirchie), Fourier Transform Infrared dan Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-Ray, digunakan dalam penelitian ini.

### *Prosedur*

#### *Preparasi Ekstrak Daun Betadin*

Daun betadin dicuci dengan aquabides untuk menghilangkan kotoran. Kemudian dipotong kecil-kecil dan dikeringkan dalam suhu ruang. dan diblender selama empat menit hingga menjadi bubuk. Setelah itu, 2 g serbuk daun betadin ditambahkan ke dalam gelas beaker dengan 100 mL aquabides, diaduk hingga 10 menit di suhu  $70^\circ\text{C}$  dengan pengaduk magnetik, kemudian dipanaskan selama 10 menit pada suhu  $80^\circ\text{C}$  sebelum didinginkan pada suhu kamar. Larutan ekstrak daun betadin disaring melalui kertas saring Whatman No. 1 guna memisahkan filtrat dari residu, dan filtrat tersebut selanjutnya digunakan untuk membuat nanopartikel ZnO. (Sari & Hawari, 2022).

#### *Sintesis Nanopartikel ZnO Menggunakan Ekstrak Daun Betadin*

Sebanyak 85 mL ekstrak daun betadin dan 4 g seng nitrat dicampurkan, dan campuran tersebut kemudian diaduk selama satu jam menggunakan pengaduk magnetik. Lalu larutan ditempatkan di dalam penangas air di suhu  $60^\circ\text{C}$  hingga satu jam. Setelah itu, campuran tersebut dipanaskan pada suhu  $150^\circ\text{C}$  menggunakan pengaduk magnetik untuk menghasilkan suspensi atau endapan. Larutan akan berubah warna dan membentuk suspensi, hal ini menunjukkan bahwa bioreduksi garam ZnO menjadi nanopartikel telah selesai. Kemudian dikalsinasi pada suhu  $400^\circ\text{C}$  untuk menghasilkan nanopartikel ZnO murni [14].

#### *Karakterisasi Nanopartikel*

Identifikasi gugus fungsi dalam pembuatan nanopartikel pada ekstrak daun betadin menggunakan FTIR pada bilangan gelombang  $4.000-400\text{ cm}^{-1}$  dan morfologi serta komposisi unsur yang terkandung dalam nanopartikel ZnO ditentukan dengan menggunakan SEM-EDX [14].

#### *Identifikasi Sidik Jari Laten*

Partisipan penelitian ini sebanyak 30 orang diambil acak. Orang yang memiliki sidik jarinya diambil dengan diinstruksikan untuk mencuci tangan dengan sabun dan dikeringkan dengan udara, kemudian sentuh ujung ibu jari tangan kanan pada dahi atau wajah untuk mendapatkan cetakan minyak (sebum). Hal ini dapat membantu cetakan sidik jari yang akan diletakkan pada media. Setelah itu, responden juga diminta menempelkan sidik jari ibu jari kanannya

ke beberapa jenis permukaan berpori (karton hitam dan kertas minyak) dan permukaan tanpa pori (piring kaca, aluminium foil, dan C). Kemudian, bubuk nanopartikel ZnO dengan lembut dan hati-hati disikat ke laten sidik jari. Akhirnya tersisa bubuk harus dihilangkan dengan ketukan lembut dan sidik jari laten harus difoto menggunakan kamera hp sebelum dilepas dengan selotip [14].

### *Pengembangan Identifikasi Sidik Jari Laten*

Sidik jari laten pada sampel permukaan berpori dan tanpa pori dibandingkan pada serbuk nanopartikel ZnO dan serbuk indestructible white (Sirchie) yang mengandung titanium dioksida (TiO<sub>2</sub>) dengan ukuran mikro.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### *Sintesis Nanopartikel ZnO*

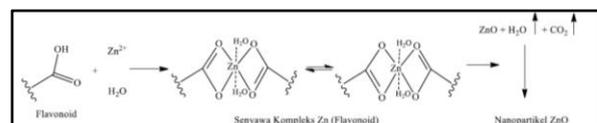
Tahap sintesis yang dilakukan dengan menggunakan ekstrak daun betadin sebanyak 85 mL dimasukkan ke gelas beaker yang berisi Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O sebanyak 4 gram. Proses pengadukan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dengan ekstrak daun betadin yang menghasilkan perubahan warna dari merah kecokelatan menjadi warna merah kecokelatan yang lebih pekat dari ekstrak daun betadin sebelum ditambahkan dengan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O. Perubahan rona warna dari merah kecokelatan ke merah kecokelatan yang lebih pekat, mengindikasikan perubahan fisio-kimiawi yang dihasilkan selama proses pengadukan Zn(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>·6H<sub>2</sub>O dengan ekstrak daun betadin yang dianggap sebagai indikator awal dalam memproduksi nanopartikel. Hasil ini seperti pada penelitian sebelumnya tentang perubahan warna pada sintesis tanaman nanopartikel ZnO [14]. Flavonoid dianggap bertanggung jawab atas ion Zn menjadi nanopartikel ZnO. Dalam jangka waktu beberapa jam, warna larutan berhenti berubah lebih jauh. Hal tersebut menunjukkan bahwa bioreduksi garam ZnO menjadi nanopartikel ZnO.

ZnO adalah suatu senyawa anorganik dan biasanya berbentuk bubuk putih. ZnO juga dapat disebut sebagai bahan yang multifungsi karena sifat fisik dan kimianya yang unik [19]. ZnO adalah zat yang memiliki banyak kegunaan dalam optoelektronik, dioda laser, LED, fotovoltaiik, sel surya, dan teknologi lainnya. ZnO adalah penyerap sinar UV yang hebat, transparan

terhadap cahaya tampak, memiliki mobilitas elektron yang kuat, daya hantam yang luas, dan tahan terhadap suhu tinggi [20].

Penggunaan ekstrak daun betadin berfungsi untuk membuat media poliol (karena ekstrak daun betadin kaya akan flavonoid) yang bertindak baik sebagai pelarut maupun sebagai agen penstabil untuk mengatur pertumbuhan nanopartikel ZnO. Media poliol dapat diyakini untuk mengontrol pembentukan aglomerat keras yang terbentuk selama sintesis nanopartikel oksida logam yang diperoleh melalui rute berair. Oleh karena itu, penggunaan titik didih yang tinggi pada poliol telah direkomendasikan oleh peneliti sebelumnya [21].

Apalagi pada ekstrak daun betadin lebih banyak gugus hidroksil, dengan demikian dapat memfasilitasi tercapainya keseimbangan yang cepat antara reaksi hidrolisis dan kondensasi [22]. Maka dari itu, seng nitrat digunakan sebagai prekursor dapat dengan mudah mengalami hidrolisis pembentukan ion nitrat dan ion seng membuat ion seng mudah tersedia untuk berikatan dengan gugus hidroksil dari molekul alkohol. Hal tersebut produk antara, yaitu, seng hidroksida nitrat yang terbentuk dalam larutan berair dapat dengan mudah diubah menjadi ZnO melalui kalsinasi pada suhu yang lebih tinggi. Amonium nitrat terbentuk sebagai produk sampingan sangat larut dalam air dan dapat mudah dihapus [23]. Mekanisme reaksinya terlihat pada Gambar 1.



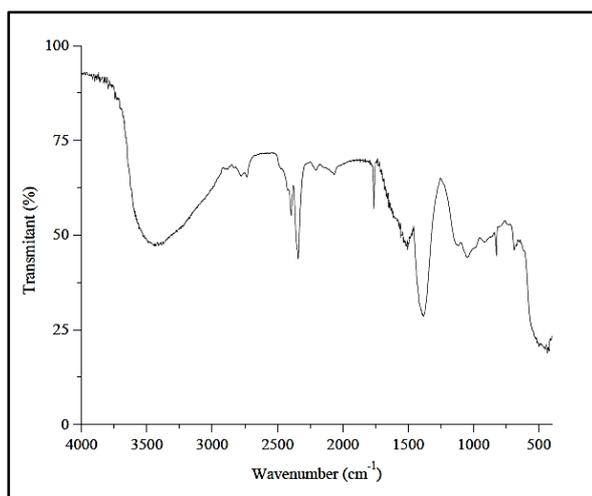
**Gambar 1** Mekanisme Reaksi Sintesis Nanopartikel ZnO Menggunakan Ekstrak Daun Betadin

Penguraian seng pada suhu tinggi dapat membuatnya melepaskan H<sub>2</sub>O dan CO<sub>2</sub> dan secara efektif kemudian menghasilkan molekul ZnO. Selanjutnya, pemanasan yang cukup diperlukan untuk menginduksi pembentukan nanopartikel ZnO yang terkristalisasi dengan. Suhu dianggap sebagai faktor penting dalam sintesis nanopartikel yang berukuran baik. Selain itu, diketahui juga bahwa semakin tinggi suhu pada proses reaksi sintesis ananopartikel, semakin kecil pula ukuran nanopartikel [24, 25].

### *Karakterisasi Nanopartikel ZnO*

#### *Karakterisasi Menggunakan FTIR*

Spektroskopi FTIR adalah salah satu spektroskopi vibrasi yang banyak digunakan untuk analisis kimia dalam sampel biomedis [26, 27], karena sebagian besar anorganik dan komponen organik di lingkungan aktif dalam radiasi *infrared* (IR) selain itu IR juga memiliki momen dipol [28, 29, 30]. Pengujian untuk mengamati gugus fungsi yang ada dalam nanopartikel ZnO, dengan FTIR [31]. Adapun hasil spektrum FTIR dari nanopartikel ZnO yang disintesis dengan menggunakan ekstrak daun betadin dapat dilihat pada Gambar 2.

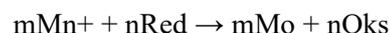


**Gambar 2** Hasil Spektrum Analisis FTIR Nanopartikel ZnO

Gambar 2 menunjukkan bahwa di wilayah bilangan gelombang antara 500 – 600  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan Zn-O [32, 33, 34]. Vibrasi ulur gugus hidroksil (OH) terjadi pada bilangan gelombang 3423,65  $\text{cm}^{-1}$  yang disebabkan oleh adsorpsi air pada permukaan nanopartikel ZnO [35, 36, 37] dan pada rentang bilangan 1047,35  $\text{cm}^{-1}$  memperlihatkan adanya gugus OH yang lentur dalam protein [38] dan juga diidentifikasi adanya vibrasi regangan gugus amina (C-N) [39]. Pada bilangan gelombang 1508,33  $\text{cm}^{-1}$  ditemukan puncak lemah gugus karbonil (C=O) simetri [40, 41]. Pada puncak 1764,87  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan peregangan gugus C=O [42]. Pada bilangan gelombang 1384,89  $\text{cm}^{-1}$  menandakan terdapat gugus alkana (C-H) [14] dan juga adanya peregangan N-O. Bilangan gelombang pada 1384,89  $\text{cm}^{-1}$  terjadi peningkatan pada saat sampel sebelum dikalsinasi. Hal ini diperkirakan disebabkan oleh jumlah gugus fungsi N-O yang dihasilkan prekursor  $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$  [43] Hasil FT-IR ini menunjukkan tidak ada perbedaan diantara semua perlakuan dan mengkonfirmasi komposisi kimia dari ZnO yang

diperoleh, seperti pada penelitian sebelumnya [44, 45, 46].

Senyawa dengan gugus fungsi OH diketahui berkontribusi dalam pembuatan nanopartikel, menurut data dari spektrum FTIR. Ada banyak zat dengan gugus fungsi ini dalam ekstrak daun betadine. Kompleksasi  $\text{Zn}^{2+}$  dan ekstrak daun betadine merupakan langkah kunci dalam produksi nanopartikel ZnO. Gugus fungsi ini bekerja sebagai ligan yang memberikan orbital  $\text{Zn}^{2+}$  pasangan elektron bebas, dan  $\text{Zn}^{2+}$  serta gugus polar kemudian bergabung untuk menghasilkan senyawa kompleks dalam templat berskala nano. Setelah prosedur kalsinasi, nanopartikel ZnO diproduksi [47]. Ketika nanopartikel logam di reduksi, reaksi umum yang berlangsung yaitu:



Dimana, Red adalah reduktor dan Oks adalah hasil oksidasi, lalu M adalah logam.

## SIMPULAN

Berdasarkan temuan penelitian, uji FTIR menunjukkan adanya ikatan Zn-O, gugus OH, gugus C-N, gugus C=O, dan peregangan N-O.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada seluruh pihak yang memberikan kontribusinya selama pelaksanaan penelitian ini.

## REFERENSI

- [1] M. Fadhila, R. Wahyuni, Y. N. Sari, M. D. Octavia dan M. D. Lestari, "Nanoparticle of Telmisartan and Polyvinylpyrrolidone K-30: Characterization," *Journal of Drug Delivery and Therapeutics*, vol. 12, no. 4, pp. 56-59, 2022.
- [2] S. Sabir, M. Arshad dan S. K. Chaudhari, "Zinc Oxide Nanoparticles for Revolutionizing Agriculture: Synthesis and Applications," *Hindawi Publishing Corporation: The Scientific World Journal*, vol. 2014, pp. 1-8, 2014.
- [3] S. Janjal, A. Agale, A. Rajbhoj dan G. ST, "Synthesis and Electrochemical

- Characterization of Zinc Oxide Nanoparticles Using Green Method,” *International Journal of Applied Research*, vol. 3, no. 3S, pp. 309-312, 2017.
- [4] A. M. Awwad, B. Albiss dan A. L. Ahmad, “Green Synthesis, Characterization and Optical Properties of Zinc Oxide Nanosheets Using Olea Europea Leaf Extract,” *Advances in Material Letter*, vol. 5, no. 9, pp. 520-524, 2015.
- [5] S. Hasan, “A Review on Nanoparticles: Their Synthesis and Types,” *Research Journal of Recent Sciences*, vol. 4, pp. 1-3, 2014.
- [6] D. E. Eboh, “Fingerprint Patterns in Relation to Gender and Blood Group Among Students of Delta State University, Abraka, Nigeria,” *Original Article*, vol. 12, no. 2, pp. 82-87, 2016.
- [7] H. J. Kobus, K. P. Kirkbride dan M. A. Raymond, “Identification: Fingerprints a Key Identification Parameter – Detection, Identification, and Interpretation,” *In Encyclopedia of Forensic and Legal Medicine: Second Edition*, vol. 3, pp. 65-73, 2016.
- [8] J. Li, J. Feng dan C. C. Jay Kuo, “Deep convolutional neural network for latent fingerprint enhancement,” *Signal Processing: Image Communication*, vol. 60, pp. 52-63, 2018.
- [9] F. B. I. Award, “Federal Bureau of Investigation,” Department of Justice of the United States of America. USA Std, Texas, 2017.
- [10] R. Saferstein, *Forensic Science: From the Crime Scene to the Crime Lab*, New York: Pearson, 2018.
- [11] S. Sagar, A. Arthanari, R. S. dan P. Ramani, “Evaluation Of Latent Fingerprints Using Titanium Dioxide Powder Evaluation Of Latent Fingerprints Using Titanium Dioxide Powder,” *Journal of Positive School Psychology*, vol. 6, no. 3, p. 993–998, 2022.
- [12] S. A. Sari, H. Ningsih, Jasmidi, A. Kembaren dan N. A. Mahat, “Development of Gambir Powder As A Cheap and Green Fingerprint Powder For Forensic Applications,” *Proceedings of the 2nd International Conference on Biosciences and Medical Engineering (ICBME2019)*, vol. 2155, pp. 1-5, 2019.
- [13] S. A. Sari dan A. N. S. Lubis, “The Development of Dusting Method for Dragon Fruit as Fingerprint Visualization,” *JPKP: Journal Kimia dan Pendidikan Kimia*, vol. 6, no. 1, pp. 1-13, 2023.
- [14] S. A. Sari dan D. Hawari, “Biosynthesis of ZnO Nanoparticles using Lime Leaf Extract (Citrus aurantifolia) for Identification of Latent Fingerprints,” *JPKP (Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia)*, vol. 7, no. 2, pp. 171-180, 2022.
- [15] M. Senou, J. E. Lokonon, E. O.-T. R. Abissi, F. Agbogba, R. J. Dehou, E. Medoatinsa, P. Tchogou, B. F. Cachon, A. Hounbeme, E. Attakpa, A. Amegnona dan L. Baba-Moussa, “Antibacterial Activity and Toxicity of the Sap and Aqueous Extract of the Leaves of *Jatropha multifida* Linn,” *Journal of Biosciences and Medicines*, vol. 10, no. 7, pp. 171-182, 2022.
- [16] C. d. Carvalho, L. V. Mariano, V. S. Negrao, C. P. Goncalves dan M. C. Marcucci, “Phenols, Flavonoids and Antioxidant Activity of *Jatropha multifida* L. Collected in Pindamonhangaba, Sao Paulo State, Brazil,” *J Anal Pharm Res*, vol. 7, no. 5, p. 581–584, 2018.
- [17] S. Rampadarath, D. Puchooa, R. Jeewon dan K. Bandhoa, “Diversity, Seasonal Variation and Antibacterial Activity of Endophytic Fungi Associated With the Genus *Jatropha*

- in Mauritius,” *Journal of Biotechnology & Biomaterials*, vol. 8, no. 1, pp. 1-8, 2018.
- [18] N. Harlianda, Halimatussakdiah dan U. Amna, “Analisis Kualitatif Senyawa Metabolit Sekunder Daun Betadin (*Jatropha multifida* L.),” *QUIMICA: Jurnal Kimia Sains dan Terapan*, vol. 1, no. 1, pp. 5-10, 2019.
- [19] R. Manjunantha, K. Usharani dan D. Naik, “Synthesis and characterization of ZnO Nanoparticles: A Review,” *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*, vol. 8, no. 3, pp. 1095-1101, 2019.
- [20] A. M. Famia dan M. Muldarisnur, “Pengaruh Temperatur Sintesis Hidrotermal Terhadap Diameter Nanopartikel Seng Oksida,” *Jurnal Fisika Unand*, vol. 8, no. 2, pp. 127-132, 2019.
- [21] S. Fakhari, M. Jamzad dan H. Kabiri Fard, “Green Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles: A Comparison,” *Green Chem. Lett. Rev*, vol. 12, no. 1, pp. 19-24, 2019.
- [22] J. Hasnidawan, H. Azlina, H. Norita, N. Bonnia, S. Ratim dan E. Ali, “Synthesis of ZnO Nanostructures Using Sol-Gel Method,” *Procedia Chemistry*, vol. 19, pp. 211-216, 2016.
- [23] S. Zahra, S. Qaisa, A. Sheikh, H. Bukhari dan C. A. Amin, “Pengaruh Suhu Kalsinasi Terhadap Struktur dan Morfologi Nanopartikel Seng Oksida yang Disintesis Melalui Proses Sol-Gel Berair yang Dikatalisis Basa,” *Jurnal Kimia Eropa*, vol. 13, no. 2, p. 162 – 167, 2022.
- [24] K. Saware dan A. Venkataraman, “Biosynthesis and Characterization of Stable Silver Nanoparticles Using *Ficus Religiosa* Leaf Extract: A Mechanism Perspective,” *Journal of Cluster Science*, vol. 25, pp. 1157-1171, 2014.
- [25] S. Jain dan M. S. Mehata, “Medicinal Plant Leaf Extract and Pure Flavonoid Mediated Green Synthesis of Silver Nanoparticles and Their Enhanced Antibacterial Property,” *Scientific Reports*, vol. 7, no. 15867, 2017.
- [26] K. A. Chan dan S. G. Kazarian, “Attenuated Total Reflection Fourier-transform Infrared (ATR-FTIR) Imaging of Tissues and Live Cells,” *Chemical Society Reviews*, vol. 45, no. 7, pp. 1850-1864, 2016.
- [27] V. Hospodarova, E. Singovszka dan N. Stevulova, “Characterization of Cellulosic Fibers by FTIR Spectroscopy for Their Further Implementation to Building Materials,” *American Journal of Analytical Chemistry*, vol. 9, no. 6, pp. 303-310, 2018.
- [28] P. R. Griffiths dan J. A. de Haseth, *Fourier Transform Infrared Spectrometry*, New York: John Wiley & Sons, 2007.
- [29] F. Xu, F. Dowell, D. Wang, J. Yu dan T. Tesso, “Qualitative and Quantitative Analysis of Lignocellulosi C Biomass Using Infrared Techniques,” *Appl Energy*, vol. 104, pp. 801-809, 2013.
- [30] C. d. C. A. Lopes, P. H. J. O. Limirio, V. R. Novais dan P. Dechichi, “Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) Application Chemical Characterization of Enamel, Dentin and Bone,” *Applied Spectroscopy Reviews*, vol. 53, no. 9, pp. 747-769, 2018.
- [31] R. K. Shah, F. Boruah dan N. Parween, “Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles Using Leaf Extract of *Camellia sinesis* and Evaluation of Their Antimicrobial Efficacy,” *International Journal of Current Microbiology Application Sciences*, vol. 4, no. 8, pp. 444-450, 2015.
- [32] W. Ahmad dan D. Karla, “Green Synthesis, Characterization and Anti Microbial Activities of ZnO Nanoparticles Using *Euphorbia hirta* Leaf Extract,” *Journal of King University*, vol. 32, p. 2015, 2358 – 2364.

- [33] H. Sadiq, F. Sher, S. Sehar, E. C. Lima, S. Zhang dan H. M. Iqbal, "Green Synthesis of ZnO Nanoparticles from Syzygium cumini Leaves Extract With Robust Photocatalysis Applications," *Journal of Molecular Liquids*, vol. 335, p. 116567, 2021.
- [34] Y. Veronica, A. Astuti dan S. R. A. Usna, "Sintesis dan Karakterisasi Nanokomposit Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@PEG:ZNO," *Jurnal Fisika Unand*, vol. 11, no. 1, p. 30 – 36, 2022.
- [35] G. Xiong, U. Pal, J. G. Serrano, K. B. Ucer dan R. T. Williams, "Photoluminescence and FTIR Study of ZnO Nanoparticles: the Impurity and Defect Perspective," *Physica Status Solidi (C)*, vol. 3, no. 10, pp. 3577-3581, 2006.
- [36] N. M. Girouard, S. Xu, G. T. Schueneman, M. L. Shofner dan J. C. Meredith, "Site-Selective Modification of Cellulose Nanocrystals with Isophorone Diisocyanate and Formation of Polyurethane-CNC Composites," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 8, pp. 1458-1467, 2016.
- [37] A. M. Ismail, A. A. Menazea, H. A. Kabary, A. E. El-Serbiny dan A. Samy, "The Influence of Calcination Temperature on Structural and Antimicrobial Characteristics of Zinc Oxide Nanoparticles Synthesized by Sol-gel Method," *Journal of Molecular Structure*, vol. 1196, pp. 332-337, 2019.
- [38] S. Vijayakumar, S. Mahadevan, P. Arulmozhi, S. Shiram dan P. K. Praseetha, "Green synthesis of zinc oxide nanoparticles using *Atalantia monophylla* leaf extracts: Characterization and antimicrobial analysis," *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 82, pp. 39-45, 2018.
- [39] D. Ramimoghadam, S. Bagheri dan S. B. Abd Hamid, "Biotemplated Synthesis of Anatase Titanium Dioxide Nanoparticles via Lignocellulosic Waste Material," *BioMed Research International*, 2014.
- [40] S. Husain, F. Rahman, N. Ali dan P. A. Alvi, "Nickel Sub-Lattice Effects on the Optical Properties of ZnO Nanocrystals," *Journal of Optoelectronics Engineering*, vol. 1, no. 1, pp. 28-32.
- [41] S. P. Rajendran dan K. Sengodan, "Synthesis and Characterization of Zinc Oxide and Iron Oxide Nanoparticles Using *Sesbania grandiflora* Leaf Extract as Reducing Agent," *Journal of Nanoscience*, 2017.
- [42] R. D. Kale dan P. Jagtap, "Biogenic Synthesis of Silver Nanoparticles Using Citrus Limon Leaves and Its Structural Investigation," *n: Advances in Health and Environment Safety: Select Proceedings of HSFEA 2016*, pp. 11-20, 2018.
- [43] R. N. Sari dan Y. M. Nurhasni, "Sintesis Nanopartikel ZnO Ekstrak Sargassum sp. dan Karakteristik Produknya," *JPHPI*, vol. 20, no. 2, pp. 238-254, 2017.
- [44] R. M. Alwan, Q. A. Kadhim, K. M. Sahan, R. A. Ali, R. J. MAhdi, N. A. Kassim dan A. N. Jassim, "Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles via Sol-gel Route and Their Characterization," *Nanosci. Nanotechnol*, vol. 5, no. 1, pp. 1-6, 2015.
- [45] S. Taghavi Fardood, S. Ramazani, S. Moradi dan A. Aslabi, "Green Synthesis of Zinc Oxide Nanoparticles Using Arabic Gum and Photocatalytic Degradation of Direct Blue 129 Dye Under Visible Light," *J. Mater. Sci. Mater. Electron*, vol. 28, pp. 13596-13601, 2017.
- [46] A. Samy, A. E. El-Serbiny dan A. A. Menazea, "Green Synthesis of High Impact Zinc Oxide Nanoparticles," *Egypt. J. Chem*, vol. 62, 2019.
- [47] B. K. Tiwari dan D. J. Troy, "Seaweed Sustainability: Food and Non-Food Applications," *Elsevier Inc*, vol. 11, p. 288 – 313, 2013.

- [48] M. RL, U. KV dan N. Dhananjay,  
"Synthesis and characterization of ZnO  
nanoparticles: A review," *Journal of  
Pharmacognosy and Phytochemistry*, vol. 8,  
no. 3, pp. 1095-1101, 2019.

## Kombinasi Bentonit dan Serbuk Daun Pepaya untuk Pengolahan Minyak Goreng Bekas

DWI APRILIYANI<sup>1</sup>, ERVIN TRI SURYANDARI<sup>1\*</sup>, DAN DYAH FITASARI<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Walisongo, Jl Prof Hamka kampus 3 Ngaliyan Kota Semarang, 50185

\* alamat email korespondensi: ervin\_ts@walisongo.ac.id

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
<p>Kata Kunci : Asam lemak bebas; bentonit; minyak goreng bekas;; peroksida; serbuk daun pepaya; uji organoleptik</p>	<p>Minyak jelantah yang telah digunakan berkali - kali akan mengalami penurunan kualitas dan kandungan gizi, sehingga dapat berdampak buruk pada kesehatan jika digunakan dan dikonsumsi secara terus-menerus. Oleh karena itu diperlukan suatu cara pengolahan untuk mempertahankan kualitas dan nilai gizi. Salah satu cara yang mudah dan sederhana yang bisa dilakukan adalah dengan cara adsorpsi menggunakan campuran adsorben bentonit dan serbuk daun pepaya pada berbagai variasi rasio, massa, dan waktu. Untuk meningkatkan kapasitas adsorpsinya maka serbuk daun pepaya diaktivasi menggunakan KOH dan bentonit diaktivasi menggunakan HCl. Kombinasi ini diharapkan mampu memberikan efek sinergis dalam pengolahan minyak goreng bekas. Karakteristik serbuk daun pepaya dan bentonit ditentukan dengan uji fitokimia dan FTIR. Hasil penelitian menunjukkan bahwa karakteristik serbuk daun pepaya mengandung alkaloid, triterpenoid, steroid, saponin dan tannin serta bentonit yang mengandung gugus fungsi yang berpotensi mampu menurunkan bilangan asam dan bilangan peroksida, serta menyerap warna dan bau pada minyak goreng bekas. Dari hasil adsorpsi diperoleh hasil optimum pada rasio (%) BA:SDPA=75:25 dengan massa 10 gram dan waktu kontak selama 60 menit yang dapat menurunkan bilangan asam sebesar 1,18 mgNaOH/g, bilangan peroksida sebesar 1,349 meq/kg, kadar air sebesar 0%, dan uji organoleptik pada bau dapat mengurangi bau ketengikan dan untuk warna dapat merubah warna minyak yang semula hitam kecoklatan menjadi kuning. Hasil tersebut sesuai SNI:3741:2013 kecuali uji parameter bilangan asam.</p>
<p><i>Keywords: Used cooking oil; bentonite; papaya leaf powder; free fatty acids; peroxide; organoleptic test</i></p>	<p><i>Used cooking oil that has been used many times will experience a decrease in quality and nutritional content, so that it can have a negative impact on health if used and consumed continuously. Therefore we need a way of processing to maintain quality and nutritional value. One easy and simple way that can be done is adsorption using a mixture of bentonite adsorbents and papaya leaf powder in various ratios, mass and time variations. To increase its adsorption capacity, papaya leaf powder was activated using KOH and bentonite was activated using HCl. This combination is expected to provide a synergistic effect in the processing of used cooking oil. Characteristics of papaya leaf powder and bentonite were determined by phytochemical and FTIR tests. The results showed that the characteristics of papaya leaf powder contain alkaloids, triterpenoids, steroids, saponins and tannins as well as bentonite which contains functional groups which have the potential to be able to reduce the acid number and peroxide value, as well as absorb the color and smell of used cooking oil. From the adsorption results obtained optimum results at the ratio (%) BA:SDPA=75:25 with a mass of 10 grams and a contact time of 60 minutes which can reduce the acid number by 1.18 mgNaOH/g, the peroxide number by 1.349 meq/kg, the water by 0%, and organoleptic tests on odor can reduce rancidity and for color can change the color of the oil which was originally brownish black to yellow. These results are in accordance with SNI: 3741: 2013 except for the acid number parameter test</i></p>

## PENDAHULUAN

Penggunaan minyak goreng yang digunakan secara berulang dapat berdampak buruk pada kesehatan dikarenakan terjadinya proses degradasi, oksidasi dan dehidrasi pada saat dilakukan pemanasan minyak goreng yang menciptakan radikal bebas dan senyawa yang bersifat racun. Kerusakan sel pembuluh darah, liver, jantung bahkan ginjal dapat diakibatkan karena mengkonsumsi minyak jelantah yang sudah tidak layak digunakan[1].

Meningkatnya produksi dan konsumsi minyak jelantah akan berkorelasi dengan meningkatnya ketersediaan minyak jelantah, maka diperlukan pengolahan minyak jelantah sehingga sesuai standar dan dapat dimanfaatkan kembali. Minyak jelantah memiliki kandungan bilangan peroksida 16,20 meq/kg, bilangan asam 1,15 mg KOH/g nilai tersebut melebihi SNI 3741:2013. Syarat mutu Kadar Minyak Goreng berdasarkan Standar Nasional Indonesia (SNI) 3741-2013 untuk bilangan asam maksimal 0,6 mg NaOH/g, bilangan peroksida maksimal 10 meq O<sub>2</sub>/kg, kadar air dan bahan menguap maksimal 0,15 % (b/b), warna, bau dan rasa yaitu normal Metode adsorpsi [2–4] dengan menggunakan campuran adsorben bentonit dan serbuk daun pepaya diharapkan dapat mengatasi kekurangan dalam minyak jelantah sehingga, menghasilkan minyak goreng dengan nilai bilangan asam, bilangan peroksida, analisa kadar air, dan uji organoleptik (warna dan bau) yang sesuai SNI 3741:2013[5].

Senyawa antioksidan digunakan untuk menurunkan bilangan peroksida minyak jelantah yang dapat melawan maupun menghalangi proses reaksi oksidasi yang dapat menggunakan senyawa antioksidan yang bekerja dengan cara mendonorkan sebuah elektronnya kepada senyawa oksidan, dan menetralkan radikal bebas sehingga atom dengan elektron yang tidak berpasangan memperoleh pasangan[6].

Antioksidan alami banyak terdapat pada tanaman sayur dan buah[7], salah satunya pada buah pepaya. Pepaya (*Carica pepaya L*) yakni tanaman buah dari famili *Carricaceae* yang berasal dari Amerika Tengah, Hindia Barat, Meksiko dan Costarica yang mampu hidup di daerah tropis, sub tropis, daerah basah, daerah kering, dataran maupun pegunungan dan tanaman ini cocok tumbuh di Indonesia. Bagian buah pepaya yang jarang digunakan adalah daun pepaya padahal menyimpan potensi yang sangat besar[8].

Daun pepaya mempunyai kandungan asam askorbat, flavonoid dan tocopherol yang dapat berfungsi sebagai antioksidan. Serbuk daun pepaya dapat menurunkan nilai peroksida pada minyak jelantah, sebab mengandung senyawa  $\alpha$ -tokoferol, vitamin C dan flavonoid yang dapat menetralkan radikal bebas minyak jelantah, dan menghambat reaksinya[8–10]. Dalam kinerjanya nanti akan di kombinasikan dengan bentonit merupakan mineral yang tersusun dari 85% *montmorillonit* dengan komposisi silika dan alumina, serta kandungan lainnya adalah Fe, Mg, Ca, Na, Ti dan K[11]. Memiliki sifat pertukaran ion dan luas permukaan yang besar oleh karena itu bentonit dapat digunakan sebagai adsorben[12–14].

Dengan kombinasi bentonit dan serbuk daun pepaya diharapkan mampu digunakan untuk pengolahan minyak goreng bekas.

## EKSPERIMEN

### Material

Bahan-bahan yang dibutuhkan untuk penelitian yakni minyak jelantah, daun pepaya, bentonit, HCl 5N, KOH 10%, air suling, H<sub>2</sub>O, C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH, NaOH 0,1 N, indikator fenolftalein, KI jenuh, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 0,01 N, CH<sub>3</sub>COOH, indikator kanji, KIO<sub>3</sub>, NH<sub>3</sub>, CHCl<sub>3</sub>, CH<sub>3</sub>OH, bubuk Mg, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2N, FeCl<sub>3</sub> 1%, KMnO<sub>4</sub> 0,1%, (CH<sub>3</sub>CO)<sub>2</sub>O, HCl 2N dan C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.

### Instrumentasi

Peralatan yang digunakan dalam penelitian yakni neraca digital, ayakan 60 dan 80 mesh, oven, corong buchner, pompa vakum, indikator universal, gunting atau pisau, gelas beker, erlenmeyer 250 mL, pipet tetes, centrifuge, tabung centrifuge, spatula, batang pengaduk, statif dan klem, buret 50 mL, kertas saring, *magnetic stirrer*, *hot plate*, Spektrometer Infra Merah 100-Perkin Elmer

### Prosedur

#### Preparasi dan Aktivasi

##### 1. Bentonit

Bentonit diaktivasi dengan menambahkan HCl 5 N sebanyak 500 mL dipanaskan selama 2 jam pada suhu  $\pm 70^{\circ}\text{C}$ . Kemudian dinetralkan, disaring dan dioven dengan suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 5 jam sampai kering dan berat konstan kering[15,16].

## 2. Serbuk Daun Pepaya

Daun pepaya dicuci dan dikeringkan dengan cara diangin-anginkan sekitar 7 hari sampai kering. Diblender dan diayak dengan ukuran 60 mesh. Serbuk daun pepaya diaktivasi dengan menggunakan aktivator KOH 10% [8].

## 3. Minyak Jelantah

Minyak jelantah disaring untuk menyisihkan sisa kotoran berbentuk padatan atau rempah-rempah [12].

### Karakterisasi

Karakterisasi antioksidan dilakukan dengan uji fitokimia serbuk daun pepaya (SDP) dan serbuk daun pepaya aktivasi (SDPA). Analisis ini dilakukan untuk mengetahui ada tidaknya alkaloid, triterpenoid, steroid, flavonoid, saponin, dan tanin. Analisis *fourier transform infra-red* (FTIR) digunakan untuk memverifikasi keberadaan gugus fungsi adsorben yaitu bentonit dan serbuk daun pepaya baik yang diaktivasi maupun tidak diaktivasi dan uji kualitatif pada minyak goreng baru, minyak jelantah, dan minyak jelantah yang sudah mengalami pengolahan adsorpsi.

### Proses Adsorpsi

Sampel minyak jelantah sebanyak 50 mL dimasukkan kedalam gelas beker kemudian, dipanaskan hingga mencapai suhu 70°C. Setelah itu, ditambahkan adsorben bentonit teraktivasi dan serbuk daun pepaya teraktivasi (BA:SDPA) dengan rasio (%): 100:0; 75:25; 50:50; 25:75; 0:100 dengan massa 10 gram dan diaduk selama satu jam, disaring dan filtrat dianalisa bilangan asam, bilangan peroksida, analisa kadar air, dan uji organoleptik.

### Penentuan Kondisi Optimum Adsorpsi

#### 1. Penentuan Massa Optimum

Dipanaskan minyak jelantah sebanyak 50 mL pada suhu 70°C, kemudian ditambahkan adsorben BA:SDPA ditimbang sesuai perbandingan rasio optimum, dengan variasi mass yaitu 5, 10, 15, 20 dan 25 gram diaduk selama 1 jam. diaduk selama satu jam, disaring dan filtrat dianalisa bilangan asam, bilangan peroksida, analisa kadar air, dan uji organoleptik.

#### 2. Penentuan Waktu Optimum

Dipanaskan minyak jelantah sebanyak 50 mL pada suhu 70°C. Kemudian ditambahkan adsorben BA:SDPA ditimbang sesuai perbandingan massa optimum dengan variasi waktu yaitu 30, 60, 90, 120, dan 150 menit, disaring dan filtrat dianalisa bilangan asam, bilangan peroksida, analisa kadar air, dan uji organoleptik.

### Penentuan Bilangan Asam

Ditimbang (2,5 ± 0,05) gram sampel ke dalam erlenmeyer 100 mL. Kemudian, dilarutkan dengan 12,5 mL etanol hangat dan ditambahkan 3 tetes indikator fenolftalein. Setelah itu, larutan ditirasi dengan NaOH 0,1 N sampai larutan berwarna merah muda (bertahan kira-kira 30 detik). Dicatat volume larutan NaOH yang diperlukan dalam titrasi dan dilakukan titrasi tiap sampel secara duplo. Prosedur diulangi untuk minyak goreng baru dan minyak jelantah setelah adsorpsi.

$$\text{Bilangan Asam (mgNaOH/g)} = \frac{40 \times V \times N}{W}$$

Dengan V adalah volume larutan NaOH yang diperlukan pada titrasi (mL), N adalah normalitas larutan NaOH (N), dan W adalah berat sampel (g)

### Penentuan Bilangan Peroksida

Ditimbang (2,5 ± 0,05) gram sampel kedalam erlenmeyer 250 mL. Kemudian ditambahkan 15 mL campuran pelarut yang terdiri dari larutan asam asetat glacial 60% dan kloroform 40%, lalu ditutup erlenmeyer dan dikocok hingga larutan homogen. Setelah homogen ditambahkan 0,5 mL larutan KI jenuh, ditutup dan dikocok selama 1 menit. Kemudian ditambahkan 15 mL aquades yang akan mengakibatkan pelepasan iod ( $I_2$ ). Iod yang bebas, ditirasi dengan larutan  $Na_2S_2O_3$  0,01 N hingga larutan berwarna kuning, Ditambah 2 tetes indikator amilum 2% dan dilanjutkan titrasi hingga warna biru hilang. Dicatat volume larutan  $Na_2S_2O_3$  yang diperlukan dalam titrasi dalam blanko dan sampel. Dilakukan titrasi tiap sampel secara duplo dan prosedur diulangi untuk minyak goreng baru dan minyak jelantah setelah adsorpsi

$$\text{Bilangan Peroksida (meqO}_2\text{/kg)} = \frac{1000 \times N \times (V_0 - V_1)}{W}$$

Dengan N adalah normalitas larutan standar natrium tiosulfat 0,01 N,  $V_0$  adalah volume larutan natrium tiosulfat 0,01 N yang diperlukan

(mL),  $V_1$  adalah volume larutan natrium tiosulfat 0,01 N yang diperlukan pada titrasi blanko (mL), dan  $W$  adalah berat sampel (g)[17].

#### Analisa Kadar Air

Wadah dicuci bersih dan dikeringkan Kemudian dioven pada suhu 105°C selama 1 jam. Selanjutnya didinginkan dalam desikator selama 30 menit. Kemudian wadah ditimbang dan dicatat beratnya. Perlakuan ini diulangi hingga didapatkan berat yang konstan. Selanjutnya 1,5 gram minyak jelantah dimasukkan ke dalam wadah dan dioven dengan suhu 105 °C selama 1 jam. Sampel didinginkan dalam desikator selama 30 menit. Kemudian wadah yang berisi minyak jelantah ditimbang dan dicatat beratnya. Diulangi perlakuan ini hingga diperoleh berat yang konstan. Prosedur diulangi untuk minyak goreng baru dan minyak jelantah setelah adsorpsi

$$\text{Kadar Air (\%)} = \frac{M_1 - M_2}{M_1} \times 100\%$$

Dengan  $M_1$  adalah berat sampel sebelum dipanaskan (g), dan  $M_2$  adalah berat sampel setelah dipanaskan (g).

#### Uji Organoleptik

Sampel diambil secukupnya dan diletakkan dalam wadah yang sama dan berat yang sama kemudian diamati sampel untuk mengetahui warna, rasa dan bau. Jika sampel tampak berwarna kuning hingga kuning pucat, maka hasil sampel dikatakan "Normal" dan apabila sampel berwarna lain selain warna kuning hingga kuning pucat, maka hasil sampel dikatakan "Tidak Normal". Minyak goreng yang sesuai standarisasi juga memiliki bau dan rasa normal. Prosedur diulangi untuk minyak goreng baru dan minyak jelantah setelah adsorpsi[18].

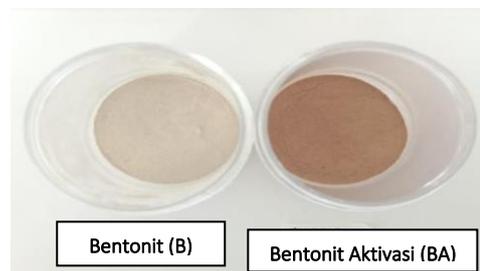
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Preparasi dan Aktivasi

#### 1. Bentonit

Bentonit diayak untuk menyeragamkan ukuran partikel dan diaktivasi dengan larutan asam HCl 5 N bertujuan untuk meningkatkan kapasitas adsorpsi bentonit yang akan menghasilkan situs aktif bentonit yang lebih besar sebab larutan asam mineralnya yang digunakan larut dan bereaksi dengan partikel

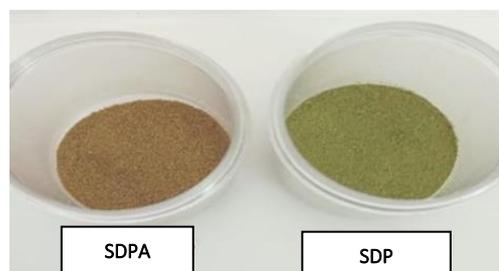
yang menutup pori-pori adsorben yaitu partikel tar, garam Mg dan Ca, sehingga kapasitas adsorpsinya setelah diaktivasi lebih tinggi dibandingkan sebelum aktivasi



Gambar 1 Bentonit (B) dan Bentonit Aktivasi (BA)

#### 2. Serbuk Daun Pepaya

Serbuk daun pepaya pada penelitian ini diaktivasi dengan KOH 10%. Hal ini dilakukan karena serbuk daun pepaya tanpa dilakukan aktivasi kurang maksimal dalam penurunan bilangan peroksida minyak jelantah. Proses aktivasi serbuk daun pepaya dilakukan tanpa adanya proses karbonisasi, hal ini dilakukan karena ditakutkan kandungan senyawa  $\alpha$ -tokoferol, vitamin C, flavonoid hilang saat proses karbonisasi sedangkan, senyawa-senyawa tersebut yang bisa menjebak radikal bebas dalam minyak jelantah dan menghalang reaksi.



Gambar 2 Serbuk Daun Pepaya (SDP) dan Serbuk Daun Pepaya Aktivasi (SDPA)

#### Karakterisasi

#### 1. Karakterisasi Sifat Antioksidan Serbuk Daun Pepaya(SDP) dan Serbuk Daun Pepaya Aktivasi (SDPA)

Berdasarkan uji fitokimia yang telah dilakukan dapat diketahui bahwa SDP dan SDPA mengandung beberapa senyawa metabolit sekunder yaitu seperti Tabel 1.

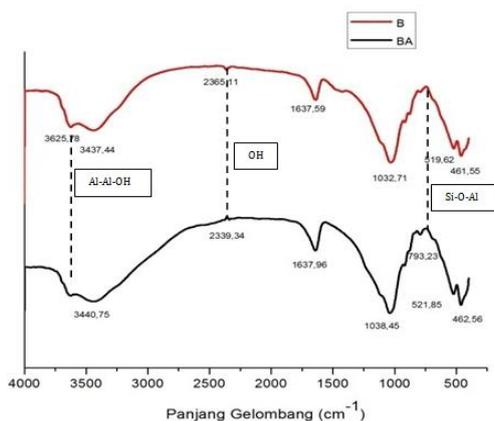
Tabel 1 Hasil Uji Fitokimia SDP dan SDPA

Uji Fitokimia	SDP	SDPA
Alkaloid	+	+
Triterpenoid	+	+
Steroid	+	+
Saponin	+	-
Tanin	+	+

Ket : (+) Positif  
(-) Negatif

## 2. Karakterisasi Spektrofotometer *Fourier Transform Infrared* (FTIR)

### a. Bentonit



**Gambar 3** Spektra FT-IR Bentonit (B) Bentonit Aktivasi (BA)

Berdasarkan spektrum FT-IR Gambar 3 dapat diketahui bahwa B dan BA mengalami perubahan panjang gelombang dan spektrum mempunyai puncak serapan yang nyaris sama, namun terdapat sebagian puncak serapan telah mengalami pergeseran bilangan gelombang. Hasil analisis spektrofotometer FT-IR dapat dilihat pada Tabel 2

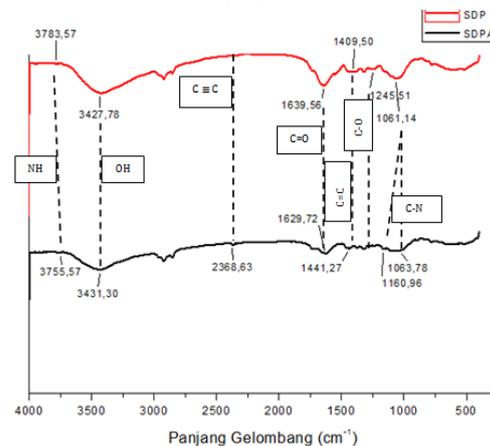
**Tabel 2** Hasil FTIR B dan BA

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	B	BA
Al-OH-Al	3625,78	
OH	3437,44	3440,75
	2365,11	2339,34
H <sub>2</sub> O	1637,59	1637,96
SiO <sub>2</sub>	1032,71	1038,45
	461,55	462,56
Si-O-Al		793,23
	519,62	521,85

Bentonit disebut dengan bleaching earth yang dapat mengurangi warna minyak goreng. Hal ini dikarenakan ion Al pada permukaan bentonit dapat menyerap zat warna. Hal ini dapat dilihat pada gugus fungsi Si-O-Al dimana pada sampel BA terdapat dua panjang gelombang yang muncul dibandingkan B, yang dikarenakan bentonit diaktivasi menggunakan asam HCl yang bertujuan untuk mengaktifkan

bentonit yang dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi, karena asam mineral akan larut atau bereaksi menutupi pori-pori dengan tar, kalsium (Ca) dan magnesium (Mg) sehingga dapat meningkatkan luas permukaan adsorben[14,19].

### b. Serbuk Daun Pepaya



**Gambar 4** Spektra FT-IR Serbuk Daun Pepaya (SDP); Serbuk Daun Pepaya Aktivasi (SDPA)

Berdasarkan spektrum FT-IR Gambar 4 bahwa SDP dan SDPA nilai gelombangnya mengalami perubahan. Setiap spektrum mempunyai puncak serapan yang nyaris sama, namun terdapat sebagian puncak serapan terjadi perubahan bilangan gelombang atau muncul maupun hilangnya suatu panjang gelombang. mengalami pergeseran bilangan gelombang. Hasil analisis spektrofotometer FT-IR dapat dilihat pada Tabel 3.

Hasil uji FTIR untuk adsorben SDPA terdapat serapan OH pada daerah 3200-3500 cm<sup>-1</sup> dan serapan C=C aromatik di daerah 1600-1400 cm<sup>-1</sup> sehingga diperkirakan kedua senyawa tersebut merupakan golongan senyawa fenolik (flavonoid) yang berpotensi untuk menurunkan bilangan peroksida dan bau tengik pada minyak jelantah[20].

**Tabel 3** Hasil FT-IR SDP dan SDPA

Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> )	
	SDP	SDPA
NH	3783,57	3755,57
OH	3427,78	3431,30
	2921,47	2921,50
CH-alifatik	2853,37	2852,94
		2368,63
C ≡ C		2368,63
C=O	1639,56	1629,72
C=C	1409,50	1441,27
CH <sub>3</sub>		1376,594
	1319,57	1319,73

C-O	1245,51	
C-N	1061,14	1063,78
		1160,96
	777,31	894,12
CH	615,95	797,70
	518,40	588,49
		516,05

### Proses Adsorpsi

Adsorben yang sudah didapatkan digunakan untuk mengaplikasikan pengolahan minyak jelantah dengan variasi rasio, massa, dan waktu yang ditinjau dari parameter bilangan asam, bilangan peroksida, analisa kadar air, dan uji organoleptik (warna dan bau).

#### 1. Variasi Rasio Adsorben

Variasi rasio adsorben ini menggunakan massa adsorben 10 gram dan waktu kontak selama 60 menit. Hasil analisa adsorpsi minyak jelantah dengan variasi rasio dapat dilihat pada Tabel 4

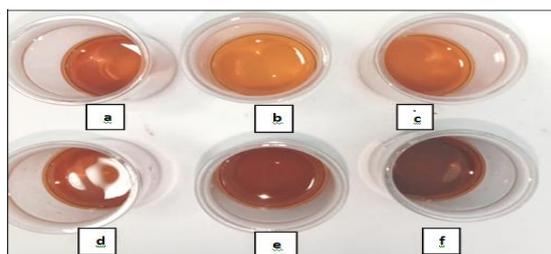
**Tabel 4** Hasil Analisa Adsorpsi Minyak Jelantah Dengan Variasi Rasio Adsorben

Sampel	Bil. Asam (mgNa OH/g)	Bil. Peroksida (meq/kg)	Kadar Air (%)	Uji Organoleptik	
				Warna	Bau
MJ	1,267	3,104	0,124	++++	+++
MJ 100:0	1,108	1,164	0	+	+++
MJ 75:25	1,18	1,349	0	++	++
MJ 50:50	1,417	2,716	0,049	+++	+++
MJ 25:75	1,492	2,91	0,050	+++	++
MJ 0:100	1,738	4,25	0,049	+++	+

Keterangan:

- Jumlah (+) : Kepekatan Warna dan Bau  
 MJ : Minyak Jelantah  
 MJ 100:0 : MJ + BA:SDPA = 100:0 (%)  
 MJ 75:25 : MJ + BA:SDPA=75:25 (%)  
 MJ 50:50 : MJ + BA:SDPA=50:50 (%)  
 MJ 25:75 : MJ + BA:SDPA=25;75 (%)  
 MJ 0:100 : MJ + BA:SDPA=0:100 (%)

Uji Organoleptik warna pada variasi rasio ini dapat dilihat pada Gambar 5 :



**Gambar 5** Visualisasi Minyak Jelantah dan hasil adsorpsi dengan variasi rasio BA:SDPA (%) (a) Minyak Jelantah (b) 100:0 (c) 75:25 (d)50:50 (e) 25:75 (f) 0:100

Berdasarkan hasil yang didapatkan pada variasi rasio adsorben dapat diketahui jika hasil yang optimum untuk menurunkan bilangan asam, bilangan peroksida, kadar air, dan uji organoleptik (warna) adalah pada rasio (%) BA:SDPA=0:100 akan tetapi, untuk hasil uji organoleptik (bau) yaitu pada rasio (%) BA:SDPA=75:25 lebih baik dibandingkan pada rasio (%) BA:SDPA=100:0. Jadi, rasio adsorben yang digunakan pada variasi massa adsorben atau variasi setelahnya yaitu rasio (%) BA:SDPA=75:25.

#### 2. Variasi Massa Adsorben

Variasi massa adsorben ini menggunakan rasio (%) BA:SDPA=75:25 dan waktu kontak selama 60 menit. Hasil analisa adsorpsi minyak jelantah dengan variasi massa dapat dilihat pada Tabel 5.

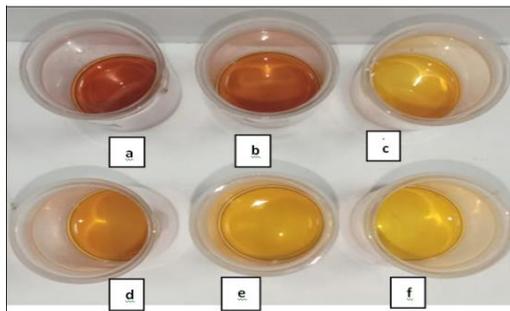
**Tabel 5** Hasil Analisa Adsorpsi Minyak Jelantah Dengan Variasi Massa Adsorben

Sampel	Bil. Asam (mgNaO H/g)	Bil. Peroksida (meq/kg)	Kadar Air (%)	Uji Organoleptik	
				Warna	Bau
MJ	1,267	3,104	0,124	+++	+++
MJA5	1,25	2,694	0,035	+++	+++
MJA10	1,18	1,349	0	++	++
MJA15	1,419	1,352	0	++	+++
MJA20	1,885	1,548	0	+++	++
MJA25	1,916	1,732	0	+	+

Ket:

- Jumlah(+): Kepekatan Warna dan Bau  
 MJ : Minyak Jelantah  
 MJA5 : MJ+Adsorben 5 gram  
 MJA10 : MJ+Adsorben 10 gram  
 MJA15 : MJ+Adsorben 15 gram  
 MJA20 : MJ+Adsorben 20 gram  
 MJA25 : MJ+Adsorben 25 gram

Uji Organoleptik warna pada variasi massa ini dapat dilihat pada Gambar 6



**Gambar 6** Visualisasi Minyak Jelantah hasil adsorpsi dengan variasi massa BA:SDPA (a) 0, (b) 5, (c) 10, (d) 15, (e) 20, (f) 25 gram

Berdasarkan hasil yang didapatkan pada variasi massa adsorben dapat diketahui jika hasil yang optimum untuk menurunkan bilangan asam, bilangan peroksida, kadar air, dan uji organoleptik (warna dan bau) adalah pada massa adsorben 10 gram. Jadi, massa adsorben yang digunakan pada variasi waktu kontak atau variasi setelahnya yaitu 10 gram dengan rasio (%) BA:SDPA=75:25.

### 3. Variasi Waktu Kontak

Variasi waktu kontak ini menggunakan rasio (%) BA:SDPA=75:25 dengan massa adsorben 10 gram dan waktu kontak selama 60 menit. Hasil analisa adsorpsi minyak jelantah dengan variasi waktu dapat dilihat pada Tabel 4

**Tabel 6** Hasil Analisa Adsorpsi Minyak Jelantah Dengan Variasi Waktu Kontak

Sampel	Bil. Asam (mgNaOH/g)	Bil. Peroksid a (meq/kg)	Kadar Air (%)	Uji Organoleptik	
				Warna	Bau
MJ	1,267	3,104	0,124	+++ +++	+++ +++
MJ A30	1,419	3,104	0	++	+++ ++
MJ A60	1,18	1,349	0	+	++ ++
MJ A90	1,30	1,552	0	++ +++	+++
MJ A120	1,577	1,746	0,035	+++	++
MJ A150	1,584	1,94	0,049	++ ++	+ +

Ket :

Jml (+) :Kepekatan Warna dan Bau

MJ :MinyakJelantah

MJA30 :MJ+Adsorben Selama 30 menit

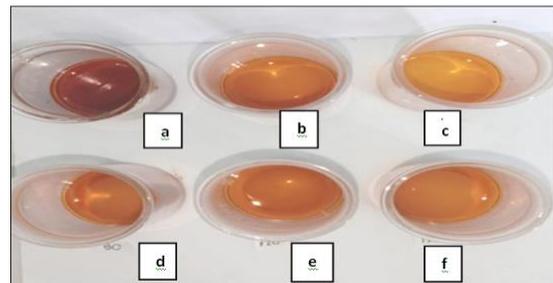
MJA60 :MJ+Adsorben Selama 60 menit

MJA90 :MJ+Adsorben Selama 15 menit

MJA120:MJ+Adsorben Selama 120 menit

MJA150:MJ+Adsorben Selama 150 menit

Uji Organoleptik warna pada variasi massa ini dapat dilihat pada Gambar 4 :



**Gambar 7** Visualisasi Minyak Jelantah hasil adsorpsi dengan variasi Waktu (a) 0, (b) 30, (c) 60, (d) 90, (e) 120, (f) 150 menit

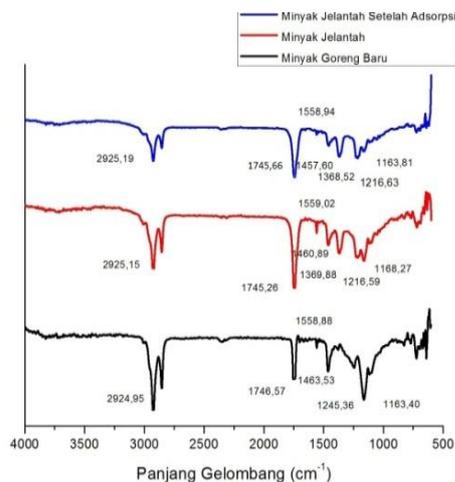
Berdasarkan hasil yang didapatkan pada variasi rasio, massa, dan waktu dapat diketahui jika hasil terbaik atau optimum untuk menurunkan bilangan asam, bilangan peroksida, kadar air, dan uji organoleptik (warna) adalah pada rasio (%) BA:SDPA=75:25 dengan massa 10 gram dan waktu kontak selama 60 menit yang dapat menurunkan bilangan asam yang semula 1,267 mgNaOH/g menjadi 1,18 mgNaOH/g, bilangan peroksida yang semula 3,104 meq/kg menjadi 1,349 meq/kg, kadar air yang semula 0,124% menjadi 0%, dan untuk warna yang semula hitam kecoklatan menjadi kuning keorenan. Sedangkan untuk uji organoleptik (bau) terbaik pada rasio (%) BA:SDPA=75:25 dengan massa 10 gram dan waktu kontak selama 150 menit.

*Analisis Minyak Goreng Baru, Minyak Jelantah, dan Minyak Jelantah Setelah Adsorpsi dengan Spektrofotometer Fourier Transform Infrared (FTIR)*

Tujuan analisis menggunakan spektrofotometer FT-IR adalah untuk mengetahui perbedaan antara spektrum yang dihasilkan oleh minyak goreng baru, minyak jelantah, dan minyak jelantah setelah adsorpsi. Perbedaan ini untuk mengetahui perubahan spektra dari minyak goreng baru, minyak jelantah, dan minyak jelantah setelah adsorpsi.

Minyak goreng yang digunakan secara berulang dalam penggorengan akan mempengaruhi sifat fisik maupun kimianya. Perubahan fisik ditandai dengan perubahan warna pada minyak goreng yang semakin gelap dan untuk perubahan kimia terbentuknya ikatan rangkap. Perlakuan saat penggorengan pada minyak akan membuat ikatan rangkap yang terdapat pada asam lemak tak jenuh putus dan akan membentuk asam lemak jenuh.

Perubahan pita serapan gugus fungsi pada Gambar 8 merupakan asam lemak bebas yang ditandai dengan pergeseran pada panjang gelombang 1690-1760  $\text{cm}^{-1}$  yang menandakan adanya vibrasi ikatan C=O yaitu asam lemak bebas pada minyak jelantah setelah adsorpsi dan minyak jelantah. Dapat dikatakan pergeseran bilangan gelombang tersebut karena adanya interaksi antara minyak jelantah setelah adsorpsi dengan adsorben sehingga, dapat menurunkan asam lemak bebas walaupun hanya kecil. Jumlah gugus karbonil C=O yang semakin meningkat menandakan adanya senyawa aldehid dan keton yang terbentuk akibat minyak terhidrolisis trigliserida.



**Gambar 8** Karakterisasi FT-IR Minyak Jelantah Setelah Adsorpsi (biru) Minyak Jelantah (merah), minyak Goreng Baru (hitam)

Hasil analisis menggunakan FTIR juga menunjukkan adanya peningkatan intensitas yang dapat dilihat pada Gambar 8 Hasil intensitas yang didapatkan pada minyak goreng baru, minyak jelantah, dan minyak jelantah setelah adsorpsi secara berturut-turut yaitu sebesar 0,5; 0,6; dan 0,8. Jadi, dapat dikatakan bahwa intensitas pada minyak jelantah memiliki intensitas yang tinggi dibandingkan dengan minyak jelantah setelah adsorpsi dan minyak goreng baru. Intensitas pada

minyak jelantah setelah adsorpsi belum bisa mencapai intensitas minyak goreng baru, akan tetapi mengalami penurunan walaupun hanya kecil.

## SIMPULAN

Dari data FTIR diperoleh bahwa adsorben BA mengandung gugus O-H, Si-O-Al, Si-O-Si, dan Si-O yang berpotensi untuk mengikat, dan pada SDPA terdapat gugus fungsi OH, C=C aromatik yang merupakan senyawa fenolik (flavonoid) yang berpotensi untuk menurunkan bilangan peroksida dan bau tengik pada minyak jelantah. Kondisi optimum adsorpsi minyak jelantah didapatkan pada rasio (%) BA:SDPA=75:25 dengan massa adsorben 10 gram dan waktu kontak selama 60 menit dengan hasil mampu menurunkan bilangan asam sebesar 1,18 mgNaOH/g, bilangan peroksida sebesar 1,349 meq/kg, kadar air sebesar 0%, dan uji organoleptik (warna dan bau) yang semula hitam kecoklatan menjadi kuning keorenan dan bau tengik sedikit menghilang. Ditinjau dari parameter bahwa kualitas minyak jelantah setelah adsorpsi telah memenuhi standar SNI 3741:2013 kecuali pada uji parameter bilangan asam.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya tim riset atas dukungan, bantuan analisa data serta saran-saran dalam penelitian ini

## REFERENSI

- [1] Rukmini A 2017 Regenerasi minyak goreng bekas dengan arang sekam menekan kerusakan organ tubuh
- [2] Khuzaimah S and Eralita N 2020 Utilization of Adsorbent Carbon Coconut Shell for Purification of Used Cooking Oil *IJCA (Indonesian J. Chem. Anal.* 3 88–95
- [3] Mangallo B 2014 PADA PEMURNIAN MINYAK GORENG BEKAS 7
- [4] Dahlan M H, Siregar H P and Yusra M 2013 Dapat Memurnikan Minyak Jelantah *J. Tek. Kim.* 19 44–53
- [5] Badan Standardisasi Nasional 2012 Minyak goreng sawit SNI 7709:2012
- [6] Zheng W and Wang S Y 2001 Antioxidant Activity and Phenolic Compounds in Selected Herbs

- [7] Prof.Dr. Ir. Kesuma Sayuti, MS Dr. Ir. Rina Yenrina Ms 2015 *Antioksidan, Alami dan Sintetik* (Padang: Andalas University Press)
- [8] Otsuki N, Dang N H, Kumagai E, Kondo A, Iwata S and Morimoto C 2010 Aqueous extract of *Carica papaya* leaves exhibits anti-tumor activity and immunomodulatory effects 127 760–7
- [9] Setiawan A A, Shofiyani A and Syahbanu I 2017 Pemanfaatan Limbah Daun Nanas ( *Ananas comosus* ) Sebagai Bahan Dasar Arang Aktif Untuk Adsorpsi Fe ( II ) 6 66–74
- [10] Kusnadi E T D 2017 Isolasi dan Identifikasi Senyawa Flavonoid Pada Ekstrak Daun Seledri (*Apium graveolens* L.) dengan Metode Refluks E 2 56–67
- [11] Atikah 2018 Peningkatan Mutu Minyak Goreng Bekas Dengan Proses Adsorpsi Menggunakan Ca Bentonit *Distilasi* 3 22–32
- [12] Hermawati L and Purnavita S 2013 Regenerasi Minyak Jelantah Secara Adsorpsi Menggunakan Ampas Pati Aren Dan Bentonit Pada Berbagai Variasi Adsorben
- [13] Lestari I P 2016 Efektifitas Bentonit Teraktivasi Sebagai Penurun Kadar Ion Fosfat Dalam Perairan 5 3–8
- [14] Eka Purwaningsih\*), Supartono dan H 2012 Reaksi Transesterifikasi Minyak Kelapa Dengan Metanol Menggunakan Katalis Bentonit *Indones. J. Chem. Sci.* 1 133–9
- [15] Ailen Tanjung, Sudono, Nani Indraswati S I 2006 aktivasi Bentonit Alam Pacitan sebagai Bahan Penjerap pada Proses Pemurnian Minyak Sawit *J. Tek. Kim. Indones.* V 429–34
- [16] Atikah A 2018 Efektifitas Bentonit Sebagai Adsorben Pada Proses Peningkatan Kadar Bioetanol *J. Distilasi* 2 23
- [17] Asmara A P and Yeniza 2019 Penentuan Bilangan Peroksida Minyak RBD ( Refined Bleached Deodorized ) Olein PT . PHPO dengan Metode Titrasi Iodometri 1 79–83
- [18] Suryandari E T and Kusuma H H 2021 The synthesis of javanese bamboo charcoal for purifying cooking oil
- [19] Bahar Y and Husni A 2021 Pemanfaatan Bentonit Bekas Sebagai Adsorben Pada Proses Penurunan Kadar FFA dan Warna Minyak Jelantah The utilization of used Bentonite As Adsorbent In The Process Of Reducing FFA Levels And Colors Of Used Cooking Oil 27 29–37
- [20] Nurhaeni 1, Ahmad Ridhay1 M 2017 Pengaruh Ekstrak Metanol Daun Pepaya (*Carica papaya* L.) Terhadap Aktivitas Enzim Lipase *Kovalen* 3 211–22

## Regenerasi Fotokatalis Nanopartikel ZnO dari Limbah Baterai untuk Penanganan Metil Violet

ERLINDA WIDYASMARA DIYANTHI<sup>1\*</sup>, EKO PRABOWO HADISANTOSO<sup>1</sup>, DAN RIZKA FITRIYANI<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung

\*alamat email korespondensi: erlindawidyasmaradiyanthi@gmail.com

### Informasi Artikel

### Abstrak/Abstract

Kata Kunci:  
Fotokatalis ZnO;  
kopresipitasi; limbah  
baterai; metil violet;  
regenerasi  
fotokatalis.

Metil violet merupakan zat warna yang sering digunakan oleh medis dan industri tekstil. Limbah cair dari metil violet merupakan salah satu pencemar lingkungan perairan. Fotokatalisis digunakan untuk menangani permasalahan limbah metil violet ini. Senyawa yang memiliki potensi sebagai fotokatalis adalah ZnO. ZnO disintesis menggunakan metode kopresipitasi dengan memanfaatkan limbah baterai sebagai sumber Zn. ZnO yang telah diaplikasikan sebagai fotokatalis diregenerasi agar dapat digunakan berulang kali hingga 20 siklus. Hasil karakterisasi XRD menunjukkan bahwa ZnO hasil sintesis memiliki fasa *wurtzite* dengan bentuk heksagonal dan ukuran kristal sebesar 17,05 nm, serta persentase kristalinitasnya sebesar 78,32%. Hasil karakterisasi SEM menunjukkan bahwa ZnO hasil sintesis memiliki keseragaman bentuk dengan polidispersitas di bawah 0,5 dan memiliki morfologi berupa *nanorods*. Hasil karakterisasi UV-Vis DRS ZnO hasil sintesis menunjukkan bahwa nilai *bandgap energy* yang diperoleh yaitu 3,23 eV. ZnO hasil sintesis kemudian diaplikasikan sebagai fotokatalis dan diperoleh nilai persentase dekolorisasinya sebesar 13,70%. ZnO yang telah diaplikasikan, diregenerasi hingga 20 siklus dan tidak menunjukkan penurunan kinerja yang sangat signifikan. Hasil karakterisasi ZnO hasil regenerasi tidak jauh berbeda dengan ZnO hasil sintesis, sehingga ZnO masih layak digunakan sebagai fotokatalis hingga 20 siklus.

*Keywords: ZnO  
photocatalyst;  
coprecipitation;  
battery waste;  
methyl violet;  
photocatalyst  
regeneration.*

*Methyl violet is a coloring substance which is oftenly used in medical and textile industry. The liquid waste of this substance is one of the pollutants in the aquatic environment. Photocatalysis is used for treating methyl violet waste problem. The compound that has a potential as a photocatalyst is ZnO. ZnO was synthesized using coprecipitation method that utilize battery waste as the source of ZnO. ZnO that has been applied as photocatalyst is regenerated to make it able to be used repeatedly up to 20 cycles. The XRD characterization result shows that the synthesized ZnO has wurtzite phase with hexagonal form, the size of the crystal is 17.05 nm with crystallinity percentage at 78.32%. The result of SEM characterization shows that the synthesized ZnO has a homogeneous form with polydispersity below 0.5 and nanorods morphology. Its UV-Vis DRS result also shows the bandgap energy value that is obtained it 3.23 eV. The synthesized ZnO later on will be applied as photocatalyst and its decolorization percentage is 13.70%. The applied ZnO will be regenerated up to 20 cycles and not showing any significant declining performance. The characterization results of the regenerated and synthesized ZnO are hardly different to one another, so that the ZnO are still usable as photocatalyst even after 20 cycles.*

## PENDAHULUAN

Material semikonduktor adalah material yang tingkat konduktivitasnya berada di antara isolator dan konduktor. Salah satu material semikonduktor adalah seng oksida atau *zinc oxide* (ZnO). ZnO adalah salah satu material yang dapat dibentuk ke dalam berbagai macam struktur morfologi dengan skala yang sangat kecil (nano), seperti *nanorods* [1], *nanowire* [2], *nanotube* [1], *nanodisks* [3], dan *nanosheet* [4]. ZnO memiliki *bandgap* pada kisaran 3,37 eV dan jika dibandingkan dengan material semikonduktor lainnya, energi ikat eksiton yang dimiliki ZnO cukup besar yaitu 60 meV. Dengan sifat elektronik, optik, dan fotonik yang cukup baik dari ZnO, membuat material semikonduktor ini banyak diminati [5]. Keunggulan yang dimiliki ZnO dalam berbagai bidang terapan diantaranya dapat digunakan sebagai sensor gas [6], fotoanoda dalam sel surya [7], laser UV [8], *nanogenerator* [9], *fotodetector* [8], dan fotokatalis [10].

ZnO dapat berperan sebagai fotokatalis untuk mendegradasi polutan organik dalam air. Fotokatalis umumnya diartikan sebagai proses reaksi kimia yang di dalamnya ada peran cahaya dan katalis padat yang membantu. ZnO merupakan material yang banyak diminati karena memiliki sifat yang unik, seperti tidak beracun atau antitoksik, stabil dalam berbagai suhu, dan fotosensitivitas yang tinggi. Kelebihan dari sifat ZnO yang tidak beracun atau antitoksik dapat mengurangi timbulnya permasalahan lingkungan yang baru. Sedangkan sifat fotosensitivitas tinggi yang dimiliki ZnO dapat mendegradasi zat warna [11].

Pemanfaatan ZnO sebagai fotokatalis seringkali digunakan hanya sekali pakai kemudian dibuang begitu saja. Fotokatalis ZnO tersebut dapat digunakan berkali-kali dengan cara meregenerasinya. Regenerasi fotokatalis adalah sebuah proses untuk mengembalikan kondisi fotokatalis ke keadaan semula agar dapat digunakan secara terus menerus hingga mengalami penurunan kinerja fotokatalis yang sangat signifikan [12]. Hasil uji regenerasi ZnO terhadap fotodegradasi zat warna *Remazol yellow* mengalami penurunan yang sangat signifikan dengan persentase dekolorisasi dari siklus pertama sebesar 100% hingga siklus keenam sebesar 42% [13]. Hasil *recycle* Na-ZnO terhadap fotokatalisis

zat warna metilen biru tidak mengalami penurunan dengan persentase 100% [14].

Perkembangan zaman membuat para produsen teknologi khususnya di bidang elektronik saling bersaing untuk mengembangkan dan *upgrade* produknya menjadi lebih canggih dan praktis. Salah satunya yaitu penggunaan baterai pada perangkat elektronik. Hal ini menyebabkan tingkat konsumsi baterai pada masyarakat meningkat. Adapun jenis baterai yang umum digunakan oleh masyarakat adalah baterai seng-karbon (Zn-C). Baterai Zn-C terdiri dari seng (Zn) sebagai anoda, MnO<sub>2</sub> sebagai katoda, dan ammonium klorida (NH<sub>4</sub>Cl). Baterai Zn-C banyak digunakan oleh masyarakat karena harganya yang relatif murah dan umur pakainya yang cukup lama. Baterai Zn-C termasuk ke dalam kategori baterai sekali pakai (*single use*).

Setelah masa pakainya habis, limbah baterai Zn-C termasuk ke dalam kategori limbah B3 karena mengandung bahan-bahan, seperti seng (Zn), karbon (C), mangan (Mn), dan juga besi (Fe) dengan sifat dan konsentrasinya yang dapat mencemari dan berbahaya bagi lingkungan [15]. Namun, masyarakat umumnya membuang baterai bekas tanpa tahu bahwa limbah baterai tersebut dapat didaur ulang menjadi suatu produk yang bernilai. Limbah baterai Zn-C tersebut dapat dimanfaatkan sebagai sumber Zn untuk sintesis ZnO agar tidak menumpuk dan mencemari lingkungan.

Selain limbah baterai, potensi pencemaran lingkungan yang lebih besar ada pada limbah industri tekstil. Industri tekstil adalah industri penghasil berbagai serat, kain, pakaian jadi, dan sebagainya. Hal ini menjadikan industri tekstil menjadi salah satu industri yang berkembang pesat. Pesatnya perkembangan industri tekstil ini dapat menimbulkan permasalahan lingkungan, terutama pencemaran air yang berasal dari limbah cair pewarnaan. Limbah cair dari zat pewarna yang digunakan pada industri tekstil bersifat toksik. Adanya limbah zat pewarna ini dalam perairan akan mengakibatkan proses biologis yang terjadi di dalamnya menjadi terganggu. Hal ini terjadi karena sinar matahari tidak dapat menembus lingkungan akuatik.

Salah satu zat pewarna yang ada pada limbah cair industri tekstil adalah metil violet.

Metil violet termasuk ke dalam golongan zat warna trifenilmetana yang paling sering digunakan khususnya pada industri tekstil. Contohnya pada pewarnaan kapas, wol, sutera, dan nilon. Metil violet mengandung senyawa anilin yang bersifat toksik, mutagenik, dan karsinogenik [16]. Zat warna ini dapat memicu tumor pada beberapa spesies ikan yang ada pada dasar perairan [17]. Dalam menangani permasalahan pencemaran air yang disebabkan oleh metil violet, peneliti melakukan fotokatalisis menggunakan fotokatalis ZnO. Dengan adanya fotokatalisis ini, limbah zat warna metil violet ini akan terdegradasi menjadi molekul yang lebih sederhana yaitu karbondioksida (CO<sub>2</sub>) dan air (H<sub>2</sub>O) [18].

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis ZnO dengan bahan baku yang berasal dari limbah baterai Zn-C. Kemudian dikarakterisasi menggunakan XRD untuk menentukan fasa dan kristalinitasnya, SEM untuk menentukan bentuk, morfologi dan distribusi partikelnya, serta UV-Vis DRS untuk menentukan nilai *bandgap* atau celah pitanya. Lalu, ZnO yang telah disintesis diaplikasikan sebagai fotokatalis dalam penanganan limbah metil violet. Setelah itu, fotokatalis yang telah diaplikasikan, diregenerasi sebanyak 20 kali (dua puluh siklus) untuk mengetahui sifat fotokatalitik dari fotokatalis yang diregenerasi hingga terjadi penurunan kinerja yang signifikan dari fotokatalis tersebut.

## EKSPERIMEN

### Material

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi HCl pekat 37% (teknis), NaOH (Himedia p.a), metil violet (Merck® p.a), aquades, logam Zn dari limbah baterai Zn-C 1,5 Volt ukuran AAA, kertas pH indikator universal (Merck®), dan kertas saring.

### Instrumentasi

Adapun instrumen yang digunakan pada proses karakterisasi sampel terdiri atas *X-Ray Diffraction* (XRD) PANalytical X'Pert High Score dengan radiasi Cu-K $\alpha$  untuk menganalisis fasa, kristalinitas, dan struktur kristal. *Scanning Electron Microscope* (SEM) JEOL JSM 6360 untuk menganalisis morfologi dan distribusi

ukuran partikel, dan UV-Vis Thermo Scientific Evolution 220 untuk menganalisis nilai *bandgap energy*, serta *Agilent Technologies Cary 60 UV-Vis* untuk mencari nilai konsentrasi metil violet.

### Prosedur

#### Sintesis ZnO

Sintesis material ZnO dilakukan dengan metode kopresipitasi [19] [20]. Sumber Zn yang digunakan diperoleh dari pemanfaatan limbah baterai Zn-C. Sebanyak 32,1409 g lempeng Zn yang telah dipotong menjadi potongan kecil dilarutkan ke dalam 200 mL HCl dan diaduk pada kecepatan 700 rpm dengan pemanasan pada suhu 80°C selama 2 jam. Filtrat yang terbentuk diendapkan menggunakan NaOH 6M hingga pH larutan mencapai 10. Endapan yang terbentuk dinetralkan dan kemudian dipanaskan pada suhu 110°C selama 3 jam. Selanjutnya, dikalsinasi pada suhu 400°C selama 3 jam.

#### Karakterisasi ZnO Hasil Sintesis

Material ZnO yang telah terbentuk dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD untuk menganalisis fasa, ukuran kristal, kristalinitas, dan struktur kristal. Selain itu, instrumen SEM digunakan untuk menganalisis morfologi dan ukuran rata-rata partikel, serta instrumen UV-Vis DRS digunakan untuk menganalisis nilai *bandgap energy*.

#### Aplikasi Fotokatalisis untuk Penanganan Metil Violet

Material ZnO yang telah terbentuk diuji sifat fotokatalitiknya ke dalam larutan metil violet [21]. Sebanyak 90 mg ZnO dimasukkan ke dalam 10 mL larutan metil violet dengan konsentrasi 10 ppm dan disinari menggunakan sinar tampak selama 120 menit. Selanjutnya larutan dipisahkan dari residunya menggunakan sentrifus dan larutan yang diperoleh kemudian diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 583 ppm.

#### Regenerasi Fotokatalis ZnO dan Uji Sifat Fotokatalitiknya

Fotokatalis ZnO yang telah diaplikasikan pada metil violet diregenerasi

dengan cara dicuci terlebih dahulu menggunakan air, kemudian dikeringkan di dalam oven pada suhu  $110^{\circ}\text{C}$  selama 1 jam. Setelah itu, dilakukan kembali tahap aplikasi fotokatalisis dalam penanganan metil violet untuk memperoleh nilai persentase dekolorisasinya. Proses regenerasi ini dilakukan hingga 20 siklus (20 tahap pengaplikasian fotokatalisis dalam penanganan metil violet). Setelah dilakukan 20 siklus, dilakukan kembali karakterisasi XRD, SEM, dan UV-Vis DRS untuk mengetahui baik persamaan maupun perbedaan dari ZnO setelah sintesis dan setelah fotokatalisis.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Sintesis ZnO

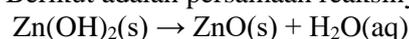
ZnO dapat disintesis dari lempeng Zn yang berasal dari limbah baterai Zn-C 1,5 Volt. Lempeng Zn yang telah dipisahkan dari komponen-komponen lainnya dibersihkan dengan cara diampelas hingga mengilap agar pengotornya tidak ikut terbawa bereaksi [22]. Lempeng Zn yang telah bersih kemudian dipotong menjadi potongan-potongan kecil.

Potongan Zn tersebut kemudian dilarutkan ke dalam larutan HCl pekat untuk memperoleh larutan  $\text{Zn}^{2+}$  [23]. Pada proses pelarutan, terdapat tiga faktor yang mempengaruhi laju reaksinya, yaitu luas permukaan, suhu, dan proses pengadukan. Hal ini menjadi alasan Zn dipotong menjadi potongan-potongan kecil. Semakin kecil potongannya, maka semakin besar luas permukaannya dan semakin cepat pula reaksi tersebut berlangsung secara sempurna. Semakin besarnya luas permukaan maka tumbukan antar partikel HCl dengan Zn semakin meningkat, sehingga produk yang dihasilkan menjadi sempurna [24]. Agar kalor yang dihasilkan dapat dikendalikan, maka dilakukan penambahan larutan HCl sedikit demi sedikit. Selain itu, proses pelarutan Zn ini juga dilakukan sembari diaduk dan dipanaskan untuk mempercepat laju reaksinya.

Setelah 2 jam, semua Zn telah larut dalam HCl dan menghasilkan larutan  $\text{ZnCl}_2$ . Larutan tersebut disaring dan kemudian diendapkan menggunakan agen pengendap berupa NaOH

hingga pH nya mencapai 10. Penambahan NaOH ini dilakukan sedikit demi sedikit, karena jika pH larutan di atas 11 maka Zn akan kembali larut membentuk  $[\text{Zn}(\text{OH})_4]^{2-}$ .

Setelah terbentuknya  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  yang bersih dan netral, residu dikeringkan di dalam oven dengan suhu  $110^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam untuk menghilangkan kadar air dalam sampel. Endapan yang telah dikeringkan kemudian dikalsinasi dengan suhu  $400^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam agar sampel bebas dari  $\text{H}_2\text{O}$ . Dalam proses kalsinasi ini,  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  berubah menjadi bentuk oksidanya yaitu ZnO. Berikut adalah persamaan reaksinya:



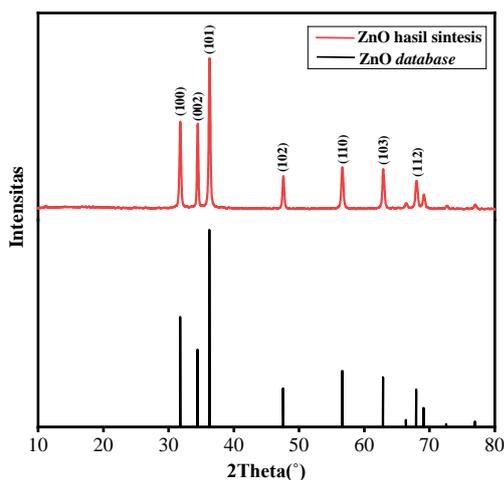
Setelah dikalsinasi, diperoleh ZnO hasil sintesis yang berwarna putih sebanyak 36,4755 g dengan rendemen sebesar 91,60%.

### Karakterisasi ZnO Hasil Sintesis

Sampel ZnO yang telah diperoleh dari hasil sintesis, kemudian dikarakterisasi agar dapat mengetahui informasi lebih lanjut mengenai sampel tersebut. Karakterisasi yang dilakukan yaitu XRD untuk menganalisis fasa, kristalinitas, dan struktur kristalnya. Selain itu, dilakukan karakterisasi SEM untuk menganalisis morfologi dan distribusi ukuran partikel, serta karakterisasi UV-Vis DRS untuk menganalisis nilai *bandgap energy* dari sampel.

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD ZnO hasil sintesis diperoleh difraktogram seperti pada **Gambar 1**. Difraktogram tersebut adalah hubungan antara sudut  $2\theta$  (sumbu x) dengan intensitas (sumbu y). Jika dilihat dari  $2\theta$  ZnO *database* ICSD 01-089-7102 dengan  $2\theta$  ZnO hasil sintesis, terlihat bahwa terdapat kesesuaian antara  $2\theta$  ZnO *database* dan intensitas puncak-puncaknya dengan  $2\theta$  ZnO hasil sintesis dan intensitas puncak-puncaknya.

Kesesuaian puncak-puncak ZnO hasil sintesis dengan *database* standar dapat dilihat pada **Tabel 1**. Adanya kesesuaian tersebut menunjukkan bahwa ZnO telah berhasil disintesis dengan berbahan dasar limbah baterai Zn-C menggunakan metode kopresipitasi.



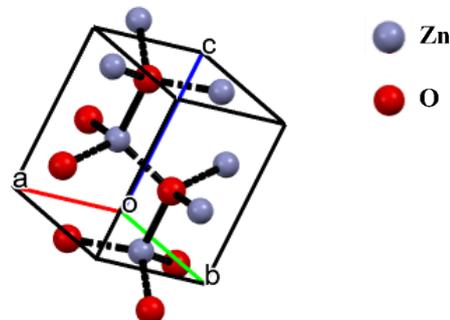
**Gambar 1** Pola difraksi ZnO database dan hasil sintesis

Selain dapat menganalisis fasanya, karakterisasi XRD juga dapat digunakan untuk menganalisis struktur kristalnya. Dengan menggunakan *database* yang dihasilkan, diketahui bahwa ZnO hasil sintesis memiliki bentuk heksagonal dengan grup ruang P63mc. Struktur kristal ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Gambar 2**.

**Tabel 1** Perbedaan  $2\theta$  ZnO standar dan hasil sintesis

ZnO Standar	ZnO Hasil Sintesis
31,77	31,77
34,42	34,43
36,26	36,26
47,54	47,56
56,60	56,60
62,86	62,86
67,95	67,96

Kemudian, karakterisasi XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan kristalinitasnya. Ukuran kristal dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer. Ukuran kristal dan kristalinitas dari ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Tabel 2**.



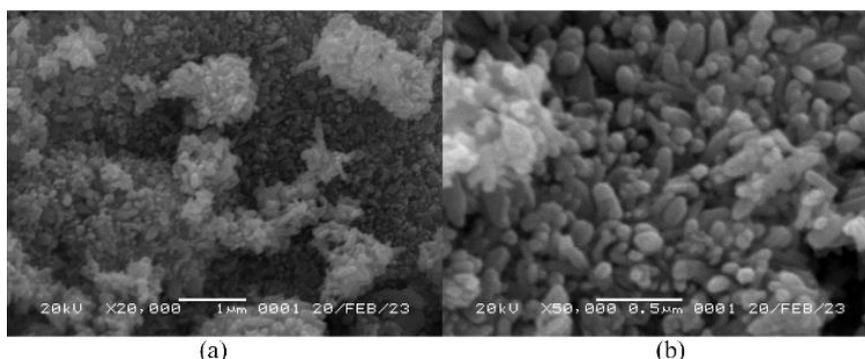
**Gambar 2** Struktur Kristal ZnO

Berdasarkan ukuran kristal yang diperoleh, maka ZnO hasil sintesis termasuk ke dalam golongan senyawa nanokristal.

**Tabel 2** Ukuran kristal dan persentase kristalinitas ZnO Hasil Sintesis

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Kristalinitas (%)
ZnO Hasil Sintesis	17,05	78,32

Selain dapat menganalisis ukuran kristal, kristalinitas juga dapat diketahui dengan cara membagi luas kristalin dengan luas total area difraktogram. Kristalinitas menunjukkan suatu keteraturan susunan atom dalam senyawa tersebut. Dengan hasil kristalinitas sebesar 78,32% maka susunan atom pada kisi ZnO hasil sintesis cukup teratur.



**Gambar 3** Hasil karakterisasi SEM (a) ZnO hasil sintesis dengan pembesaran 20.000 kali (b) ZnO hasil sintesis dengan pembesaran 50.000 kali

Selain dikarakterisasi menggunakan XRD, dikarakterisasi juga menggunakan instrumen SEM untuk menganalisis morfologi dan distribusi ukuran partikel dari sampel ZnO hasil sintesis. Adapun morfologi ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Gambar 3**. Pada gambar yang dihasilkan terdapat beberapa aglomerasi tetapi morfologinya masih dapat dilihat dengan jelas yaitu berupa rods.

Selain mengetahui morfologi, SEM juga dapat digunakan untuk menganalisis ukuran rata-rata partikel dan polidispersitas sampel ZnO hasil sintesis. Adapun ukuran rata-rata partikel dan polidispersitasnya dapat dilihat pada **Tabel 3**.

Menurut Abdullah dkk (2008), senyawa yang berada pada rentang 10-100 nm termasuk ke dalam golongan nano. Maka, ZnO hasil sintesis tergolong senyawa nanopartikel.

**Tabel 3** Ukuran partikel dan polidispersitas ZnO Hasil Sintesis

Sampel	Ukuran Rata-rata Partikel (nm)	Polidispersitas
ZnO Hasil Sintesis	20,21	0,07

Selain itu, polidispersitas juga dapat diketahui dari hasil karakterisasi menggunakan SEM. Dengan polidispersitas sebesar 0,07 maka ZnO hasil sintesis memiliki distribusi ukuran partikel secara homogen dan cenderung stabil secara fisik dan tidak mudah beragregasi.

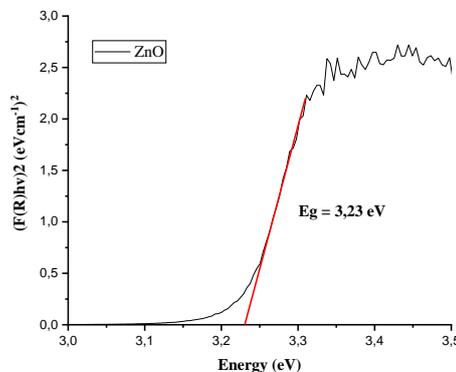
Selain dikarakterisasi menggunakan XRD dan SEM, dikarakterisasi juga menggunakan UV-Vis DRS untuk mengetahui nilai *bandgap energy*. Pada penentuan *bandgap energy* hasil sintesis, metode yang digunakan adalah metode Kubelka-Munk. Adapun grafik *bandgap energy* ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Gambar 4**.

Berdasarkan grafik di atas, dapat diketahui bahwa *bandgap energy* dari ZnO hasil sintesis adalah 3,23 eV. Nilai tersebut menunjukkan bahwa ZnO hasil sintesis memiliki potensi untuk menjadi fotokatalis.

#### **Aplikasi Fotokatalisis untuk Penanganan Metil Violet**

ZnO yang telah diperoleh dari hasil sintesis, diaplikasikan untuk menangani zat warna metil violet. Proses fotokatalisis dapat terjadi apabila

fotokatalis disinari oleh sinar tampak. Sinar tampak yang digunakan adalah lampu *Mercury Phillips ML 500 watt*.



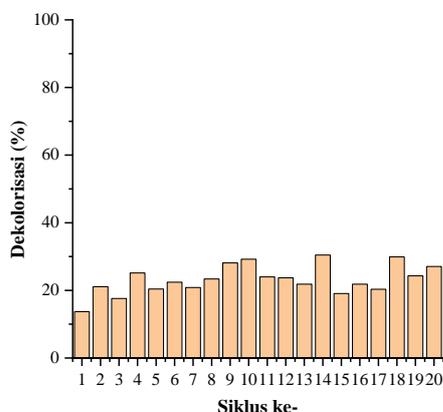
**Gambar 4** Grafik bandgap energy ZnO hasil sintesis

Pada prosesnya, 90 mg sampel ZnO dikontakkan dengan 10 mL larutan metil violet 10 ppm kemudian disonikasi selama 3 menit. Proses sonikasi bertujuan untuk memecah partikel ZnO menjadi bagian yang sangat kecil sehingga akan lebih cepat dan efektif mendekolorisasi larutan metil violet ketika disinari sinar tampak. Setelah disonikasi, kemudian disinari menggunakan sinar tampak selama 120 menit. Kemudian, dilanjutkan dengan proses sentrifugasi agar fotokatalis dan filtrat terpisah secara maksimal. Filtrat yang telah terpisah diuji absorbansinya menggunakan spektrofotometer UV-Vis hingga diperoleh nilai konsentrasi metil violet. Dengan nilai konsentrasi yang diperoleh maka diketahui persen dekolorisasi metil violet sebesar 13,70%. Proses ini adalah siklus pertama ZnO digunakan sebagai fotokatalis untuk penanganan zat warna metil violet dengan proses fotokatalisis.

#### **Regenerasi Fotokatalis ZnO dan Uji Sifat Fotokatalitiknya**

Fotokatalis ZnO yang telah terpisah dari filtrat dalam proses sentrifugasi kemudian dicuci. Proses pencucian ini adalah proses awal dari tahap regenerasi. Fotokatalis ZnO yang telah bersih, dikeringkan di dalam oven pada suhu 110°C selama 1 jam. Setelah dikeringkan, kemudian dilakukan kembali proses fotokatalisis dengan keadaan dan perlakuan yang sama seperti pada tahap sebelumnya. Proses regenerasi ini dilakukan

hingga siklus kedua puluh ZnO digunakan sebagai fotokatalis untuk penanganan metil violet. Adapun histogram persentase dekolorisasi sebanyak 20 siklus dapat dilihat pada **Gambar 5**.



**Gambar 5** Persentase dekolorisasi zat warna metil violet sebanyak 20 siklus

Berdasarkan hasil karakterisasi XRD ZnO hasil regenerasi diperoleh difraktogram seperti pada **Gambar 6**. Jika dilihat dari  $2\theta$  ZnO hasil regenerasi  $2\theta$  ZnO *database* ICSD 01-089-7102, terlihat bahwa terdapat kesesuaian antara  $2\theta$  ZnO hasil regenerasi dan intensitas puncak-puncaknya dengan  $2\theta$  ZnO *database* dan intensitas puncak-puncaknya. Sehingga,  $2\theta$  ZnO hasil sintesis dan  $2\theta$  ZnO hasil regenerasi sesuai dengan  $2\theta$  ZnO *database*.

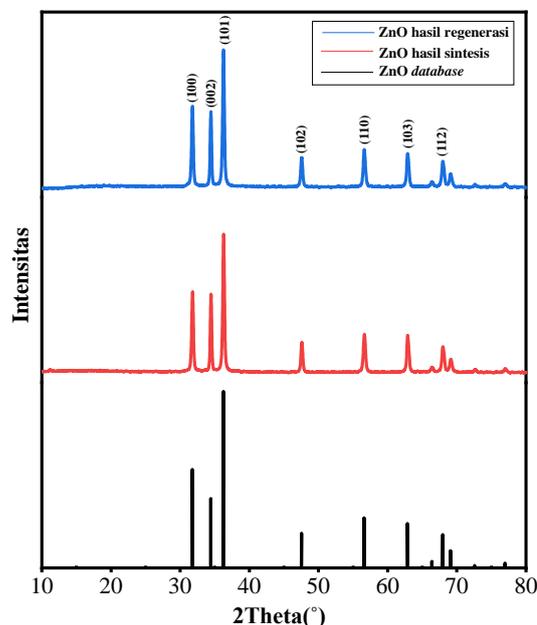
Kesesuaian puncak-puncak ZnO hasil regenerasi dengan *database* standar dapat dilihat pada **Tabel 4**. Adanya kesesuaian tersebut menunjukkan bahwa sampel yang diregenerasi masih dalam bentuk senyawa ZnO hasil sintesis dari limbah baterai.

**Tabel 4** Perbedaan  $2\theta$  standar, hasil sintesis, dan hasil regenerasi

ZnO Standar	ZnO Hasil Sintesis	ZnO Hasil Regenerasi
31,77	31,77	31,75
34,42	34,43	34,41
36,26	36,26	36,24
47,54	47,56	47,54
56,60	56,60	56,59
62,86	62,86	62,86
67,95	67,96	67,95

Selain dapat menganalisis fasanya, karakterisasi XRD juga dapat digunakan untuk menganalisis struktur kristalnya. Dengan

menggunakan *database* yang dihasilkan, diketahui bahwa ZnO hasil regenerasi memiliki bentuk dan grup ruang yang sama dengan ZnO hasil sintesis yaitu bentuk heksagonal dengan grup ruang P63mc.



**Gambar 6** Pola difraksi ZnO *database*, hasil sintesis, dan hasil regenerasi

Kemudian, karakterisasi XRD juga dapat digunakan untuk mengetahui ukuran kristal dan kristalinitasnya. Ukuran kristal dapat ditentukan dengan menggunakan persamaan Debye Scherrer. Ukuran kristal dan kristalinitas dari ZnO hasil sintesis dapat dilihat pada **Tabel 5**.

**Tabel 5** Ukuran kristal dan persentase ZnO

Sampel	Ukuran Kristal (nm)	Kristalinitas (%)
ZnO Hasil Sintesis	17,05	78,32
ZnO Hasil Regenerasi	29,01	45,09

Berdasarkan ukuran kristal yang diperoleh, sama halnya dengan ZnO hasil sintesis, ZnO hasil regenerasi masih tergolong dalam nanokristal. Ukuran kristal ZnO hasil sintesis memiliki ukuran yang lebih kecil dibandingkan dengan ukuran kristal ZnO hasil regenerasi. Adanya perbedaan ukuran kristal tersebut bisa diakibatkan karena adanya proses pengadukan secara manual

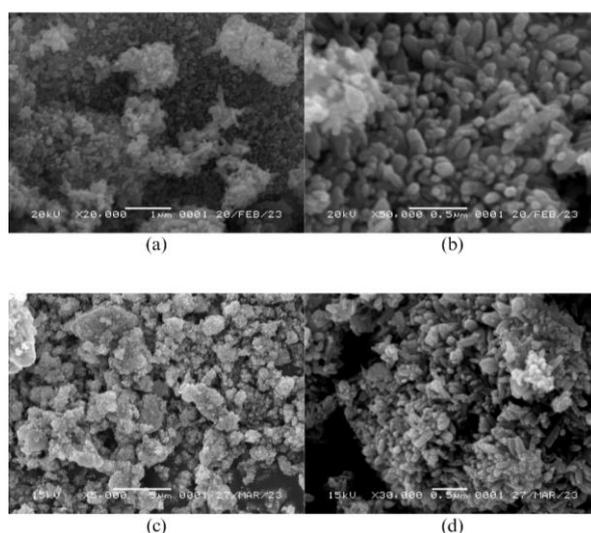
menggunakan batang pengaduk ketika proses pencucian pada tahap regenerasi.

Berdasarkan data kristalinitas ZnO hasil regenerasi yang diperoleh yaitu sebesar 45,09% maka keteraturan susunan atom pada kisi ZnO hasil sintesis lebih tinggi dibandingkan dengan ZnO hasil regenerasi.

Selain dikarakterisasi menggunakan XRD, dikarakterisasi juga menggunakan instrumen SEM untuk menganalisis morfologi dan distribusi ukuran partikel dari sampel ZnO hasil regenerasi.

Adapun morfologi ZnO hasil regenerasi dapat dilihat pada **Gambar 7**. Pada gambar yang dihasilkan terdapat aglomerasi tetapi morfologinya masih terlihat dengan baik. Morfologi dari ZnO hasil regenerasi sama dengan ZnO hasil sintesis yaitu berupa *rods*.

Selain mengetahui morfologi, SEM juga dapat digunakan untuk menganalisis ukuran rata-rata partikel dan polidispersitas sampel ZnO hasil regenerasi. Adapun ukuran rata-rata partikel dan polidispersitasnya dapat dilihat pada **Tabel 6**.



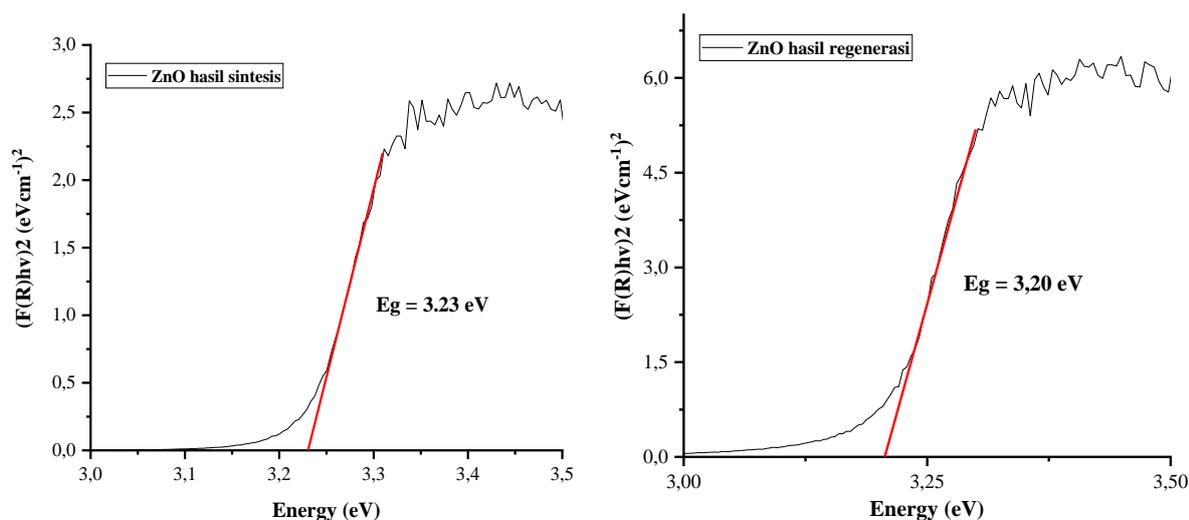
**Gambar 7** Hasil karakterisasi SEM (a) ZnO hasil sintesis dengan pembesaran 20.000 kali (b) ZnO hasil sintesis dengan pembesaran 50.000 kali (c) ZnO hasil regenerasi dengan pembesaran 5.000 kali (d) ZnO hasil regenerasi dengan pembesaran 30.000 kali

**Tabel 6** Ukuran partikel dan polidispersitas ZnO hasil sintesis dan hasil regenerasi

Sampel	Ukuran Rata-rata Partikel (nm)	Polidispersitas
ZnO Hasil Sintesis	20,21	0,07
ZnO Hasil Regenerasi	67,64	0,05

Berdasarkan data yang diperoleh, ukuran rata-rata partikel ZnO hasil regenerasi adalah 67,64 nm. Dengan ukuran tersebut maka ZnO hasil regenerasi termasuk ke dalam golongan senyawa nanopartikel seperti ZnO hasil sintesis.

Selain itu, polidispersitas juga dapat diketahui dari hasil karakterisasi menggunakan SEM. Dengan polidispersitas sebesar 0,05 maka



**Gambar 8** Grafik bandgap energy ZnO hasil sintesis dan ZnO hasil regenerasi

ZnO hasil regenerasi memiliki distribusi ukuran partikel yang sama dengan ZnO hasil sintesis, yaitu secara homogen yang cenderung stabil secara fisik dan tidak mudah beragregasi.

Selain itu, digunakan juga karakterisasi UV-Vis DRS untuk menganalisis nilai *bandgap energy* ZnO hasil regenerasi. Dengan menggunakan metode yang sama, yaitu metode Kubelka-Munk diperoleh grafik seperti pada Gambar 8. Dari grafik tersebut, dapat kita ketahui bahwa nilai *bandgap energy* dari ZnO hasil regenerasi adalah 3,20 eV. Nilai *bandgap energy* dari ZnO hasil regenerasi memiliki perbedaan yang tidak terlalu signifikan dengan *bandgap energy* ZnO hasil sintesis. Hal tersebut dimungkinkan karena adanya proses yang berulang seperti pencucian, penyaringan, dan sonikasi yang berulang pada tahap regenerasi.

## SIMPULAN

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ZnO berhasil disintesis dari limbah baterai dengan menggunakan metode kopresipitasi. ZnO yang telah disintesis memiliki bentuk heksagonal dengan ukuran kristal sebesar 17,05 nm, kristalinitas sebesar 78,32%, morfologi berupa *nanorods* dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 20,21 nm. Kemudian, dari hasil karakterisasi UV-Vis DRS diperoleh *bandgap energy* ZnO hasil sintesis sebesar 3,23 eV. Dengan nilai tersebut, ZnO hasil sintesis memiliki potensi sebagai fotokatalis. Setelah diuji sifat fotokatalitiknya

terhadap metil violet, diperoleh persen dekolorisasi sebesar 13,70%. Kemudian, dengan dilakukannya proses regenerasi, ZnO hasil regenerasi masih layak digunakan sebagai fotokatalis hingga 20 siklus karena belum adanya perubahan kinerja yang sangat signifikan. Hal tersebut juga dibuktikan dengan hasil karakterisasi yang tidak terlalu signifikan perbedaannya, yaitu ZnO hasil regenerasi memiliki bentuk heksagonal dengan ukuran kristal 29,01 nm, kristalinitas 45,09%, morfologi berupa *nanorods* dengan ukuran rata-rata partikel sebesar 67,64 nm. Kemudian, dari hasil karakterisasi UV-Vis DRS diperoleh *bandgap energy* sebesar 3,20 eV yang tidak terlalu berbeda jauh dengan ZnO hasil sintesis.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Eko Prabowo Hadisantoso, M.PKim. dan Rizka Fitriyani S, S.Pd. atas bimbingan, saran, dan kritiknya dalam menyelesaikan tugas akhir penulis.

## REFERENSI

- [1] L. Schlur, J. R. Calado and D. Spitzer, "Synthesis of Zinc Oxide Nanorods or Nanotubes on One Side of a Microcantilever," *The Royal Society of Chemistry*, 2018.

- [2] I. Wallace, O. V. Eshu, O. B. Chukwunonso and U. C. Okoro, "Synthesis and Characterization of Zinc Oxide (ZnO) Nanowire," *Journal of Nanomedicine and Nanotechnology*, vol. VI, no. 5, 2015.
- [3] C. X. Xu, G. P. Zhu, J. Kasim, S. T. Tan, Y. Yang, X. Li, Z. X. Shen and X. W. Sun, "Spatial Distribution of Defect in ZnO Nanodisks," *Current Applied Physics*, vol. IX, pp. 571-576, 2008.
- [4] S. W. Kim, N. T. Khoa, J. W. Yun, D. v. Thuan, J. E. Kim and S. H. Hahn, "Hierarchical ZnO Nanosheets/Nanodisks Hydrothermally Grown on Microrod Backbones," *Material Chemistry and Physics*, pp. 1-8, 2016.
- [5] R. N. Syafinaz, R. Khairunisak, L. Zainovia and A. A. Abdul, "Structural and Morphology of ZnO Nanorods Synthesized using ZnO Seeded Growth Method and its Properties as UV Sensing," *Research Articles PLOS ONE* 7, p. 11, 2012.
- [6] S. Ananthi, S. Kavitha, E. R. Kumar, T. Prakash, R. V. Poonguzhali, B. Ranjithkumar, A. Balamurugan, C. Srinivas and D. L. Sastry, "Investigation of Physicochemical Properties of ZnO Nanoparticles for Gas Sensor Application," *Inorganic Chemistry Communications*, vol. 146, 2022.
- [7] M. Bicer, M. Gokcen and E. Orhan, "Fabrication and Photoanode Performance of ZnO Nanoflowers in ZnO-based Dye-Sensitized Solar Cells," *Optical Materials*, vol. 131, 2022.
- [8] A. S. Z. Lahewil, S. H. Zyoud, N. M. Ahmed, A. F. Omar and N. Z. N. Azman, "Synthesis ZnO Nanoclusters Micro Active Area using Continues Wave Blue Laser-assisted Chemical Bath Deposition based on UV Photodetector," *Optik*, vol. 260, 2022.
- [9] Y. Anggraeni, N. Mufti and A. Taufiq, "Performa Nanogenerator ZnO Nanorods dan PLA pada Substrat Stainless Steel," *Seminar Nasional Fisika dan Pembelajarannya 2017*, 2017.
- [10] T. C. Raganata, H. Aritonang and E. Suryanto, "Sintesis Fotokatalis Nanopartikel ZnO untuk Mendegradasi Zat Warna Methylene Blue," *Chem. Prog.*, vol. 12, no. 2, pp. 54-58, 2019.
- [11] K. Gouvea, F. Wypych, S. G. Moraes, N. Duran, N. Nagata and Zmora, "Semiconductor-assisted Photocatalytic Degradation of Reactive Dyes in Aqueous Solution," *Chemosphere*, vol. 4, pp. 433-440, 2000.
- [12] S. T. Sie, "Consequences of Catalyst Deactivation for Process Design and Operation," *Journal of Applied Catalyst A: General*, vol. 212, pp. 129-151, 2001.
- [13] K. D. Pratiwi, "Studi Efektivitas Fotodegradasi Zat Warna Remazol Yellow Terkatalis ZnO," *UIN Sunan Kalijaga*, 2020.
- [14] M. H. Elsayed, T. M. Elmorsi, A. M. Abuelela, A. E. Hassan, A. Z. Alhakemy, M. F. Bakr and H.-H. Chou, "Direct Sunlight-active Na-doped ZnO Photocatalyst for The Mineralization of Organic Pollutants at Different pH Mediums," *Journal of The Taiwan Institute of Chemical Engineers*, pp. 1-11, 2020.
- [15] Wardana and W. Arya, *Dampak Pencemaran Lingkungan*, Yogyakarta: Andi, 2001.
- [16] Hardeli, A. Ramadhani, D. Kurniawati, N. Andriko and H. Sanjaya, "Degradasi Methyl Violet dan Methylen Blue oleh Fotokatalis TiO<sub>2</sub>," *Eksakta*, vol. I, 2014.
- [17] W. Azmi, R. K. Sani and U. C. Banerjee, "Biodegradation of Triphenylmethane Dyes," *Enzyme and Microbial Technology*, vol. XXII, no. 3, pp. 185-191, 1998.
- [18] M. Saquib and M. Muneer, "TiO<sub>2</sub>-Mediated Photocatalytic Degradation of a Triphenylmethane (Gentian Violet), In Aqueous Suspensions," *Dyes and Pigments*, vol. LVI, no. 1, pp. 37-49, 2003.
- [19] S. Kagaya, H. Yusaku, A. Hidekazu and H. Kiyoshi, "Determination of Cadmium in River water by Electrothermal Atomic

- Absorption Spectrometry after Internal Standardization-Assisted Rapid Coprecipitation with Lanthanum Phosphate," *Japan Society for Analytical Chemistry: Analytical Sciences July*, vol. 19, pp. 1061-1064, 2003.
- [20] R. S. Rahayu and dkk, "Pengaruh Tegangan dan Waktu Deposisi terhadap Pelapisan TiO<sub>2</sub> dengan Metode Elektroforesis," *Pusat Teknologi Material: BPPT*, 2012.
- [21] F. Ulpah, "Sintesis dan Karakterisasi ZnO Terdoping Mg, Cu, B, N serta Aplikasinya sebagai Fotokatalis dan Antibakteri," *Sarjana Thesis UIN Sunan Gunung Djati Bandung*, 2022.
- [22] R. H. Pratama, "Sintesis Komposit ZnO/HAp untuk Aplikasi Penanganan Metilen Biru secara Fotokatalisis," *Jurusan Kimia UIN Sunan Gunung Djati*, 2019.
- [23] M. S. Sadeghi, G. Vanpeteghem, F. I. Neto and H. M. V. M. Soares, "Selective Leaching of Zn from Spent Alkaline Batteries using Environmentally Friendly Approaches," *Waste Management*, vol. 0, pp. 696-705, 2017.
- [24] N. Mohaghegh, M. Tasviri, E. Rahimi and M. R. Gholami, "Nano Sized ZnO Composites: Preparation, Characterization, and Application as Photocatalyst for Degradation of AB92 Azo Dye," *Materials Science in Semiconductor Processing*, vol. 21, pp. 167-179, 2014.

## Efisiensi Inhibisi Korosi oleh Sikloheksilamina pada Baja API 5L Grade B dalam Medium Limbah Cair Minyak Bumi

HARYONO<sup>1\*</sup>, YULIANDRI<sup>1</sup>, ATIEK ROSTIKA NOVIYANTI<sup>1</sup>, DAN E. EVY ERNAWATI<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departemen Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Padjadjaran, Jl. Bandung-Sumedang Km. 21, Jatinangor 45363, Sumedang, Jawa Barat

\*alamat email korespondensi: haryono@unpad.ac.id

### Informasi Artikel

### Abstrak/Abstract

Kata Kunci:  
Efisiensi inhibisi;  
inhibitor; korosi;  
limbah cair minyak  
bumi; pipa baja.

Sistem perpipaan dengan bahan dasar dari besi, salah satunya di industri pengolahan minyak bumi, relatif rentan terhadap permasalahan korosi. Korosi pada logam dapat terjadi dengan laju bervariasi tergantung pada berbagai faktor, seperti komposisi kimia medium, suhu, dan waktu kontak antara logam dengan medium. Laju korosi dapat hambat dengan teknik penambahan inhibitor ke dalam medium. Inhibitor korosi dari senyawa organik lebih banyak dipilih daripada anorganik. Salah satu inhibitor korosi yang potensial adalah sikloheksilamina. Kemampuan sikloheksilamina sebagai inhibitor korosi dipengaruhi oleh konsentrasinya dalam medium, suhu medium, lama pemakaian, dan kondisi dinamik medium. Penelitian ini bertujuan menentukan efisiensi inhibisi korosi oleh inhibitor sikloheksilamina pada pipa baja API 5L Grade B di dalam medium limbah cair minyak bumi. Efisiensi inhibisi korosi tersebut dipelajari pada variasi suhu medium 30, 45, 60, 75, dan 90°C, sedangkan waktu kontak divariasikan selama 1, 2, 3, dan 4 hari. Pengujian inhibisi korosi dilakukan dengan penambahan inhibitor korosi sikloheksilamina sebanyak 0,25% (v/v). Morfologi permukaan, komposisi unsur, dan komposisi senyawa dari sampel pipa baja sebelum dan setelah pengujian inhibisi korosi dikarakterisasi dengan SEM-EDS dan XRD. Hasil penelitian menunjukkan bahwa semakin tinggi suhu medium dan semakin lama waktu kontak, efisiensi inhibitor korosi sikloheksilamina cenderung mengalami penurunan. Efisiensi inhibisi korosi tertinggi oleh sikloheksilamina pada posisi BLC (*bottom line corrosion*) dicapai sebesar 60,1% ketika pengujian dilakukan pada suhu medium 60°C selama 1 hari. Sedangkan pengujian korosi pada posisi TLC (*top line corrosion*) memberikan efisiensi inhibisi korosi tertinggi sebesar 91,9% ketika dilakukan pada suhu medium 45°C dan lama kontak 1 hari.

Keywords:  
Efficiency of  
inhibition;  
inhibitors;  
corrosion;  
petroleum  
wastewater; steel  
pipe.

*Piping systems with iron-based materials, one of which is in the petroleum processing industry, are relatively susceptible to corrosion problems. Corrosion of metals can occur at varying rates depending on various factors, such as the chemical composition of the medium, temperature, and the contact time between the metal and the medium. The corrosion rate can be inhibited by adding inhibitors to the medium. Corrosion inhibitors from organic compounds are preferred over inorganic ones. One of the potential corrosion inhibitors is cyclohexylamine. The ability of cyclohexylamine as a corrosion inhibitor is influenced by its concentration in the medium, medium temperature, duration of use, and dynamic conditions of the medium. This study aims to determine the efficiency of corrosion inhibition by cyclohexylamine inhibitors on API 5L Grade B steel pipes in the medium of petroleum wastewater. The efficiency of corrosion inhibition was studied at various medium temperatures of 30, 45, 60, 75 and 90°C, while the contact times were varied for 1, 2, 3 and 4 days. Corrosion inhibition testing was carried out by adding 0.25% (v/v) cyclohexamine corrosion inhibitor. Surface morphology, elemental composition, and compound composition of steel pipe samples before and after corrosion inhibition testing were characterized by SEM-EDS and XRD. The results showed that the higher the medium temperature and the longer the contact time, the efficiency of the cyclohexylamine corrosion inhibitor tended to*

decrease. The highest corrosion inhibition efficiency by cyclohexylamine at the BLC (bottom line corrosion) position was achieved at 60.1% when the test was carried out at a medium temperature of 60°C for 1 day. While the corrosion test at the TLC (top line corrosion) position gave the highest corrosion inhibition efficiency of 91.9% when carried out at a medium temperature of 45°C and a contact time of 1 day.

## PENDAHULUAN

Bahan bakar minyak (BBM) dilaporkan merupakan jenis energi yang dominan dikonsumsi oleh masyarakat, yaitu sekitar 39% [1]. BBM tersebut disediakan melalui proses pengilangan atau pengolahan minyak bumi mentah. Pada beberapa tahap pengolahan minyak bumi mentah akan dihasilkan limbah dalam bentuk padat, cair, maupun gas. Limbah cair dari pengolahan minyak bumi mentah dapat bersifat korosif karena keberadaan senyawa pengotor berupa asam, basa, dan garam, baik yang terdapat pada minyak bumi mentah maupun ditambahkan dan atau terbentuk pada suatu tahap pemurnian [2].

Penanganan limbah cair dari pengolahan minyak bumi mentah melibatkan sistem perpipaan sebagai saluran untuk mengalirkan limbah cair tersebut ke antar peralatan proses. Salah satu jenis bahan logam pada konstruksi pipa adalah baja karbon jenis baja API (*American Petroleum Institute*) 5L Grade B. Pipa baja tersebut termasuk pipa baja karbon sedang dengan kadar karbon maksimum 0,3%, mangan maksimum 1,2%, phosphor maksimum 0,05%, dan sulfur maksimum 0,06% [3]. Kontak antara limbah cair bersifat korosif tersebut dengan permukaan pipa baja karbon sangat berpotensi timbulnya korosi. Korosi dapat menyebabkan penurunan struktur dan kerusakan pada sistem perpipaan, sehingga berdampak negatif secara finansial serta kesehatan dan keselamatan kerja maupun lingkungan [4, 5].

Permasalahan korosi dapat diatasi dengan berbagai jenis metode, salah satunya dengan penggunaan inhibitor korosi. Inhibitor korosi merupakan senyawa kimia yang dapat menghambat serangan korosi pada permukaan logam dengan cara pembentukan lapisan film atau senyawa kompleks yang akhirnya mampu mencegah interaksi logam dengan lingkungannya. Inhibitor korosi dari senyawa organik lebih banyak dipilih karena umumnya lebih ramah lingkungan, ekonomis, dan efisiensi inhibisinya lebih baik daripada inhibitor dari senyawa anorganik [6, 7].

Nurjanah menyatakan bahwa sikloheksilamina merupakan inhibitor organik yang mampu menghambat serangan korosi secara efektif [8]. Penelitian lain menunjukkan bahwa sikloheksilamina mampu menginhibisi korosi pada *mild steel*, baja karbon rendah (kadar karbon maksimal 0,2%), dalam lingkungan larutan 0,1 N asam sulfat dengan efisiensi inhibisi maksimal sebesar 81,06% [9]. Studi lain melaporkan, sikloheksilamin paling efektif sebagai inhibitor korosi volatil pada tes inhibisi selama 24 jam terhadap plat baja dalam lingkungan garam NaCl dengan laju korosi paling lambat sebesar 6,7  $\mu\text{g cm}^{-2} \text{jam}^{-1}$  [10]. Sikloheksilamina sebagai salah satu inhibitor organik dari kelompok amina umum digunakan untuk mengurangi efek korosi sebagai akibat keberadaan gas CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, dan asam-asam organik pada fasilitas di sumur-sumur penambangan minyak bumi [11].

Efektivitas inhibitor organik, seperti sikloheksilamina, dalam menghambat korosi disebabkan oleh pasangan elektron bebas dari atom nitrogennya dapat teradsorpsi pada permukaan logam, dan rantai hidrokarbon pada senyawa tersebut mampu membentuk lapisan film hidrofobik sehingga sikloheksilamina mampu memisahkan permukaan logam dengan lingkungannya secara efektif [11]. Penambahan inhibitor korosi tentu saja tidak mungkin mampu meniadakan terjadinya korosi, namun hanya memperlambat laju korosi. Besarnya laju korosi dipengaruhi oleh berbagai faktor, seperti: suhu dan waktu kontak antara permukaan logam dengan media korosif, karakteristik media korosif (keberadaan gas terlarut, pH, laju alir, padatan terlarut), dan konsentrasi inhibitor [12, 13].

Tujuan dari Penelitian ini adalah menentukan pengaruh suhu medium dan waktu kontak terhadap efisiensi inhibisi korosi oleh inhibitor sikloheksilamina pada pipa baja API 5L Grade B di dalam medium limbah cair minyak bumi.

## EKSPERIMEN

### *Material*

Material pada eksperimen adalah: sampel pipa baja API 5L *Grade B* dari PT Bakrie Pipe Industries, limbah cair minyak bumi dari PT Pertamina Unit Pengolahan VI Balongan (Indramayu, Jawa Barat), sikloheksilamina (pa, Merck), etanol teknis (konsentrasi 70%, Bratachem Bandung), dan akuades.

### Instrumentasi

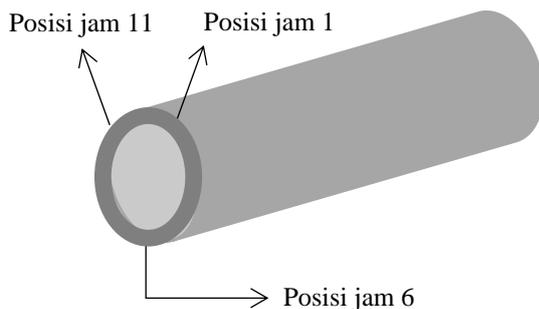
Morfologi permukaan dan komposisi unsur dari sampel kupon baja dikarakterisasi dengan *Scanning Electron Microscopy-Energy Dispersive X-ray Spectroscopy* (SEM-EDS, Jeol Jsm-6360LA). *X-Ray Diffraction* (XRD, PANalytical X'Pert PRO serial PW3040/X0) digunakan untuk menentukan komposisi fase senyawa oksida logam pada sampel kupon baja.

### Prosedur

Eksperimen dilakukan melalui tahapan berikut: penyiapan pipa baja karbon dalam bentuk kupon, karakterisasi sampel kupon baja sebelum uji korosi, penyiapan sampel medium uji korosi, uji korosi, dan karakterisasi sampel kupon baja setelah uji korosi.

#### Penyiapan sampel kupon baja karbon dan medium uji korosi

Pipa baja API 5L *grade B* sebagai sampel baja pada uji korosi disiapkan dalam bentuk kupon. Kupon dihasilkan dengan memotong bagian-bagian pada pipa baja API 5L *grade B* pada posisi-posisi yang mewakili kemungkinan utama terjadinya korosi di lapangan, yaitu pada posisi jam 1, 11, dan 6. Sketsa posisi pemotongan pipa berdasarkan posisi jarum jam tersebut ditampilkan pada **Gambar 1**. Pemotongan bagian-bagian dari pipa baja ditargetkan untuk dihasilkan kupon berukuran  $\pm 4,0 \times 5,0 \times 0,6$  cm.



**Gambar 1** Posisi penyiapan sampel kupon baja dari pipa baja API 5L *grade B*

Kupon baja dicuci dengan etanol teknis 70%. Permukaan baja kemudian dihaluskan dengan amplas silikon karbida grit ukuran 240, 400, 600, 800, dan 1000 secara bertahap. Kupon baja selanjutnya dibilas dengan akuades dan etanol teknis 70%, dikeringkan, diukur kembali dengan jangka sorong, dan disimpan dalam desikator. Penyiapan dan pembersihan kupon sampel logam dilakukan dengan prosedur menurut ASTM G-1 [14]. Sampel kupon baja bersih ditimbang untuk diketahui berat awalnya. Morfologi permukaan dan komposisi unsur dari sampel kupon baja sebelum uji korosi ditentukan dengan SEM-EDS, sedangkan jenis senyawa oksidanya dikarakterisasi dengan XRD.

Medium uji korosi disiapkan dalam dua jenis, yaitu limbah cair minyak bumi tanpa dan dengan penambahan inhibitor korosi sikloheksilamina. Limbah cair minyak bumi dengan inhibitor korosi disiapkan dengan melarutkan sikloheksilamina ke dalam limbah cair sebanyak 0,25% (v/v). Pelarutan dilakukan di dalam gelas kimia dengan bantuan pengadukan menggunakan pengaduk magnet.

#### Uji korosi kupon baja

Pada uji korosi ini dipelajari pengaruh parameter operasi suhu dan waktu kontak antara kupon baja dengan medium divariasikan terhadap efisiensi inhibisi korosi. Efisiensi inhibisi korosi ( $\eta_{CI}$ ) dihitung dengan Persamaan (1). Laju korosi, *corrosion rate*, ditentukan dengan metode berat hilang sesuai prosedur menurut Govindasamy & Ayappan [15], sedangkan laju korosi dihitung dengan Persamaan (2).

$$\eta_{CI} = \frac{(CR_0 - CR_1)}{CR_0} \times 100\% \quad \dots(1)$$

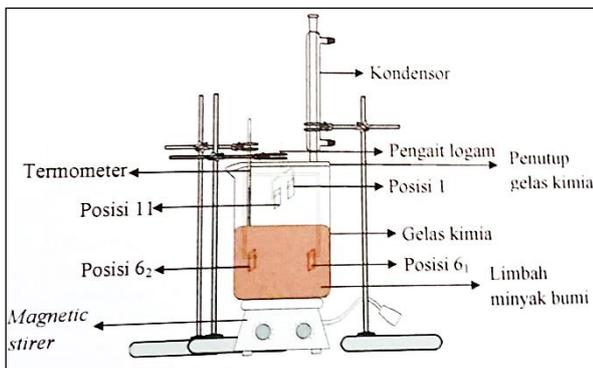
dengan:  $CR_0$  dan  $CR_1$  berturut-turut adalah *corrosion rate* tanpa dan dengan penambahan inhibitor (mm/tahun)

$$CR = \frac{KW}{A \Delta t D} \quad \dots(2)$$

dengan: CR = laju korosi (mm/tahun), K = konstanta laju korosi ( $8,76 \times 10^4$ ), W = pengurangan berat logam sampel (g), A = luas permukaan logam sampel ( $cm^2$ ),  $\Delta t$  = waktu perendaman (jam), D = densitas logam sampel (untuk baja karbon,  $D = 7,86 \text{ g/cm}^3$ )

Uji korosi dilakukan dengan menempatkan 3 sampel kupon baja pada 3 posisi di dalam medium limbah cair, yaitu pada posisi jam 6, 11, dan 1. Penempatan sampel kupon baja pada posisi jam 6 mewakili kondisi seluruh bagian kupon baja berkontak dengan medium. Sedangkan pada posisi jam 11 dan 1 dilakukan dengan menempatkan sampel kupon baja di atas permukaan medium. Uji korosi di dalam medium limbah cair minyak bumi tanpa inhibitor korosi dilakukan sebagai kontrol.

Penempatan kupon baja pada posisi jam 6 merupakan untuk menentukan laju korosi posisi BLC (*bottom line corrosion*), sedangkan pada posisi jam 11 dan 1 untuk menentukan laju korosi rata-rata posisi TLC (*top line corrosion*). Ilustrasi penempatan sampel kupon baja pada posisi jam 6, 11, dan 1 ditunjukkan pada **Gambar 2**.



**Gambar 2** Rangkaian alat pada eksperimen uji korosi dari sampel kupon baja

Sampel kupon baja dikontakkan dengan medium uji selama 1 hari pada suhu medium divariasikan sebesar 30, 45, 60, 75, dan 90°C. Uji pengaruh waktu kontak terhadap efisiensi inhibisi korosi dilakukan pada suhu 90°C dengan variasi waktu 1, 2, 3, dan 4 hari. Faktor dinamika fluida dari medium dikontrol dengan pengadukan menggunakan pengaduk bermagnet pada kecepatan 500 rpm. Setelah uji korosi kupon baja selesai, kupon baja disikat dengan sikat kawat untuk menghilangkan material produk korosi, dicuci dengan etanol teknis, dikeringkan, dan ditimbang. Berat kupon kering setelah uji korosi dicatat. Selisih antara berat sampel kupon baja antara sebelum dengan setelah uji korosi dicatat sebagai pengurangan berat atau berat hilang.

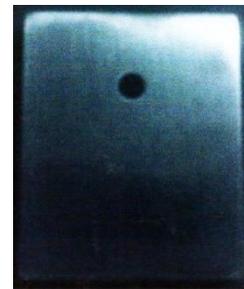
Sampel kupon baja pada uji korosi dengan efisiensi inhibisi korosi paling rendah dikarakterisasi morfologi permukaan dan komposisi unsurnya menggunakan SEM-EDS.

Jenis senyawa oksida yang terbentuk sebagai dampak korosi dikarakterisasi dengan XRD.

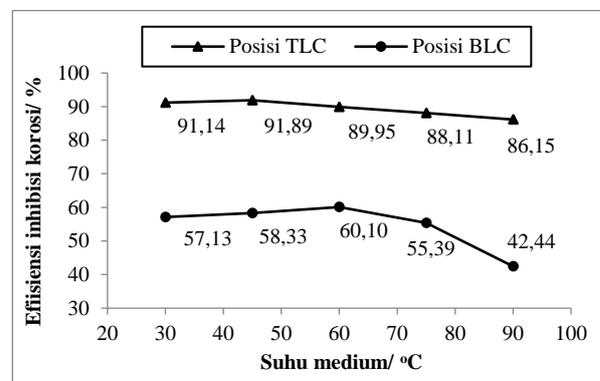
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### *Efisiensi Inhibisi Korosi sebagai Fungsi Suhu Medium*

Sampel kupon baja setelah disiapkan dari pemotongan pipa baja API 5L *grade B*, penampilan fisiknya sebelum uji korosi ditunjukkan pada **Gambar 3**. Pengaruh dari suhu medium (limbah cair minyak bumi) terhadap efisiensi inhibisi korosi sampel kupon baja ditampilkan pada Gambar 4.



**Gambar 3** Sampel kupon baja sebelum uji korosi



**Gambar 4** Hubungan antara suhu medium terhadap efisiensi inhibisi korosi kupon baja oleh inhibitor sikloheksilamina

**Gambar 4** menunjukkan bahwa sampai pada suhu medium tertentu, peningkatan suhu medium akan meningkatkan kemampuan sikloheksilamina dalam menghambat laju korosi kupon baja. Namun peningkatan suhu medium berikutnya, efisiensi inhibisi korosi terhadap kupon baja oleh sikloheksilamina mengalami penurunan. Kecenderungan tersebut terjadi baik pada posisi TLC (*top line corrosion*) maupun BLC (*bottom line corrosion*). Berdasarkan Persamaan (1), peningkatan efisiensi inhibisi korosi

mengindikasikan terjadinya penurunan laju korosi, dan sebaliknya.

Efisiensi inhibisi korosi pada posisi TLC, secara konsisten lebih tinggi dibandingkan dengan pada posisi BLC untuk semua variasi suhu medium. Hal tersebut terjadi lebih disebabkan oleh nilai laju korosi di posisi TLC lebih rendah daripada di posisi BLC sebagai dampak reaksi korosi lebih terkonsentrasi atau dominan terjadi terhadap sampel kupon baja di posisi BLC. Pernyataan tersebut didasarkan pada data laju korosi terhadap sampel kupon baja tanpa inhibitor sikloheksilamina, dimana laju korosi rata-rata pada posisi TLC adalah 0,171 – 0,836 mm/tahun, sedangkan pada posisi BLC sebesar 0,526 – 1,369 mm/tahun. Karena laju korosi tanpa inhibitor pada posisi TLC lebih rendah daripada posisi BLC, maka penambahan sikloheksilamina sebagai inhibitor korosi akan berdampak terhadap lebih efektifnya adsorpsi molekul-molekul sikloheksilamina yang menguap seiring dengan peningkatan suhu medium ke permukaan sampel kupon baja pada posisi TLC. Mekanisme inhibisi korosi oleh inhibitor korosi, seperti sikloheksilamina, dimulai dengan tahap teradsorpsinya molekul-molekul inhibitor pada permukaan logam [16]. Adsorpsi molekul pada fase gas cenderung lebih tinggi daripada fase cair salah satunya disebabkan oleh mobilitas molekul pada fase gas lebih tinggi dibandingkan pada fase cair [17]. Selain itu, karena tingginya laju korosi tanpa inhibitor pada sampel kupon baja di posisi BLC, maka lebih banyak oksida besi terbentuk, dan kondisi aliran medium cair (limbah minyak bumi) yang lebih turbulen mengakibatkan tahap adsorpsi molekul-molekul inhibitor ke permukaan sampel kupon baja di posisi BLC ini berlangsung relatif kurang efektif. Akibatnya efisiensi inhibisi korosi pada posisi TLC secara konsisten lebih tinggi daripada di posisi BLC.

Hasil penelitian pada **Gambar 4** juga menunjukkan bahwa efisiensi inhibisi korosi pada posisi TLC mengalami peningkatan sampai pada suhu medium sebesar 45°C, selanjutnya terjadi penurunan secara konsisten mulai pada saat suhu medium 60°C. Hasil sedikit berbeda ditunjukkan dari uji korosi pada posisi BLC dimana penurunan efisiensi inhibisi korosi terjadi pada suhu medium lebih tinggi, yaitu pada 75°C. Fakta tersebut diperkirakan sebagai akibat terjadinya gangguan tahap adsorpsi molekul-molekul sikloheksilamina pada permukaan sampel kupon ketika suhu ditingkatkan sampai pada batas suhu medium tertentu. Kenaikan suhu medium pada batas

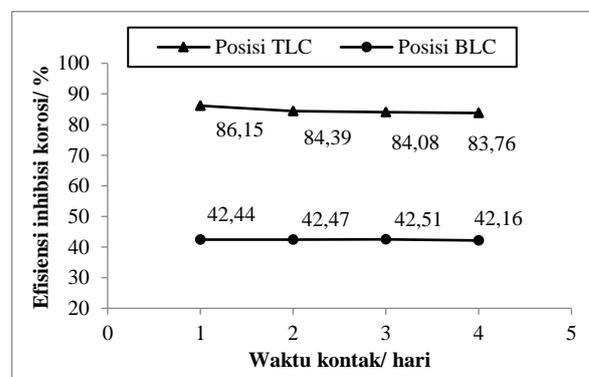
tertentu akan meningkatkan laju adsorpsi molekul-molekul inhibitor ke permukaan logam sehingga efisiensi inhibisi korosi akan meningkat. Namun pada suhu medium yang lebih tinggi, kestabilan molekul-molekul inhibitor korosi yang telah teradsorpsi pada permukaan logam akan terganggu, dan kemudian akan terdesorpsi kembali ke fase fluida. Oleh karena itu efisiensi inhibisi korosinya mengalami penurunan.

Penurunan efisiensi inhibisi korosi pada posisi BLC terjadi pada suhu medium lebih tinggi (75°C) dibandingkan pada posisi BLC (60°C). Hal tersebut menunjukkan bahwa pada permukaan kupon baja di posisi BLC tersebut, molekul-molekul sikloheksilamina (dalam fase cair) sebagai inhibitor korosi teradsorpsi dengan kondisi lebih stabil.

Hasil penelitian ini cukup berbeda dengan temuan penelitian lain. Peningkatan suhu medium umumnya akan menurunkan efisiensi inhibisi korosi dari inhibitor organik [18]. Hal tersebut terjadi karena peningkatan suhu medium akan memperlemah gaya tarik-menarik antara molekul inhibitor dengan permukaan logam [19].

### *Efisiensi Inhibisi Korosi sebagai Fungsi Waktu Kontak*

Pengaruh waktu kontak pada uji inhibisi korosi terhadap sampel kupon baja oleh sikloheksilamina dipelajari pada suhu medium limbah cair minyak bumi 90°C. Pada suhu medium tersebut, korosi berlangsung dengan laju tertinggi, sehingga kemampuan optimum inhibisi korosi dari sikloheksilamina dapat dipelajari sebagai fungsi waktu kontak uji korosi. Hubungan antara waktu kontak dengan efisiensi inhibisi korosi dari sikloheksilamina pada uji korosi ditampilkan pada **Gambar 5**.



**Gambar 5** Hubungan antara waktu kontak terhadap efisiensi inhibisi korosi kupon baja oleh inhibitor sikloheksilamina

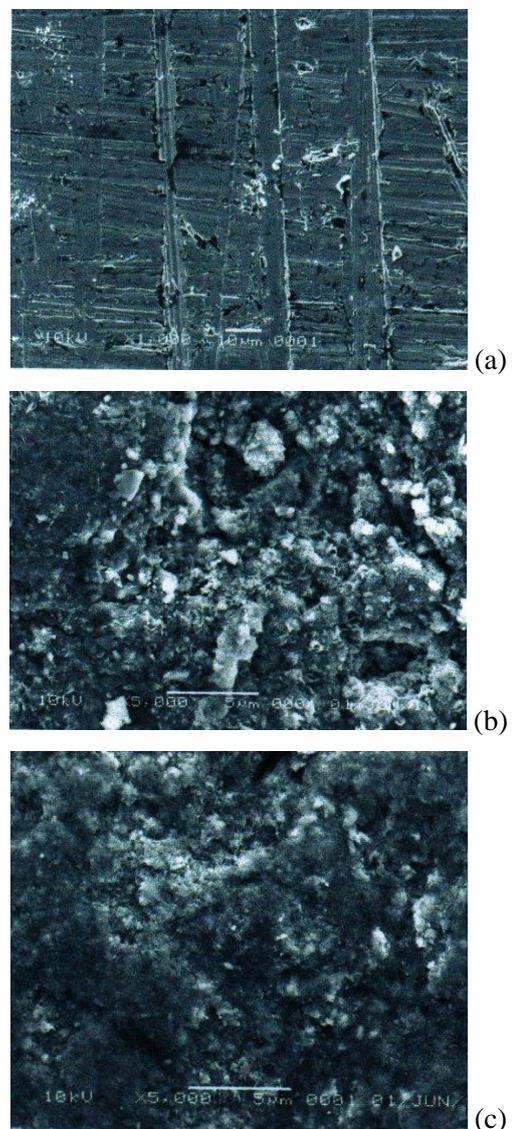
Uji inhibisi korosi berdasarkan variasi waktu kontak diperoleh kecenderungan yang sama dengan uji korosi berdasarkan suhu medium, dimana efisiensi inhibisi korosi pada posisi TLC, secara konsisten lebih tinggi dibandingkan dengan pada posisi BLC untuk semua variasi waktu kontak. Efisiensi inhibisi korosi pada posisi TLC menunjukkan konsistensi bahwa semakin lama waktu kontak antara medium dengan sampel kupon baja, efisiensi inhibisi korosi semakin menurun. Hal tersebut mengindikasikan bahwa semakin lama waktu kontak, kemampuan inhibitor sikloheksilamina dalam menginhibisi korosi pada posisi TLC semakin turun sehingga laju korosi berlangsung semakin cepat. Peningkatan waktu kontak berarti memperlama waktu kontak antara zat korosif (medium, limbah minyak bumi) dengan sampel kupon baja, sehingga meningkatkan kelarutan ion besi di dalam medium korosifnya [20]. Penurunan efisiensi inhibisi korosi seiring dengan semakin lamanya waktu kontak tersebut mengindikasikan peningkatan laju desorpsi atau lepasnya molekul-molekul sikloheksilamina dari permukaan sampel kupon baja, sehingga itu kinerja inhibisi sikloheksilamina semakin menurun. Molekul-molekul sikloheksilamina yang teradsorpsi pada permukaan sampel kupon baja di posisi TCL berfase gas. Pada suhu uji inhibisi korosi tertinggi (90°C), mobilitas molekul-molekul gas semakin meningkat [17]. Oleh karena itu, seiring semakin lamanya waktu kontak, stabilitas ikatan inter molekuler antar molekul sikloheksilamina dan dengan permukaan sampel kupon baja semakin lemah, dan akhirnya molekul-molekul sikloheksilamina tersebut terlepas kemudian berdifusi ke dalam medium cair (limbah cair minyak bumi). Efisiensi inhibisi korosi oleh inhibitor organik biasanya mengalami penurunan setelah 1 hari pengujian [21].

Kecenderungan relatif berbeda terjadi pada uji inhibisi korosi di posisi BLC. Pada posisi BLC, semakin lama waktu kontak, efisiensi inhibisi korosi semakin meningkat sampai waktu kontak selama 3 hari. Namun pada uji inhibisi korosi pada hari ke-4, efisiensi inhibisi korosi kemudian mengalami penurunan. Kecenderungan peningkatan efisiensi inhibisi korosi seiring lama waktu kontak pada posisi BLC tersebut merupakan dampak ikutan dari peristiwa peningkatan laju desorpsi molekul-molekul sikloheksilamina pada posisi TLC, kemudian diikuti berdifusinya molekul-molekul inhibitor

tersebut ke dalam medium cair limbah minyak bumi.

### **Karakteristik Sampel Kupon Baja Uji Inhibisi Korosi**

Sampel kupon baja dari pipa baja API 5L grade B setelah disiapkan, diuji inhibisi korosi (pada suhu 90°C selama 4 hari) tanpa dan dengan penambahan inhibitor sikloheksilamina selanjutnya dikarakterisasi morfologi permukaan dan komposisi unsur/senyawanya dengan SEM-EDS. Hasil karakterisasi ditampilkan pada **Gambar 6** dan **Tabel 1**.



**Gambar 6** Morfologi permukaan sampel kupon baja API 5L grade B pada uji inhibisi korosi: (a) sebelum, (b) setelah, tanpa inhibitor, (c) setelah, dengan inhibitor

**Gambar 6(a)** menunjukkan hasil SEM dari sampel kupon baja sebelum uji inhibisi. Permukaan sampel kupon baja terlihat halus dan rata (tidak terdapat tampilan aglomerasi). Namun setelah uji inhibisi korosi, terdeteksi adanya kerusakan pada permukaan sampel kupon baja akibat korosi (**Gambar 6(b)** dan **6(c)**). Hasil SEM pada **Gambar 6(b)** juga menunjukkan adanya aglomerasi material hasil korosi tidak seragam dan di beberapa bagian tampak permukaan masih tampak rata. Sedangkan pada **Gambar 6(c)**, permukaan sampel kupon baja terdapat aglomerasi yang terdistribusi secara merata. Hal tersebut mengindikasikan bahwa kerusakan sebagai akibat korosi pada sampel kupon baja tanpa penambahan inhibitor korosi sikloheksilamina, terjadi lebih intensif.

Penambahan inhibitor korosi ke dalam medium terbukti mampu menekan laju korosi. Hal tersebut ditunjukkan pada kadar besi oksida yang teranalisis dengan SEM-EDS pada **Tabel 1**. Kadar besi oksida pada sampel kupon baja setelah uji inhibisi tanpa inhibitor korosi teranalisis sebesar 78,84%, kemudian turun menjadi 67,20 setelah penambahan inhibitor korosi sikloheksilamina.

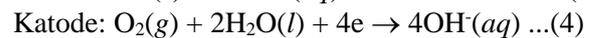
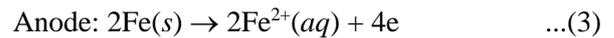
**Tabel 1** Komposisi unsur dan besi oksida dari sampel kupon baja API 5L grade B pada uji inhibisi korosi<sup>a</sup>

Unsur	Kadar (%)		
	Sebelum	Setelah	Setelah
	m	Uji <sup>b</sup>	Uji <sup>c</sup>
C	2,91	11,11	13,39
Cr	0,10	-	-
Fe	96,99	61,28	52,23
O	-	21,89	23,68
Na	-	0,70	0,38
Mg	-	0,51	2,91
Al	-	0,40	0,91
Si	-	2,07	3,54
P	-	0,32	0,49
S	-	0,17	0,35
Cl	-	0,43	0,23
K	-	0,36	0,42
Ca	-	0,75	1,45
<b>FeO</b>	-	<b>78,84</b>	<b>67,20</b>

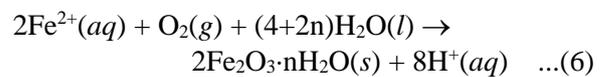
Keterangan:

- Kondisi uji: suhu 90°C selama 4 hari
- Tanpa penambahan inhibitor korosi sikloheksilamina
- Dengan penambahan inhibitor korosi sikloheksilamina

Peristiwa korosi pada sampel kupon baja terjadi melalui reaksi elektrokimia dengan perkiraan reaksi pada Persamaan (3), (4), dan (5).



Ion  $\text{Fe}^{2+}$  kemudian mengalami oksidasi lebih lanjut menjadi besi oksida terhidrasi (karat besi) menurut Persamaan (6) berikut:



## SIMPULAN

Suhu medium dan waktu kontak berpengaruh terhadap efisiensi dari sikloheksilamina dalam menginhibisi korosi pada sampel kupon baja API 5L grade B. Peningkatan suhu medium, pada awalnya meningkatkan efisiensi inhibisi korosi. Namun pada batas suhu tertentu, efisiensi inhibisi kemudian terjadi penurunan.

Uji inhibisi korosi dengan waktu kontak lebih lama akan menurunkan efisiensi inhibisi secara konsisten pada korosi di posisi TLC. Kecenderungan sebaliknya terjadi secara relatif konsisten pada korosi di posisi BLC.

## REFERENSI

- [1] BPPT (Badan Pengkajian dan Penerapan Teknologi), *Outlook Energi Indonesia 2020*, Indonesia, 2021.
- [2] S. Matar, *Chemistry of Petrochemical Processes 2nd Edition*. Gulf Publishing Co., Texas, USA, 2000.
- [3] B. Irawan, Pengaruh Perubahan Suhu Annealing Hasil Pengelasan Baja API 5L Grade B terhadap Kekerasan dan Mikrostruktur, Skripsi, Universitas Muhammadiyah Malang, 2010.
- [4] A. Y. El-Etre, M. Abdullah, Natural honey as corrosion inhibitor for metals and alloys

- C-steel in high saline water, *Corrosion Sciences*, Vol. 42, p. 731-738, 2000.
- [5] A. P. Teixeira, Reliability of pipelines with corrosion defects, *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, Vol. 85, p. 228-237, 2008.
- [6] S. Martinez, I. S. Tagljar, Correlation between the molecular structure and the corrosion inhibition efficiency of chestnut tannin in acidic solutions, *Journal of Molecular Structure*, Vol. 640, p. 167-174, 2003.
- [7] C. Verma, E. E. Ebenso, M. A. Quraisi, C. M. Hussain, "Recent developments in sustainable corrosion inhibitors: design, performance and industrial scale applications", *Materials Advances*, vol. 2, pp. 3806-3850, 2021.
- [8] L. Nurjanah, Korosi Baja Karbon API 5L Grade B dalam Larutan Asam Asetat Jenuh Karbondioksida yang Diinhibisi Sikloheksilamina dengan Variasi Waktu Perendaman dan Laju Alir, Skripsi, Universitas Padjadjaran, Bandung, 2010.
- [9] H. Kumar, T. Dhanda, Cyclohexilamine an effective corrosion inhibitor for mild steel in 0.1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: Experimental and theoretical (molecular dynamics simulation and Frontier Molecular Orbital) study, *Journal of Molecular Liquids*, Vol. 327, p. 114847, 2021.
- [10] M. A. G. Valente Jr., L. M. Goncalves, J. P. Filho, A. A. Cardoso, J. A. Rodrigues, C. S. Fugivara, A. V. Benedetti, "Corrosion protection of steel by volatile corrosion inhibitors: vapor analysis by gas-diffusion microextraction and mass loss and electrochemical impedance in NaCl deliquescence test", *Journal of Brazilian Chemical Society*, Vol. 31, No. 10, p. 2038-2048, 2020.
- [11] C. G. Dariva, A. F. Galio, "Corrosion Inhibitors – Principles, Mechanisms and Applications, Developments in Corrosion Protection: Chapter 16", INTECH, p. 365-379, 2014.
- [12] Halimatuddahlia, "Pencegahan Korosi dan Scale pada Proses Produksi Minyak Bumi", USU Digital Library, Medan, 2003.
- [13] S. Widharto, "Karat dan Pencegahannya", Penerbit Pradnya Paramita, Jakarta, 2001.
- [14] Alabama Specialty Products Incorporation (ALSPI), Corrosion Coupons and Weight Loss Analysis, <http://metalsamples.com>, 18 Agustus 2023.
- [15] R. Govindasamy, S. Ayappan, Study of corrosion inhibition properties of novel semicarbazones on mild steel in acidic solutions, *Journal of Chilean Chemical Society*, Vol. 60 No. 1, p. 2786-2798, 2015.
- [16] B. E. Brycki, I. H. Kowalczyk, A. Szulc, O. Kaczerewska, M. Pakiet, "Organic corrosion inhibitors: Corrosion inhibitors, principles and recent applications", Intech, pp. 1-33, 2018.
- [17] P. Atkins, J. de Paula, J. Keeler, *Atkins' Physical Chemistry 11th Edition*, Oxford University, New York, 2016.
- [18] N. Obi-Egbedi, I. Obot, Xanthione: A new and effective corrosion inhibitor for mild steel in sulphuric acid solution, *Arabian Journal of Chemistry*, vol. 6, p. 211-223, 2013.
- [19] M. Goyal, S. Kumar, I. Bahadur, C. Verma and E. E. Ebenso, Organic corrosion inhibitors for industrial cleaning of ferrous and non-ferrous metals in acidic solutions: A review, *Journal of Molecular Liquids*, vol. 256, p. 565-573, 2018.
- [20] A. D. Usman, A. F. Victoria, L. N. Okoro, Weight loss corrosion study of some metals in acid medium, *Journal of Advances Chemistry*, Vol. 11 No. 2, p. 3434-3440, 2016.
- [21] A. A. Al-Amiery, W. N. R. W. Isahak, W. K. Al-Azzawi, Corrosion inhibitors: natural and synthetic organic inhibitors, *Lubricants*, vol. 11, p. 1-29, 2023.

## Sintesis dan Karakterisasi Komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dari Tulang Kambing Sebagai Adsorben Ion Logam Timbal(II)

NADA SALSABILA<sup>1\*</sup>, VINA AMALIA<sup>1</sup>, DAN RIZKA FITRIYANI S.<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung

\* alamat email korespondensi: nadasalsabils13@gmail.com

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
<p><b>Kata Kunci:</b> adsorben; adsorpsi; hidroksiapatit; komposit; magnetit; timbal.</p>	<p>Hidroksiapatit (HAp) dapat digunakan sebagai adsorben dalam adsorpsi ion logam timbal(II), namun memiliki keterbatasan dalam pemisahan saat terdispersi. Untuk menyelesaikan permasalahan tersebut hidroksiapatit dapat dikompositkan dengan magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) agar dapat dipisahkan dengan mudah secara magnetis. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh dan perbedaan karakterisasi HAp dengan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebagai adsorben ion logam timbal(II). Metode kalsinasi pada suhu 1000°C selama 4 jam digunakan untuk menghasilkan hidroksiapatit (HAp) dari tulang kambing, sementara metode deposisi kimia digunakan untuk memperoleh komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hasil karakterisasi HAp dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan perbedaan yang signifikan antara lain, adanya spektrum bilangan gelombang gugus O-H hidrasi pada komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, perbedaan ukuran kristal ukuran kristal komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 255,540 nm dan HAp tunggal sebesar 226,521 nm, perbedaan persentase kristalinitas komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 59,24% dan HAp tunggal sebesar 75,40%, serta perbedaan ukuran partikel HAp berkisar 869,315 nm dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berkisar 784,308 nm. Hasil karakterisasi menggunakan SEM juga menunjukkan bahwa HAp dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki struktur granular/padat. HAp dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> kemudian diaplikasikan sebagai adsorben ion logam timbal(II), hasilnya menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 67,04 mg/g, lebih besar daripada HAp tunggal yang memiliki kapasitas adsorpsi sebesar 62,44 mg/g. Efisiensi adsorpsi yang didapat sebesar 39,17% untuk HAp dan 74,2% untuk komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hal ini menunjukkan bahwa komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki potensi kemampuan yang lebih baik dalam menyerap ion logam timbal(II) dari pada hidroksiapatit (HAp) itu sendiri.</p>
<p><b>Keywords:</b> adsorbent; adsorption; composite; hydroxyapatite; lead; magnetite.</p>	<p><i>Hydroxyapatite (HAp) can be used as an adsorbent in the adsorption of lead(II) metal ions but has limitations in separation when dispersed. To solve this problem, hydroxyapatite can be composite with magnetite (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) so that it can be separated easily magnetically. This study aims to determine the influence and differences in HAp characterization with HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites as lead(II) metal ion adsorbents. The calcination method at 1000°C for 4 hours was used to produce hydroxyapatite (HAp) from goat bones, while the chemical deposition method was used to obtain HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites. The results of HAp characterization and HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites show significant differences, among others, the presence of a hydration O-H group wavenumber spectrum in HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites, crystal size differences in HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite crystal sizes of 255.540 nm and single HAp of 226.521 nm, differences in the percentage of crystallinity of HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites of 59.24% and single HAp of 75.40% and differences in HAp particle size ranging from 869.315 nm and HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites ranging from 784.308 Nm. SEM characterization results also show that HAp and HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites have a granular/solid structure (agglomeration). HAp also the HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite was applied as a lead(II) metal ion adsorbent, the results showed that the adsorption capacity of the HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite was 67.04 mg/g, greater than the single HAp, which had an adsorption capacity of 62.44 mg/g. The adsorption efficiency obtained was of 39.17% for HAp and 74.2% for HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composites. This suggests that the HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> composite has a potentially better ability to absorb lead(II) metal ions than hydroxyapatite (HAp).</i></p>

### PENDAHULUAN

Pencemaran air limbah dengan logam berat, terutama ion logam timbal(II), merupakan masalah serius bagi lingkungan dan kesehatan

manusia. Logam berat memiliki efek berbahaya dan sulit terurai secara biologis. Ion logam timbal(II) dapat terakumulasi dalam sistem perairan alami dan masuk ke dalam tubuh manusia

serta hewan, menyebabkan dampak negatif seperti kerusakan sistem saraf dan pertumbuhan terhambat [1].

Untuk mengatasi permasalahan tersebut diperlukan suatu metode untuk mengurangi kadar logam berat khususnya ion logam timbal(II) dalam limbah. Sampai saat ini, beberapa metode telah dikembangkan untuk menangani logam berat. Seperti filtrasi, evaporasi, presipitasi, pertukaran ion dan adsorpsi [2]. Salah satu metode yang paling efektif adalah metode adsorpsi. Karena proses adsorpsi lebih ekonomis dan implementasi yang sangat mudah atau sederhana [3].

Jenis media penyerap atau yang dikenal dengan sebutan adsorben menjadi hal yang penting pada proses adsorpsi. Sehingga dalam pemilihan adsorben memerlukan berbagai pertimbangan. Mulai dari harga bahan baku, karakteristik, hingga daya serap yang dimilikinya. Seiring berkembangnya bahan untuk adsorpsi ada salah satu bahan yang menarik untuk digunakan sebagai adsorben alternatif yaitu tulang hewan yang telah diisolasi menghasilkan hidroksiapatit (HAp). Dari beberapa penelitian menunjukkan bahwa hidroksiapatit dari tulang hewan memiliki potensi yang baik sebagai adsorben logam berat.

Menurut Dellen dkk (2020) penyusun tulang kambing lebih dari 60% adalah hidroksiapatit  $[Ca_{10}(PO_4)_6(OH)_2]$  [4]. Hidroksiapatit (HAp) dapat digunakan sebagai adsorben karena memiliki pori, sifat inert, dan tahan aus. Selain itu, hidroksiapatit dapat digunakan sebagai penukar ion yang mampu menurunkan kadar beberapa logam dalam larutan salah satunya adalah ion logam timbal(II) [5]. Salah satu penelitian yang dilakukan A.Vahdat dkk (2019) menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi HAp untuk ion logam timbal(II) bisa mencapai 105,26 mg/g [6]. Pada penelitian Gogoi dkk (2012) didapatkan bahwa hidroksiapatit kelarutan yang rendah dalam air serta memiliki stabilitas yang tinggi dalam lingkungan akuatik, menjadikannya bahan yang cocok untuk pemulihan ion logam dalam air [7].

Namun, pengaplikasian hidroksiapatit tunggal sebagai adsorben sering tersuspensi dan sulit dipisahkan dari larutannya. Oleh karena itu, diperlukan material yang dapat mengatasi kekurangan dari hidroksiapatit tersebut. Inovasi pengkompositan hidroksiapatit dinilai dapat menjadi solusi. Salah satunya ialah dengan magnetit ( $Fe_3O_4$ ). Magnetit yang dikompositkan dengan hidroksiapatit (HAp) dapat membantu

agar hidroksiapatit yang tersuspensi dapat dipisahkan secara magnetis.

Pada penelitian ini dilakukan pemanfaatan tulang kambing dalam bentuk hidroksiapatit yang dikompositkan dengan magnetit ( $Fe_3O_4$ ) sebagai adsorben ion logam timbal(II) serta menganalisis perbedaan karakteristik antara hidroksiapatit tunggal dan komposit HAp/ $Fe_3O_4$  menggunakan berbagai teknik analisis seperti *Scanning Electron Microscopy* (SEM), *energy dispersive spectroscopy* (EDX), *fourier transform infra red* (FTIR), dan *x-ray diffraction* (XRD). Pada proses adsorpsi, konsentrasi ion logam timbal(II) dalam larutan diukur menggunakan *atomic absorption spectrometer* (AAS) untuk menentukan kapasitas adsorpsi dari materi adsorben yang digunakan.

Dengan menggunakan pendekatan ini, penelitian ini bertujuan untuk mengembangkan solusi untuk mengurangi pencemaran ion logam timbal(II) dalam air limbah menggunakan komposit HAp/ $Fe_3O_4$  sebagai adsorben yang efektif.

## EKSPERIMEN

Penelitian ini dilakukan dengan empat tahapan, yaitu: (1) isolasi hidroksiapatit dari tulang kambing, (2) sintesis komposit HAp/ $Fe_3O_4$  dengan metode deposisi kimia, (3) uji adsorpsi dengan ion logam timbal(II), dan (4) karakterisasi hidroksiapatit serta komposit HAp/ $Fe_3O_4$ .

### Material

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah tulang kambing,  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$  (14.5713 gram, Merck<sup>®</sup>),  $FeSO_4 \cdot 7H_2O$  (7.4948 gram, Puduk), NaOH (25.0459 gram, Lobal Chemie),  $HNO_3$  (2 mL, Teknis),  $Pb(NO_3)_2$  (0,799 gram, Puduk), larutan induk timbal(II) 1000 ppm (Merck<sup>®</sup>), aqua dm, aquadest, dan kertas saring.

### Instrumentasi

Instrumentasi yang digunakan meliputi *atomic absorption spectrophotometer* (AAS) (Agient Technologies 200 series AA, 240FS-AA), *fourier transform infrared spectroscopy* (FTIR) (Thermo Scientific BDM1910155), *scanning electron microscope energy dispersive x-ray spectroscopy* (SEM-EDX) (SEM Hitachi SU3500, Japan) dan *x-ray diffraction* (XRD) (Bruker D2 Phaser).

### Prosedur

### Isolasi Hidroksiapatit

Sampel tulang kambing dipotong kecil-kecil, dipisahkan dari sisa daging yang melekat dan dicuci bersih dengan detergen lalu dibilas beberapa kali dengan aquades. Setelah itu dikeringkan dengan suhu 110°C sampai kering dan hilang baunya.

Sampel tulang kambing yang telah dikeringkan kemudian dimasukkan ke dalam cawan krusibel 200 mL, selanjutnya dikalsinasi di dalam *furnace* dengan suhu kalsinasi 1000°C selama 240 menit atau 4 jam. Setelah itu didinginkan dalam desikator dan digerus serta diayak hingga diperoleh serbuk adsorben dengan ukuran  $\leq 149 \mu\text{m}$  atau 100 mesh [8].

### Sintesis Komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Komposit dibuat dengan mencampurkan hidroksiapatit 21,6296 gram (0,0215 mol) dengan 300 mL larutan garam besi yang terdiri atas 11,37017 gram (0,0421 mol) FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dan 5,82634 gram (0,021 mol) FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O. Hidroksiapatit ditambahkan ke dalam campuran tersebut pada suhu 80°C dan diaduk selama 10 menit. Kemudian campuran larutan Fe dan hidroksiapatit (HAp) dimasukkan kedalam larutan NaOH (20,0048 gram, 300 mL aqua dm) dalam suhu 100°C sambil diaduk selama 180 menit atau 3 jam, sehingga diperoleh secara sempurna komposit endapan berwarna hitam. Komposit yang terbentuk dicuci dan dinetralkan dengan aqua dm hingga pH sama dengan pH air untuk membilas, lalu dikeringkan di dalam oven pada suhu 70°C selama 10 jam.

### Uji Adsorpsi

Sebanyak masing-masing 0,05 gram HAp dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dikontakkan dengan 50 mL larutan ion timbal(II) dengan konsentrasi 20 ppm; 40 ppm; 60 ppm; 80 ppm; 100 ppm; 120 ppm dan 140 ppm dengan menggunakan *shaker* selama 50 menit dalam suhu ruang yaitu 28°C. Larutan tersebut disaring dan filtrat diuji menggunakan AAS dengan panjang gelombang maksimal 283 nm untuk mengetahui konsentrasi ion timbal(II) yang teradsorpsi. Persen ion yang teradsorpsi oleh HAp dan komposisinya dapat dihitung menggunakan persamaan (1) dan (2) untuk mendapatkan nilai kapasitas dan efisiensi adsorpsinya [6].

$$R(\%) = \left( \frac{C_1 - C_2}{C_1} \right) \times 100\%$$

(1)

$$q_e = \left( \frac{C_1 - C_2}{w} \right) \times V \quad (2)$$

dengan,

$q_e$  : Kapasitas adsorpsi (mg/g)

$R(\%)$  : Efisiensi adsorpsi (ppm)

$C_1$  : Konsentrasi awal logam (ppm)

$C_2$  : Konsentrasi logam setelah diadsorpsi (ppm)

$W$  : Massa adsorben (g)

$V$  : Volume adsorbat (L)

### Karakterisasi

Karakterisasi yang dilakukan meliputi karakterisasi analisis gugus fungsi menggunakan FTIR, analisis morfologi dengan menggunakan SEM, identifikasi komposisi unsur Ca/P dengan menggunakan SEM-EDX, dan analisis fasa, kristal serta komposisi senyawa dengan XRD.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Isolasi Hidroksiapatit

Limbah tulang kambing yang digunakan dalam penelitian ini adalah limbah tulang kambing bagian paha (balung). Bagian tulang paha (balung) merupakan bentuk tulang yang paling padat sehingga kandungan mineral yang terdapat didalamnya akan cenderung lebih banyak dan lebih murni dibandingkan dengan bagian tulang lainnya.

Pada proses isolasi hidroksiapatit (HAp), diawali dengan tulang dibersihkan dari sum-sum, daging dan lemak yang masih menempel pada tulang dengan direndam oleh detergen kemudian dibilas dengan aquades. Fungsi dari perendaman untuk menghilangkan minyak dan bau pada tulang, karena pada proses ini terjadi reaksi saponifikasi dimana adanya lemak yang terhidrolisis oleh basa [9].

Jika dilihat pada **Gambar 1**, tulang kambing sebelum dikalsinasi berwarna kekuningan, hal ini menandakan bahwa tulang tersebut masih terkandung material organik. Setelah melalui proses pemotongan, pencucian dan pengeringan, tulang kambing kemudian dikalsinasi di dalam furnace selama 4 jam dengan suhu 1000°C. Panas pada kalsinasi diperlukan untuk memutus ikatan kimia karena ikatan kimia akan menjadi renggang dan pada suhu tertentu dimana atom-atom yang berikatan akan bergerak bebas sehingga akan terjadi terputusnya ikatan kimia [10]. Berat tulang kambing sebelum dan sesudah kalsinasi dapat dilihat pada **Tabel 1**.



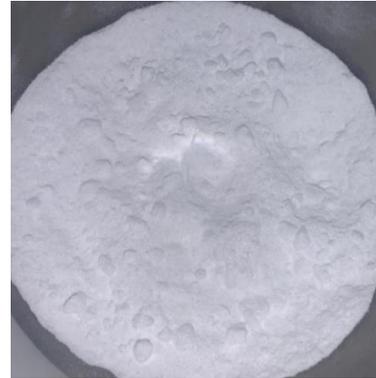
**Gambar 1** Tulang kambing setelah dipotong, dibersihkan dan dikeringkan.

**Tabel 1** Berat tulang kambing sebelum dan sesudah kalsinasi.

Suhu Kalsinasi (°C)	Berat Tulang Sebelum Kalsinasi (gram)	Berat Tulang Sesudah Kalsinasi (gram)	Massa yang hilang (gram)	Rendemen (%)
1000	310,73	126,28	184,45	59.36

Tulang Kambing yang telah dikalsinasi mengalami penyusutan massa dan perubahan warna. Penyusutan massa yang terjadi menunjukkan adanya pelepasan unsur pengisi seperti gas CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, dan bahan organik yang terdapat dalam tulang kambing. Sedangkan perubahan warna yang terjadi disebabkan karena perubahan komposisi unsur pengisi pada saat proses kalsinasi berlangsung. Tulang kambing yang dihasilkan pada kalsinasi suhu 1000°C adalah putih terang. Warna putih terang ini terjadi karena pada kalsinasi suhu 1000°C tulang kambing mulai terdekomposisi menjadi fasa Hidroksiapatit (HAp). Tulang kambing hasil kalsinasi kemudian digerus dan diayak

menggunakan ayakan berukuran 100 mesh. Tujuan dilakukan pengayakan untuk memperoleh ukuran partikel yang lebih kecil dan homogen sehingga luas permukaannya semakin besar pada saat adsorpsi nanti.



**Gambar 2** Tulang kambing hasil kalsinasi proses penggerusan dan pengayakan.

#### Sintesis Komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>

Dalam sintesis komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> digunakan metode deposisi kimia, hal ini karena metode yang digunakan termasuk metode yang sederhana juga proses pengikatan terjadi pada saat garam besi berupa larutan sehingga lebih mudah terikat (secara fisik) pada hidroksiapatit [6]. Pengkompositan HAp dengan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dilakukan dengan perbandingan mol masing-masing 1:1 dikarenakan hasil yang akan didapat akan memiliki momen magnet yang tinggi [11].

Komposit dibuat dengan mencampurkan hidroksiapatit dengan larutan besi yang terdiri atas FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O sebagai sumber Fe<sup>3+</sup> dan FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O sebagai sumber Fe<sup>2+</sup>. FeCl<sub>3</sub>.6H<sub>2</sub>O dipilih sebagai sumber Fe<sup>3+</sup> dan FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O sebagai sumber Fe<sup>2+</sup> karena keduanya mudah larut dalam air. Selain itu, larutan FeCl<sub>3</sub> dan FeSO<sub>4</sub> merupakan larutan elektrolit kuat, dimana zat terlarut dapat larut dengan sempurna membentuk ion-ion sehingga reaksi pembentukan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dapat berlangsung dengan baik.

Hidroksiapatit (HAp) ditambahkan ke dalam campuran tersebut pada suhu 80°C dan diaduk selama 10 menit dihasilkan larutan berwarna jingga kecoklatan. Kemudian campuran larutan besi dan hidroksiapatit (HAp) dimasukan kedalam larutan NaOH sebagai prekursor pengendap dalam suhu 100°C sambil diaduk selama 180 menit atau 3 jam. Pada saat memasukan campuran larutan besi dan HAp kedalam NaOH dihasilkan secara spontan endapan

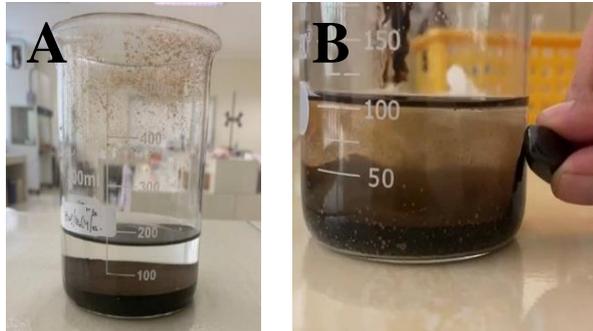
berwarna hitam yang menandakan bahwa magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) sudah terbentuk.

Suhu berpengaruh sangat penting dalam pembuatan komposit. Pembuatan dengan suhu  $100^\circ\text{C}$  akan mempercepat reaksi dalam pembentukan magnetit, dimana akan terbentuk endapan hitam secara spontan. Suhu yang lebih tinggi memberikan energi kinetik yang cukup untuk melampaui ambang energi aktivasi dan mempercepat laju reaksi [12].

Reaksi yang menggambarkan pembentukan magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) dengan metode deposisi dituliskan sebagai:



Terbentuknya komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  secara kualitatif dicirikan dengan partikel berwarna hitam yang dapat berinteraksi dengan medan magnet seperti yang terlihat pada **Gambar 3**. Endapan komposit berwarna hitam ini memiliki sifat tidak larut dalam air dan juga dapat tertarik jika didekatkan dengan medan magnet eksternal. Hal ini menunjukkan bahwa endapan berwarna hitam yang dihasilkan dalam penelitian ini mengandung magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ).



**Gambar 3** Tulang kambing hasil kalsinasi proses penggerusan dan pengayakan.

Endapan komposit yang didapat setelah dipisahkan dengan penyaringan, kemudian dilakukan pencucian dengan aqua dm untuk menghilangkan pengotor berupa ion  $\text{Cl}^-$  dan  $\text{SO}_4^{2-}$ . Pencucian untuk menghilangkan ion  $\text{Cl}^-$  dan  $\text{SO}_4^{2-}$  hanya perlu menggunakan aqua dm atau air. Selain itu pencucian juga berfungsi untuk menetralkan pH agar sama dengan air pencucinya yaitu 6-7.

Endapan komposit setelah pencucian dikeringkan dalam oven dengan suhu  $70^\circ\text{C}$  selama 10 jam. Pengeringan dengan suhu tidak lebih dari  $100^\circ\text{C}$  bertujuan untuk menjaga sifat dari keferomagnetitan komposit karena pada rentang suhu  $100-600^\circ\text{C}$  kemungkinan terjadinya oksidasi atau perubahan fasa kristal dari magnetit menjadi

hematit, yang merupakan bentuk yang kurang magnetis atau bahkan tidak magnetis sama sekali [13]. Rendemen hasil akhir dari komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang dapat sebesar 98,72%. Hasil akhir komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dilihat pada **Gambar 4**.



**Gambar 4** Hasil akhir komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

#### **Karakterisasi HAp dan Komposit $\text{Fe}_3\text{O}_4$**

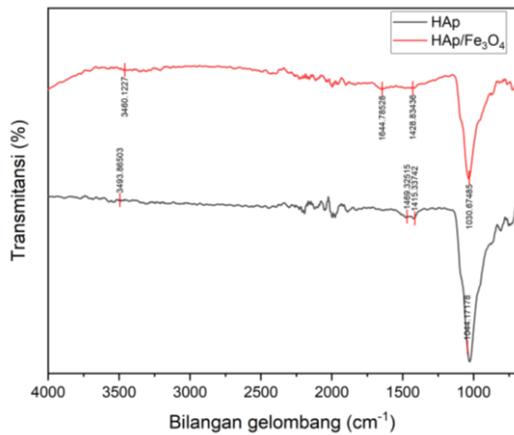
Hidroksiapatit (HAp) dan komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah diperoleh selanjutnya dilakukan karakterisasi agar dapat mengetahui informasi lebih lanjut terkait komposit yang dibuat.

#### **Karakterisasi FTIR**

Keberhasilan isolasi hidroksiapatit dan sintesis komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  pada penelitian ini dapat ditinjau dengan menggunakan spektrum *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). FTIR berfungsi mengidentifikasi gugus fungsi dalam sampel. Analisis FTIR dari HAp yang dihasilkan dari tulang kambing dan komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ditunjukkan pada **Gambar 5**.

Dalam analisis FTIR komposit HAp dan HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , menunjukkan pita serapan O-H dari gugus  $\text{OH}^-$  (hidroksil), gugus  $\text{PO}_4^{3-}$  (posfat) ditunjukkan oleh adanya vibrasi P-O, dan gugus  $\text{CO}_3^{2-}$ . Munculnya pita serapan gugus OH dan  $\text{PO}_4^{3-}$  menunjukkan bahwa telah terbentuk kristal hidroksiapatit. Untuk perbedaan dari spektrum gelombang HAp dan HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  ditandai dengan terdapatnya gugus O-H hidrasi dengan vibrasi H-O-H terdeteksi pada bilangan gelombang  $1644,78\text{ cm}^{-1}$  untuk HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Gugus O-H hidrasi atau O-H tekuk ini didapatkan karena dalam pembuatan komposit dilibatkan medium air hal ini merupakan salah satu penyebab hadirnya gugus O-H hidrasi pada komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Data

selengkapnya mengenai data gelombang dapat dilihat melalui **Tabel 2**.



**Gambar 5** Spektrum FTIR dari HAp hasil kalsinasi dan HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> hasil sintesis.

Bilangan gelombang pada masing-masing gugus fungsi hidroksiapatit (HAp) mengalami pergeseran pada komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Hal ini menunjukkan pada spektra FTIR bahwa pengkompositan terjadi interaksi antara magnetit dan hidroksiapatit. Pada semestinya gugus Fe-O akan terdeteksi pada komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, namun pada nyatanya pada sampel komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang disintesis tidak terdeteksi oleh FTIR hal ini bisa terjadi karena, instrumen FTIR memiliki resolusi yang terbatas, terutama dalam rentang frekuensi yang lebih rendah. Gugus Fe-O pada Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki frekuensi getaran yang lebih rendah, dan jika resolusi instrumen tidak cukup tinggi, maka puncak-puncak terkait gugus Fe-O mungkin tidak dapat terpisahkan atau tidak terbaca secara jelas dalam spektrum FTIR

**Tabel 2** Spektrum hasil FTIR hidroksiapatit dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Dugaan Gugus Fungsi	Bilangan Gelombang Referensi (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang pada HAp (cm <sup>-1</sup> )	Bilangan Gelombang pada HAp/Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> (cm <sup>-1</sup> )
PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup>	630 dan 1000-1150	1044,17	1030,674
O-H	3400-3500	3493,86	3460,12
CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	1400-1700	1415,34 dan 1469,32	1428,83
H-O-H	1600-1650	-	1644,78
Fe-O	400-500	-	-

### Karakterisasi XRD

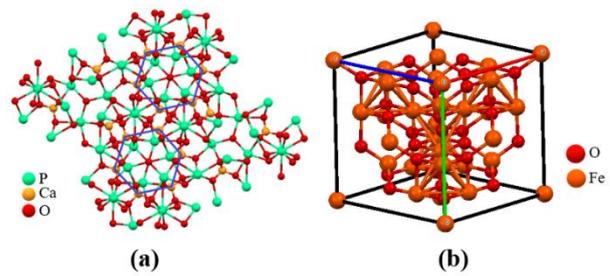
Tujuan dari pengujian XRD yaitu untuk menentukan atau memastikan suatu senyawa anorganik serta struktur kristalnya, penentuannya berdasarkan dari material yang akan dibandingkan nilai 2θ hasil pengujian dengan nilai literatur standar. Pada penelitian ini digunakan standar literatur untuk fasa HAp adalah ICSD 01-084-1998 sedangkan untuk fasa Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> adalah ICSD 00-001-1111. Analisis XRD ini dilakukan pada adsorben HAp dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Untuk spektrum hasil analisis XRD dapat dilihat pada **Gambar 6**.

Berdasarkan identifikasi dari pencocokan data diperoleh puncak-puncak difraksi pada sudut 2θ. Pola difraksi yang terbentuk untuk intensitas maksimum yang mewakili hidroksiapatit (HAp) adalah pada sudut 2θ = 31,90° yang sesuai dengan indeks miller (121). Dari difraktogram tersebut dapat dinyatakan bahwa benar hidroksiapatit (HAp) yang terbentuk. Sedangkan Pola difraksi yang terbentuk untuk intensitas maksimum yang mewakili Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> adalah pada sudut 2θ = 35,51° yang sesuai dengan indeks miller (311). Hal tersebut menandakan bahwa komposit yang telah disintesis pada percobaan tersebut merupakan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>. Data dari persamaan puncak adsorben dengan standarnya dapat dilihat pada **Tabel 3**.

**Tabel 3** Spektrum puncak 2θ HAp dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

Mineral	Puncak Khas 2θ Standar (°)	Puncak 2θ (°)	Indeks Miller	Intesitas (%)
Hidroksiapatit (HAp)	10,84	10,85	100	17,1
	26,90	26,96	002	36
	31,79	31,90	121	100
	32,21	32,21	112	53,3
	33,01	32,92	300	61,5
	39,82	39,82	310	21,5
	46,73	46,73	222	28,3
	49,52	49,62	123	31,1
	Magnetit (Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> )	30,10	30,10	220
35,41		35,51	311	100
62,73		63,00	440	34,1

Pada analisis data XRD ini pun menghasilkan 2 fasa. Fasa 1 terbentuk fase hidroksiapatit dengan grup ruang P63/m dengan sistem kristal heksagonal, sel satuan sebesar  $a = b = 9,417 \text{ \AA}$  dan  $c$  sebesar  $6,609 \text{ \AA}$ . Pada fasa 2 telah berhasil terbentuk fase magnetit dengan grup ruang Fd-3m dengan sistem kristal kubik yang memiliki nilai sel satuan sebesar  $a = b = c = 8,339 \text{ \AA}$ . Struktur kristal dari HAp juga  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dilihat pada **Gambar 7**.



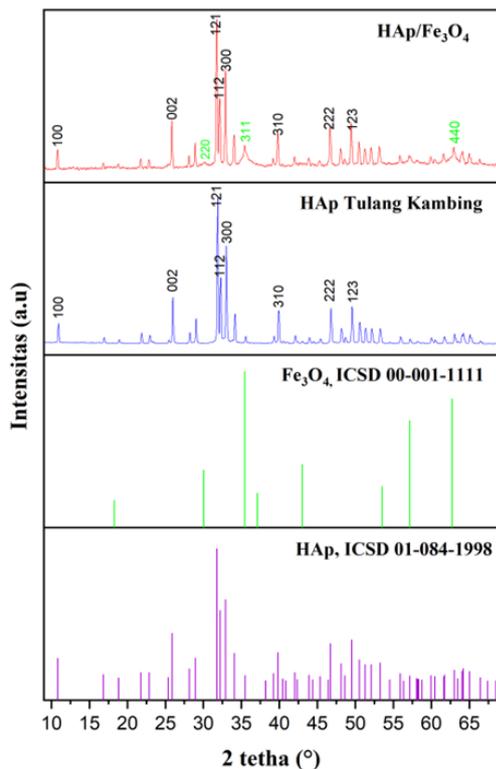
**Gambar 7** Struktur kristal (a) hidroksiapatit dan (b) magnetit.

### Karakterisasi SEM

Analisis SEM dilakukan dengan pengambilan gambar morfologi permukaan sampel yang telah dilapisi oleh unsur emas. Pelapisan dengan unsur emas dilakukan sebagai syarat analisis untuk memberikan konduktivitas pada permukaan sampel yang disinari elektron. Pengambilan gambar dilakukan dengan perbesaran 3000x dan 10.000x dengan tegangan 7 kV dan dengan ukuran skala partikel  $10 \mu\text{m}$  atau  $10.000 \text{ nm}$ . Hasil foto morfologi permukaan hidroksiapatit dan komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dapat dilihat pada **Gambar 8**.

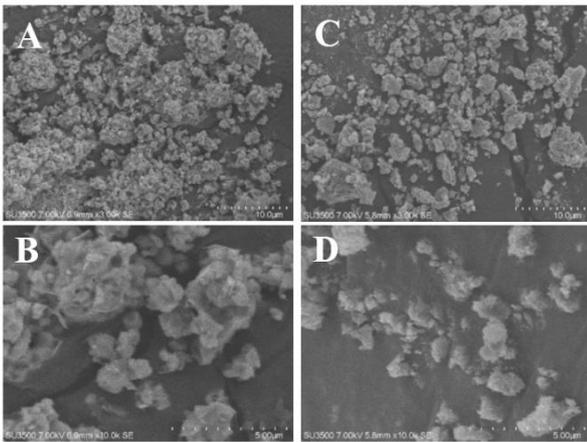
Morfologi permukaan pada **Gambar 8 (a) dan (b)** menunjukkan bahwa hidroksiapatit (HAp) dan komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang telah disintesis tidak terlihat perbedaan yang terlalu signifikan, keduanya tampak tersusun oleh bentuk granular/padat (aglomerasi) dari partikel dengan diameter HAp berkisar  $869,315 \text{ nm}$  dan HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  berkisar  $784,308 \text{ nm}$  dengan polidispersitas masing-masing sebesar 0,26% untuk HAp dan 0,21% untuk komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Polidispersitas mengukur seberapa heterogen atau homogen distribusi tersebut. Jika presentase polidispersitas kurang dari 0,5% maka semakin seragam distribusi ukuran partikelnya [15]. Dalam penelitian ini, polidispersitas sebesar 0,26% dan 0,21% menunjukkan bahwa partikel-partikel dalam sampel memiliki ukuran cenderung homogen atau serupa. Distribusi ukuran yang sangat seragam seperti ini sering diinginkan dalam banyak aplikasi, karena memungkinkan kontrol yang lebih baik terhadap sifat dan kinerja material.



**Gambar 6** Spektrum XRD dari HAp dan HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .

Selain menganalisis hasil dari kelimpahan senyawa dengan sudut difraksi  $2\theta$  dan struktur kristal, pada XRD dianalisis juga ukuran kristal serta persen kristalinitasnya. Pada penelitian ini didapatkan ukuran kristal dan persentase kristalinitas. Ukuran kristal komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  yang didapat sebesar  $255,540 \text{ nm}$  dan HAp tunggal sebesar  $226,521 \text{ nm}$ , serta persentase kristalinitas komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  sebesar 59,24% dan HAp tunggal sebesar 75,40%. Dari hasil yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa ukuran kristal dari HAp lebih kecil dari komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$  dan persentase kristalinitas HAp lebih besar dari komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ . Semakin besar persentase kristalinitas, maka semakin tinggi proporsi kristal dengan struktur teratur dalam sampel [14]. Maka proposi kristal teratur dalam HAp lebih besar dari komposit HAp/ $\text{Fe}_3\text{O}_4$ .



**Gambar 8** Hasil karakterisasi SEM (a) hidroksiapatit perbesaran 3000x, (b) hidroksiapatit perbesaran 10.000x, (c) HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> perbesaran 3000x, (d) HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> perbesaran 10.000x.

Partikel komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> cenderung lebih kecil daripada partikel HAp tunggal karena penambahan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ke dalam matriks HAp dapat mempengaruhi pertumbuhan dan pembentukan partikel. Interaksi antara Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan HAp pada suhu tinggi dapat mengganggu pertumbuhan kristal HAp yang normal dan menyebabkan partikel yang lebih kecil terbentuk. Penambahan Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> juga dapat mempengaruhi distribusi ukuran partikel dalam sistem. Interaksi antara Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan HAp dapat menyebabkan dispersi partikel yang lebih baik dan homogen, yang pada gilirannya dapat menghasilkan partikel yang lebih kecil secara keseluruhan.

#### Karakterisasi SEM-EDX

Selain identifikasi morfologi, dilakukan juga identifikasi kandungan mineral pada hidroksiapatit (HAp) dari tulang kambing. SEM yang dilengkapi dengan *Energy Dispersive X-ray* (EDX) dapat mengidentifikasi komposisi unsur-unsur yang terkandung pada hidroksiapatit (HAp) dari tulang kambing ini dengan berupa spektrum dan persen berat unsur.

Dari hasil identifikasi dengan EDX pada **Tabel 4** menunjukkan komposisi berat unsur yang terdapat di dalam adsorben dari tulang kambing sebagai berikut :

**Tabel 4** Perolehan massa dan mol hasil analisis SEM-EDX pada HAp.

Unsur	Massa (%)	mol
O	41,03	2.564
P	18,18	0,5864
Ca	40,84	1,021

Oksigen (O) 41,03%, Posfor (P) 18,18%, dan Kalsium (Ca) 40,48%. Komposisi unsur yang teridentifikasi dari hasil karakterisasi EDX menunjukkan unsur-unsur pembentuk senyawa hidroksiapatit. Hasil uji EDX menunjukkan rasio perbandingan Ca/P sebesar 1,74. Perbandingan rasio Ca/P ini merupakan perbandingan mol stoikiometri antara atom kalsium (Ca) dan posfor (P) dalam struktur kristal hidroksiapatit.

Rasio Ca/P yang dihasilkan pada penelitian ini mendekati hasil rasio Ca/P standar yaitu 1,67 yang mendandakan senyawa yang terbentuk adalah hidroksiapatit [16]. Rasio Ca/P (kalsium/fosfor) yang lebih besar dari 1,67 pada hidroksiapatit menandakan adanya kelebihan kalsium (Ca) dibandingkan dengan fosfor (P) dalam struktur kristal hidroksiapatit. Hal tersebut dapat terjadi disebabkan komposisi kalsium (Ca) pada tulang kambing lebih banyak dalam bentuk lain dan adanya beberapa senyawa yang sudah menjadi trikalsium fosfat (TCP) pada saat proses kalsinasi berlangsung [17].

#### Uji Adsorpsi Terhadap Ion Logam Timbal(II)

Uji adsorpsi dilakukan dengan memasukan adsorben hidroksiapatit (HAp) dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> ke dalam larutan ion logam timbal(II). Setelah dilakukan proses adsorpsi, hasil larutan dengan adsorbennya dipisahkan kemudian dilakukan pengujian dengan AAS pada filtratnya untuk menentukan konsentrasi ion logam timbal(II) yang diserap oleh masing-masing adsorben. Parameter yang digunakan untuk menentukan kandungan jumlah ion logam timbal(II) yang teradsorpsi ialah variasi konsentrasi larutan ion logam timbal(II) yaitu 20-140 ppm dengan volume larutan 50 mL dan masa adsorben yang digunakan adalah 0,05 gram [6].

Proses adsorpsi dilakukan dengan sistem *batch* dengan menggunakan alat *shaker* yang berfungsi untuk mengaduk adsorben dan adsorbat dengan waktu interaksi 50 menit dan kecepatan pengadukan 200 rpm. Proses adsorpsi dilakukan pada suhu ruang yaitu 28°C. Dengan demikian

data penyerapan ion logam timbal(II) pada hidroksiapatit dapat dilihat pada **Gambar 9**.

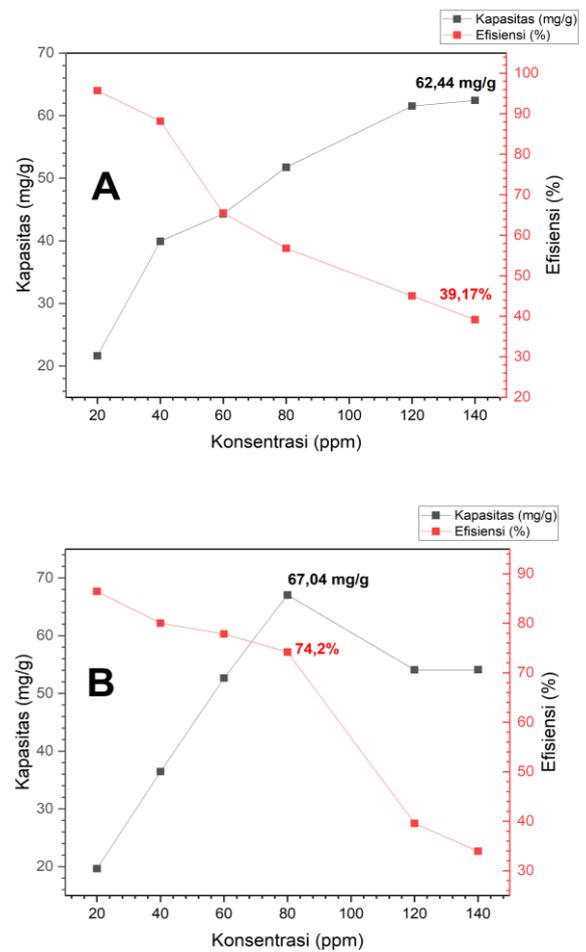
Dari **Gambar 9** dapat dilihat bahwa kapasitas adsorpsi konsentrasi 20-140 ppm semakin meningkat seiring bertambahnya konsentrasi ion logam timbal(II). Semakin besar konsentrasi ion logam timbal(II) dalam air maka semakin besar pula kapasitas penyerapan ion logam timbal(II) oleh adsorben. **Grafik A** menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi maksimal pada adsorben HAp adalah 62,44 mg/g dan masih terus meningkat pada konsentrasi 140 ppm. Hal ini menunjukkan bahwa adsorben masih dapat menyerap ion logam timbal(II) pada konsentrasi lebih besar.

**Grafik B** menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi dengan adsorben komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> pada konsentrasi 20-140 ppm semakin meningkat yaitu 19.65-67.04 mg/g namun pada konsentrasi 120 ppm menurun kembali menjadi 54.08 mg/g yang mana seharusnya grafik linear konstan. Hal tersebut menunjukkan bahwa adsorben HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> belum mencapai titik optimum penyerapan ion logam timbal(II). Penurunan ini terjadi karena pada konsentrasi tersebut jumlah ion logam dalam larutan sudah tidak sebanding dengan jumlah partikel adsorben yang tersedia. Sehingga permukaan adsorben telah mencapai titik jenuh dan dimungkinkan akan terjadi proses desorpsi atau pelepasan kembali antara adsorben dengan adsorbat. Kemungkinan hal ini juga dapat terjadi dikarenakan kondisi dari penyerapan atau proses adsorpsi yang dilakukan kurang optimum [18].

Pada **Gambar 9** dapat dilihat juga bahwa efisiensi adsorpsi semakin menurun, hal ini disebabkan oleh adsorben yang sudah jenuh. Ketika konsentrasi adsorbat meningkat dan mencapai atau melebihi kapasitas adsorpsi maksimum maka adsorben akan menjadi jenuh. Pada saat itu, efisiensi adsorpsi akan menurun karena tidak ada lagi adsorben yang tersedia untuk menangkap lebih banyak molekul adsorbat.

Data dari kapasitas adsorpsi maksimum yang didapat didukung oleh efisiensi adsorpsi yang dihasilkan. Efisiensi pada kapasitas maksimum proses adsorpsi ion logam timbal(II) menggunakan adsorben HAp mencapai 39,17% sedangkan efisiensi penggunaan adsorben HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mencapai 74,2% yang artinya bahwa adsorben HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> lebih banyak menyerap ion logam timbal(II) ketimbang dengan HAp itu sendiri.

**Gambar 9** Kurva variasi konsentrasi terhadap



kapasitas dan efisiensi adsorpsi oleh (a) HAp dan (b) komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>.

## SIMPULAN

Perbedaan karakteristik dari hidroksiapatit (HAp) tunggal dengan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> menunjukkan perbedaan yang signifikan antara lain, adanya spektrum bilangan gelombang gugus O-H hidrasi pada komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, perbedaan ukuran kristal komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 255,540 nm dan HAp tunggal sebesar 226,521 nm, perbedaan persentase kristalinitas komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> sebesar 59,24% dan HAp tunggal sebesar 75,40% dan perbedaan ukuran partikel HAp berkisar 869,315 nm dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> berkisar 784,308 nm. Hasil karakterisasi menggunakan SEM juga menunjukkan bahwa HAp dan komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> memiliki struktur granular/padat.

Kapasitas adsorpsi komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> yang berasal dari tulang kambing terhadap ion logam timbal (II) adalah 67,04 mg/g yang mana lebih besar dari HAp itu sendiri yang kapasitasnya sebesar 62,44 mg/g dengan efisiensi sebesar

74,2% untuk komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> dan 39,17% untuk HAp tunggal, menandakan bahwa komposit HAp/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> mempunyai potensi kemampuan yang lebih baik untuk penyerapan ion logam timbal(II) dari HAp itu sendiri.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terimakasih kepada Ibu Vina Amalia, S.Pd., M.Si. dan Ibu Rizka Fitriyani S., S.Pd., M.Si. selaku dosen pembimbing. Terima kasih atas bimbingannya, kritik, saran, motivasi dan selalu meluangkan waktunya disela kesibukan dalam mendukung penelitian ini.

## REFERENSI

- [1] S. Manahan, "Environment Chemistry," Michigan, Jewis Publisher, 1990, pp. 17-18.
- [2] N. Idaman Said, "Metodda Penghilangan Logam Berat (As, Cd, Cr, Ag, Cu,Pb, Ni dan Zn) Di Dalam Air Limbah Industri," *Jurnal Air Indonesia*, vol. 6, no. doi.org/10.29122/jai.v6i2.2464, pp. 136-148, 2010.
- [3] M. Kandah dan L. Meunier, "Removal of nickel ions from water by multi-walled carbon nanotubes," *Journal of Hazardous Materials*, vol. 146, no. 1-2, pp. 283-288, 2007.
- [4] Y. Erwanto, N. E. Suryanto dan D. Matullessy, "Ekstraksi dan Karakterisasi Gelatin Tulang Kambing Kacang Menggunakan Neutrase," *Arginimal*, vol. 8, no. 1, pp. 24-32, 2020.
- [5] D. Wahl dan J. Czernuszka, "Collagen-Hydroxyapatite Composites," *European Cell*, vol. 11, no. doi: 10.22203/eCM.v011a06, pp. 43-56, 2006.
- [6] A. Vahdat, B. Ghasemi dan M. Yousefpour, "Synthesis of hydroxyapatite and hydroxyapatite/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> nanocomposite for removal of heavy metals," *Environmental Nanotechnology, Monitoring & Management*, no. 12, pp. 2215-1532, 2019.
- [7] D. Gogoi, A. Shanmugamani, S. Rao, T. Kumar dan P. Sinha, "Studies on removal of cobalt from an alkaline waste using synthetic calcium hydroxyapatite," *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, p. 337-344, 2012.
- [8] V. Amalia, E. P. Hadisantoso, D. Hidayat, R. F. Diba, M. F. Dermawan dan S. W. Tsaniyah, "Isolasi dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Limbah Tulang Hewan," *Alchemy Journal of Chemistry*, vol. 5, no. 4, pp. 115-119, 2017.
- [9] Supriatma, A. Afuwu, E. Katarina dan S. I. Luthfi, "REAKSI SAPONIFIKASI," *Praktikum Reaksi Senyawa Organik, Universitas Tanjungpura*.
- [10] Choudhary, R, Goyal, M dan Gupta, R, "Calcination: A method for upgrading of minerals and biomass as an energy resource," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 72, pp. 745-758, 2017.
- [11] U. Khasanah, "Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit Dari Cangkang Telur Ayam Serta Komposit Hidroksiapatit-PEG-Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>," *Universitas Sriwijaya*, 2018.
- [12] Libretext Chemistry, The Effect of Temperature on Reaction Rates, Libretext Chemistry, 2020.
- [13] Kazeminezhad dan S. Mosivand, "Phase Transition of Electrooxidized Magnetite to maghemite and hematite Nanoparticles Using Sintering Treatment," *Acta Phys*, vol. 5, p. 1210, 2014.
- [14] A. Monshi dan M. Foroughi, "Modified Scherrer Equation To Estimate More Accurately Nano Crystallite Size Using XRD," *World Journal Of Nano Science And Engineering*, vol. 2, pp. 154-160, 2012.
- [15] D. L. Dorset, "Electron Diffraction from Crystalline Polymers," *Comprehensive Polymer Science and Supplements*, vol. 1, no. 34, 2015.
- [16] M. H. A. Shukor dan R. Singh, "Properties of hydroxyapatite produced by annealing of bovine bone," *Ceramics International*, vol. 33, no. 7, pp. 1171-1177, 2007.

[17] Kamalanathan P, Ramesh S, Bang LT dan Niakan A, "Synthesis and sintering of hydroxyapatite derived from eggshells as a calcium precursor.," *Ceramics International*, vol. 40, pp. 16349-16359, 2014.

[18] S. W. Tsaniah, *Isolasi Hidroksiapatit dari Tulang Kambing Sebagai Adsorben Ion Logam Cu<sup>2+</sup>*, Bandung: Kimia, UIN Sunan Gunung Djati Bandung, 2017.

## Sintesis Karbon Aktif Dari Limbah Kulit Jagung (*Zea Mays L*) Sebagai Adsorben Limbah Cair Industri Laundry

MU' MIN IKHWAN NULLOH,<sup>1</sup> ADI MULYANA SUPRIATNA,<sup>2</sup> DAN VINA AMALIA<sup>3\*</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Sunan Gunung Djati Bandung

\* alamat email korespondensi: adimulyanasupriatna@uinsgd.ac.id

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
<p><b>Kata Kunci:</b> adsorpsi; adsorben; karbon aktif; kulit jagung; laundry.</p>	<p>Karakteristik yang terdapat dalam air limbah laundry yaitu mengandung BOD5, COD, TSS, minyak dan lemak, detergen, dan fosfat. Kandungan TSS, minyak dan lemak, dan detergen (MBAS) yang terkandung dalam limbah cair laundry masih besar oleh sebab itu penurunan kadar pencemar dalam limbah laundry menarik perhatian khusus. Salah satu metode untuk menghilangkan zat pencemar pada limbah laundry adalah metode adsorpsi. Pemanfaatan karbon aktif dari limbah pangan sebagai bahan adsorben menjadi salah satu hal yang menarik karena selain kinerja adsorpsi nya baik serta biaya nya rendah. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui efektivitas karbon aktif kulit jagung sebagai adsorben limbah laundry dengan variasi massa adsorben. Karbon aktif dibuat dari limbah kulit jagung dengan suhu karbonasi 300 °C yang diaktivasi menggunakan HCl 0,5 N kemudian dinetralkan menggunakan akuades. Residu kemudian dikeringkan di dalam oven dan kemudian dihaluskan dengan ukuran 80 mesh. Adsorpsi dilakukan dengan menggunakan metode batch. Karbon aktif yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan FTIR dan SEM. Hasil dari analisis SEM dengan perbesaran 500 kali dan 5000 kali diketahui karbon aktif limbah kulit jagung bentuk morfologinya memiliki rongga atau pori-pori yang terlihat jelas meskipun bentuk pori nampak berbeda dan hasil dari analisis FTIR karbon aktif limbah kulit jagung memiliki gugus O-H, gugus C-H Stretching, gugus fungsi -CH<sub>2</sub>- dan gugus -CH<sub>3</sub>-. Dari penelitian ini, diketahui bahwa karbon aktif limbah kulit jagung efisien untuk mengadsorpsi pengotor pada limbah cair industri laundry dengan kondisi maksimum efisiensi penyisihan untuk TSS sebesar 28,94%, minyak dan lemak sebesar 75 %, dan Deterjen (MBAS) sebesar 45,69 % dengan kapasitas adsorpsi nya masing-masing sebesar 2,77 mg/g, 0,75 mg/g, dan 0,477 mg/g. berdasarkan studi literatur hal ini mengindikasikan bahwa detergen teradsorpsi pada beberapa lapis (multilayer) dari permukaan kulit jagung dan kemungkinan terjadi adsorpsi secara fisika.</p>
<p><b>Keywords:</b> adsorption; adsorbent; activated carbon; corn husks; laundry.</p>	<p><i>The characteristics contained in laundry wastewater are BOD5, COD, TSS, oil and grease, detergent, and phosphate. The content of TSS, oil and grease, and detergent (MBAS) contained in laundry wastewater is still large, therefore reducing the level of contaminants in laundry waste attracts special attention. One method to remove pollutants in laundry waste is the adsorption method. The utilization of activated carbon from food waste as an adsorbent material is one of the interesting things because in addition to its good adsorption performance and low cost. The purpose of this study was to determine the effectiveness of corn husk activated carbon as a laundry waste adsorbent with variations in adsorbent mass. Activated carbon was made from corn husk waste with a carbonation temperature of 300 °C which was activated using 0.5 N HCl and then neutralized using distilled water. The residue was dried in an oven and then pulverized to 80 mesh size. Adsorption was carried out using the batch method. The activated carbon obtained was characterized using FTIR and SEM. The results of SEM analysis with magnification of 500 times and 5000 times known activated carbon waste corn husk morphological form has a cavity or pores that are clearly visible although the pore shape appears different and the results of FTIR analysis of activated carbon waste corn husk has O-H groups, C-H Stretching groups, functional groups -CH<sub>2</sub>-, and groups -CH<sub>3</sub>-. Based on the literature study, this indicates that the detergent is adsorbed on several layers (multilayer) of the corn husk surface and the possibility of physical adsorption.</i></p>

Kegiatan jasa pencucian (*laundry*) di Indonesia semakin meningkat setiap tahunnya. Jasa ini memiliki manfaat besar bagi masyarakat, baik bagi pelaku usaha maupun bagi pengguna jasa *laundry* tersebut. Seiring berkembangnya jasa *laundry* ini maka semakin banyak air limbah *laundry* yang dihasilkan. Menurut Ciabatti dkk [1] proses 1 kg bahan pakaian yang dicuci akan menghasilkan limbah 400 m<sup>3</sup> limbah *laundry*.

Kadar TSS, minyak dan lemak, dan deterjen (MBAS) yang terkandung dalam perairan akibat pembuangan limbah *laundry* akan terus meningkat seiring terus bertambahnya volume air yang dibuang. TSS menyebabkan kekeruhan pada air akibat padatan tidak terlarut dan tidak dapat langsung mengendap. TSS terdiri dari partikel-partikel yang ukuran dan beratnya lebih kecil dari sedimen, misalnya lumpur, lemak, sel-sel mikroorganisme yang terdapat dalam limbah *laundry* [2]. Kandungan minyak dan lemak dalam air dapat merusak ekosistem perairan. Oleh karena itu, minyak dan lemak dari limbah cair harus diolah terlebih dahulu sebelum dibuang ke perairan.

Ada beberapa proses pengolahan limbah cair antara lain proses elektrokoagulasi, elektrolisis dan adsorpsi. Proses elektrokoagulasi memberikan hasil yang baik namun tidak dapat digunakan untuk limbah cair dalam jumlah yang besar dan terbentuknya lapisan dielektroda dapat mengurangi efisiensi pengolahan [3]. Adsorpsi merupakan proses terserapnya suatu zat molekul atau ion pada permukaan adsorben. Proses adsorpsi dapat dilakukan menggunakan karbon aktif karena karbon aktif adalah material berpori yang mempunyai kemampuan untuk menyerap pengotor yang terdapat dalam air yaitu sebagai filter air [4].

Salah satu yang dapat dimanfaatkan sebagai karbon aktif adalah limbah bahan pangan yang mana keberadaannya sangat berlimpah namun untuk pengolahannya belum maksimal sehingga hanya disia-siakan saja. Salah satu contohnya yaitu limbah kulit jagung, kandungan yang ada dalam kulit jagung bisa digunakan menjadi adsorben. Menurut Fagbemi dkk [5] kulit jagung memiliki komposisi 15 % lignin; 5,09 % abu; 4,57 % alcohol-sikloheksana (1:2) dan yang terbesar ialah 44,08 % selulosa. Selulosa mengandung beberapa microfibril yang diikat oleh *lamellae*, sedangkan *lamellae* tersusun dari beberapa *fibril*. Selulosa tergolong kedalam polimer linear yang bersifat hidrofilik, dimana

satu sama lain saling berikatan membentuk *elementary fibril* (photofibril), dengan stuktur parakristalin atau amorphous yang menyebabkan selulosa dapat berperan sebagai adsorben.

limbah kulit jagung yang di jadikan adsorben bisa digunakan untuk penyisihan kandungan deterjen pada limbah cair *laundry*, Efisiensi penyisihan dan kapasitas adsorpsi deterjen pada kondisi optimum yaitu 85,39% [6]. Dan dengan adsorben kulit jagung yang dimodifikasi secara kimia dengan perendaman dalam larutan HCl 0,5 N dapat menyisihkan kandungan deterjen pada limbah *laundry* sebesar 95,16-97,57% dan 0,81-1,83 mg/g, perendaman dengan NaOH sebesar 75,45%-85,21% dan 0,64-1,43 mg/g [7].

Dengan melihat fakta dan permasalahan tersebut, maka penelitian ini difokuskan pada upaya alternatif yang ramah lingkungan, mudah, murah dan praktis yaitu dengan proses adsorpsi dengan karbon aktif kulit jagung sebagai adsorben untuk proses penyisihan Deterjen (MBAS), TSS, dan Minyak dan lemak. Yang selanjutnya dilakukan pengujian parameter kualitas air limbah apakah sudah sesuai dengan baku mutu PerMen LHK No. P.68 Tahun 2016 Tentang Baku Mutu Air Limbah Domestik.

## EKSPERIMEN

### Material

Kulit jagung, sampel air limbah laundry, larutan HCl (0.5 N p.a), digestion solution (Merck®, p.a), kertas saring, aquades.

### Instrumentasi

Untuk karakterisasi karbon aktif digunakan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) *thermo scientific* BDM1910155 sedangkan untuk analisis SEM digunakan instrumen *Scanning Electron Microscope* (SEM) JSM-6360.

### Prosedur

#### *Sampling air limbah laundry*

Pengambilan sampel dilakukan pada saluran sebelum masuk ke perairan penerima air limbah, dengan cara sesaat (*grab sampling*). Hal yang pertama dilakukan adalah sampel limbah cair di tampung dan dimasukkan ke dalam botol PP yang selanjutnya dimasukkan ke dalam gelas kaca. Kemudian di tutup rapat dan dimasukkan ke dalam

cool box untuk dilakukan uji parameter (COD, BOD, TSS, Minyak dan Lemak, Deterjen (MBAS) dan Fosfat (PO<sub>4</sub>)).

#### Sintesis karbon aktif

Kulit jagung yang telah dikumpulkan, dicuci dengan air bersih lalu dipotong-potong menjadi ukuran kecil. Kulit jagung kemudian dijemur di bawah sinar matahari selama 3 hari. Dikeringkan menggunakan oven pada suhu 105°C selama 24 jam. Setelah proses pengovenan, kulit jagung dihancurkan hingga berbentuk serbuk atau kerikil kecil. Dikarbonasi menggunakan furnace selama 1 jam pada suhu 300°C. Dilakukan proses penyaringan menggunakan saringan 80 mesh. kemudian diaktivasi dengan larutan HCl 0,5 N selama 24 jam. Selanjutnya, karbon aktif dinetralkan. Dan proses akhir dari karbon yang telah diaktivasi adalah pemasanan oven selama 24 jam dengan suhu 105°C.

#### Karakterisasi senyawa

Karbon aktif kulit jagung ini dilakukan karakterisasi dengan menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM) untuk melihat kondisi pori pada permukaan karbon aktif. Perbesaran yang dilakukan untuk analisis SEM terhadap karbon aktif sebesar 500x dan 5000x. Selain itu, karakterisasi *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dilakukan untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat pada karbon aktif kulit jagung.

#### Aplikasi karbon aktif sebagai adsorben

Karbon aktif dimasukan kedalam gelas kimia yang berisi 1000 mL limbah cair *laundry* dengan variasi dosis massa karbon aktif 2; 3; dan 4 g kemudian diaduk dengan magnetic stirrer yang berkecepatan 100 rpm. Adsorpsi ini dilakukan selama 30 menit setelah itu di saring dan dianalisis kadar TSS, Minyak dan lemak, Deterjen (MBAS).

#### Aplikasi karbon aktif sebagai adsorben

Sampel yang sudah didapatkan kemudian dibawa ke Laboratorium Pengendalian Kualitas Lingkungan PERUMDA Tirtawening Kota Bandung dengan menggunakan cool box untuk dianalisis kualitas air limbah dari industri *laundry* berdasarkan parameter COD, BOD, TSS, Minyak dan Lemak, Deterjen (MBAS), dan Fosfat (PO<sub>4</sub>).

**Tabel 1** Parameter dan metode SNI Karakterisasi Air Sampel

Parameter	Sumber	Metode
BOD	SNI 6989.72:2009	Metode Winkler
COD	SNI 6989.2:2019	Spektrofotometri
TSS	SNI 6989.3:2019	Gravimetri
Minyak dan Lemak	SNI 6989.10:2011	Gravimetri
Deterjen (MBAS)	SNI 06-6989.51-2005	Spektrofotometri dengan Metilen Biru
Fosfat (PO <sub>4</sub> )	APHA 4500 P-D-2012*	Stannous Chloride Method

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Studi Karakteristik Air Limbah Laundry

Sampel air limbah diambil dari salah satu usaha *laundry* di kota bandung. Hasil analisis sampel limbah *laundry* ditampilkan pada **Tabel 2** berdasarkan data pada tabel dapat dilihat jika ada beberapa parameter sampel air limbah *laundry* tidak memenuhi baku mutu yang ditetapkan.

**Tabel 2** Hasil Analisis Sampel Air Limbah Laundry

No	Parameter	Satuan	Baku Mutu	Hasil Pengujian	Penelitian Terdahulu
1	BOD	mg/L	30	22,42	-
2	COD	mg/L	100	70,06	-
3	Padatan Tersuspensi Solid (TSS)	mg/L	30	75,00	158 [8]
4	Minyak dan Lemak	mg/L	5	7,00	8,80 [9]
5	Deterjen (MBS)	mg/L	37	37,25	47,8 [10]
6	Fosfat (PO <sub>4</sub> )	mg/L	0,46	0,46	-

Konsentrasi dari TSS, Minyak dan Lemak, dan Deterjen (MBAS) hasil studi karakterisasi limbah *laundry* yang dapat dijadikan sebagai data awal untuk mengetahui parameter apa saja yang melebihi baku mutu berdasarkan Peraturan

Kementrian LHK Nomor P68/MENLHK/Setjen/Kum.1/8/2016 yang telah ditetapkan sehingga dapat dilakukan proses adsorpsi pada adsorban kulit jagung yang telah diaktivasi.

### Sintesis karbon aktif dari kulit jagung

Sintesis karbon aktif dari kulit jagung, dilakukan dengan melalui beberapa tahap dimulai dari proses dehidrasi, karbonasi, kemudian aktivasi. Tujuan dari proses dehidrasi tersebut adalah untuk menghilangkan kandungan air sebelum proses karbonasi. Sehingga, pada saat karbonasi terjadi proses karbonasi yang lebih sempurna. Kemudian, kulit jagung disiapkan di dalam cawan untuk dilakukan karbonasi.

Tahapan karbonasi melibatkan penggunaan *furnace* dengan suhu tinggi yaitu 300 °C selama 1 jam. Kulit jagung yang telah di karbonasi mengalami perubahan besar yaitu perubahan warna menjadi hitam pekat serta teksturnya menjadi kasar dan mengeras yang mana ini mengindikasikan terjadinya dekomposisi selulosa menjadi karbon. Mekanisme dekomposisi selulosa telah diteliti secara mendetil oleh Tang dan Bacon, 1964 [11]. Secara umum terjadi 4 tahap berdasarkan rentang temperaturnya. Tahap 1 terjadi pada temperatur 25-150°C di mana terjadi penguapan air yang merupakan proses reversible. Tahap 2 pada temperatur 150- 240°C, di mana terjadi dehidrasi dari selulosa yang memungkinkan terjadinya ikatan silang antar molekul gula untuk menggantikan ikatan hidrogen. Tahap 3 (240-400°C) merupakan tahap degradasi termal, di mana terjadi pemutusan ikatan CO dan C-C pada struktur selulosa. Pada tahap ini, terbentuk levoglucosan yang lebih lanjut menjadi tar, selain terbentuk pula produk gas H<sub>2</sub>O, CO, dan CO<sub>2</sub>. Sebagian produk degradasi termal ini juga berupa senyawa dengan 4 atom karbon yang merupakan pembentuk struktur graphite yang terjadi pada tahap 4, yaitu aromatisasi dan polimerisasi. Reaksi tersebut bereaksi secara radikal [11].

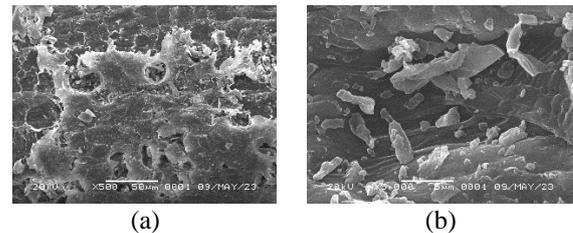
Karbon yang sudah terbentuk selanjutnya dihancurkan dengan menggunakan bantuan mortar dan alu, lalu disaring dengan menggunakan saringan 80 mesh. Hasil timbangan yang diperoleh selanjutnya dilakukan proses aktivasi. Agen aktivasi yang digunakan dalam proses aktivasi karbon ini adalah HCl 0,5 N. Tujuan dari aktivasi ini adalah untuk membersihkan adsorben dari kotoran yang menutup pori-pori adsorben dan dapat memberikan perubahan pada struktur

adsorben. Hilangnya kotoran yang menutup pori-pori adsorben menyebabkan luas permukaan adsorben bertambah, akibatnya kapasitas adsorpsi dan efisiensinya akan tinggi [12].

### Karakterisasi SEM Karbon Aktif

Hasil analisis dari SEM adsorben kulit jagung yang teraktivasi HCl 0,5 N tersebut terlihat bahwa permukaan dari adsorben memiliki rongga atau pori-pori yang terlihat jelas meskipun bentuk pori nampak berbeda. Hal ini diakibatkan karena peran dari aktivator yang mana asam klorida (HCl) yang bersifat hidroskopis, sehingga dapat mengurangi kadar air pada arang aktif yang dihasilkan. HCl memiliki daya serap ion lebih baik dibandingkan dengan aktivator lainnya, seperti H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> dan HNO<sub>3</sub>, dikarenakan HCl dapat melarutkan pengotor lebih besar, sehingga pori-pori yang terbentuk lebih banyak dan proses penyerapan menjadi lebih maksimal [13]. Gambar dari karbon aktif kulit jagung dapat dilihat pada

#### Gambar 1



**Gambar 1** Hasil Analisis SEM Adsorben Kulit jagung dengan aktivasi HCl 0,5 N pada perbesaran 500 kali dan 5000 kali

### Karakterisasi FTIR Karbon Aktif

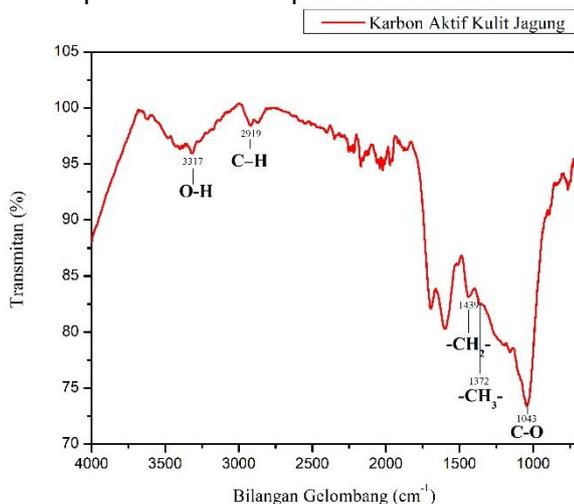
Selulosa merupakan senyawa yang memiliki gugus hidroksil (O-H) pada tiap unit polimernya. Permukaan gugus fungsi selulosa yang berasal dari alam dapat berinteraksi secara fisik atau kimia. Sejauh ini diketahui bahwa selulosa adalah polimer alam yang paling banyak ditemukan dan paling ramah lingkungan. Selulosa diketahui memiliki sifat yang dapat diperbaharui, tidak beracun, dan mudah terdegradasi [56]. Berdasarkan strukturnya, selulosa dapat diketahui bahwa berpotensi besar sebagai penyerap karena gugus OH- yang terikat dapat berinteraksi dengan komponen adsorbat. Adanya gugus O-H pada selulosa ini diharapkan mampu mengikat zat-zat organik maupun anorganik yang terukur semisal deterjen, TSS, dan minyak lemak. Bilangan gelombang 2919 cm<sup>-1</sup> menjelaskan adanya gugus

C – H *Stretching* untuk atom karbon  $sp^3$  [7]. Pada bilangan gelombang  $1439\text{ cm}^{-1}$  memiliki gugus fungsi –  $\text{CH}_2$  – dan pada gelombang  $1372\text{ cm}^{-1}$  terdapat gugus fungsi –  $\text{CH}_3$  – yang mana gugus ini menandakan bahwasannya lignin sudah mulai terurai [15]. Dimana dengan berkurangnya lignin pada adsorben maka yang tersisa hanya selulosa sehingga kemampuan adsorpsi dapat meningkat dan pada gelombang  $1043\text{ cm}^{-1}$  menandakan adanya gugus C – O eter dari selulosa [16].

Hasil karakterisasi FTIR karbon aktif kulit jagung dapat dilihat pada **Gambar 2**

### Karakterisasi Aplikasi Karbon Aktif Sebagai Adsorben

Karbon aktif kulit jagung sebagai adsorben diuji kemampuannya dalam mengadsorpsi pengotor yang melebihi batas baku mutu yang telah ditetapkan berdasarkan studi awal yang telah dilakukan pada limbah cair industri *laundry* diantaranya total padatan tersuspensi (TSS), minyak dan lemak, dan deterjen dengan dilakukan beberapa variasi terhadap massa adsorben.

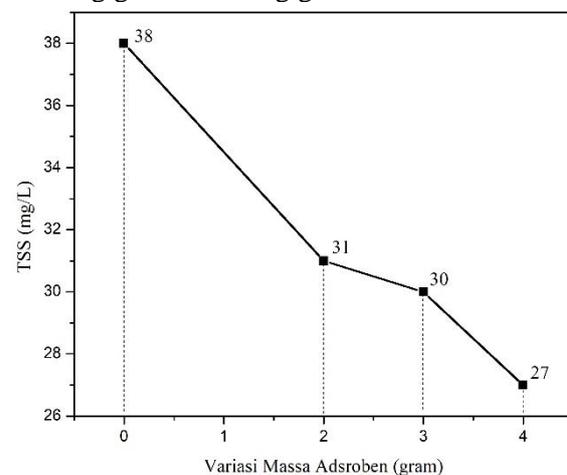


**Gambar 2** FTIR Karbon Aktif dari kulit jagung yang diaktivasi dengan HCl 0.5 N

Metode adsorpsi yang dilakukan adalah metode batch yaitu dengan menstirer adsorbat dan adsorben dalam waktu tertentu. Kemudian, dilakukan pemisahan menggunakan kertas saring untuk memperoleh filtrat yang menjadi sampel untuk analisis TSS, minyak dan lemak dan deterjen.

### Pengaruh Variasi massa adsorben terhadap penurunan Total Suspended Solid (TSS)

Hasil pengukuran TSS sebelum dan setelah penambahan adsorben karbon aktif kulit jagung di tunjukan pada **Gambar 3** yang mana menunjukkan terjadinya penurunan TSS dari 38 mg/L nilai analisa sebelum ditambahkan adsorben kulit jagung dan setelah ditambahkan adsorben kulit jagung nilai TSS menjadi 31 mg/L, 30 mg/L, 27 mg/L dengan variasi massa 2 gram, 3 gram dan 4 gram. Pada penambahan 2 gram adsorben terjadi penurunan nilai TSS sebesar 18,42 %, 3 gram sebesar 21,05 % dan pada penambahan 4 gram adsorben karbon aktif kulit jagung nilai TSS mengalami penurunan sebesar 28,94 % dengan masing masing kapasitas adsorpsi nya 3,5 mg/g, 2,66 mg/g, dan 2,77 mg/g.



**Gambar 3** Pengaruh adsorben karbon aktif kulit jagung terhadap TSS

Berdasarkan hasil analisis dari data yang dihasilkan semakin banyak adsorben yang digunakan semakin turun juga nilai TSS yang dihasilkan. Hal itu menandakan adsorben kulit jagung berpengaruh untuk menurunkan kadar TSS pada perairan. Penurunan nilai TSS disebabkan karena dikala adsorben kulit jagung dikontakan ke dalam sampel air limbah terjadi proses adsorpsi, jadi bahan-bahan yang tersuspensi didalam air terserap (terikat) oleh adsorben kulit jagung [17].

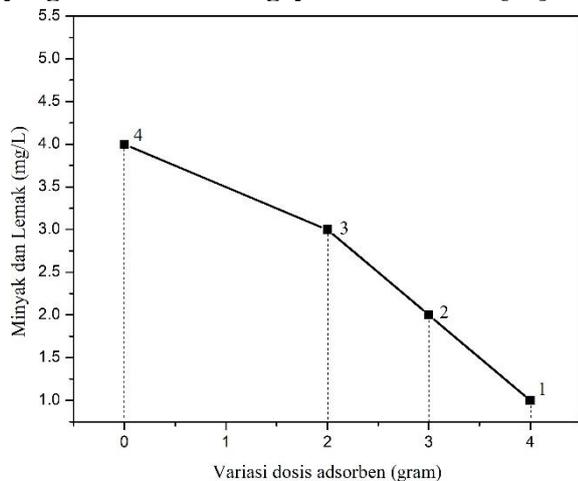
Berdasarkan PerMen LHK No. P.68 Tahun 2016 Tentang Baku Mutu Air Limbah Domestik, baku mutu limbah yang dapat dibuang ke lingkungan untuk TSS adalah 30 mg/L. sehingga parameter TSS setelah proses adsorpsi sudah memenuhi baku mutu yang ditetapkan.

### Pengaruh Variasi massa adsorben terhadap penurunan minyak dan lemak

Hasil pengukuran Minyak dan Lemak sebelum dan setelah penambahan adsorben karbon

aktif kulit jagung ditunjukkan pada **Gambar 4** yang mana Efisiensi penurunan kadar minyak dan lemak pada sampel limbah cair industri *laundry* dengan penambahan variasi massa adsorben karbon aktif kulit jagung yaitu pada massa 2 gram adsorben tingkat efisiensinya 25 %, 3 gram tingkat efisiensinya 50 % dan pada massa 4 gram tingkat efisiensinya mencapai 75 % dengan kapasitas tiap masing masing massa adsorben adalah 0,5 mg/g, 0,66 mg/g, dan 0,75 mg/g.

Karena permukaan karbon aktif bersifat non-polar sehingga lebih mudah melakukan penyerapan warna, bau dan mengurangi jumlah peroksida sehingga memperbaiki mutu minyak [18]. Dan pada proses adsorpsi nya partikel minyak dan lemak akan naik kepermukaan dan proses adsorpsi dimana karbon aktif akan melakukan kontak dengan bahan pencemar, karbon aktif akan mengadsorpsi molekul bahan pencemar hingga tercapai kondisi setimbang. Pada proses ini, partikel akan menempel pada permukaan karbon aktif yang disebabkan adanya perbedaan muatan yang lemah diantara keduanya yang disebabkan oleh gaya van der waals [19].



**Gambar 4** Pengaruh adsorben karbon aktif kulit jagung terhadap Minyak dan Lemak

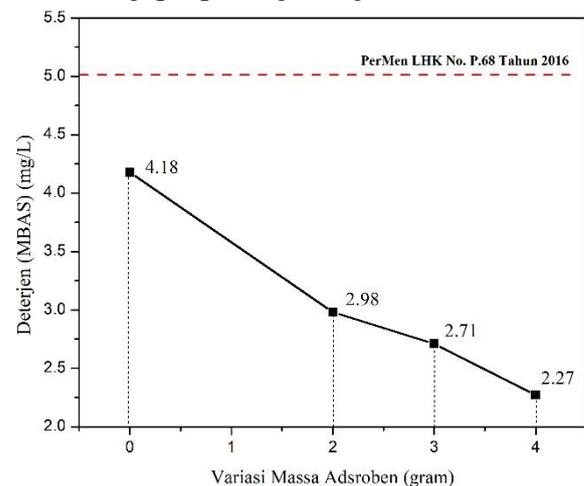
Penyerapan minyak dan lemak oleh karbon aktif terjadi melalui mekanisme fisik, khususnya adsorpsi fisika, dari pada ikatan kimia yang bersifat kovalen atau ionik. Karbon aktif memiliki struktur pori-pori yang besar dan permukaan yang sangat luas, sehingga mampu menarik minyak dan lemak ke permukaannya melalui gaya-gaya Van der Waals dan interaksi gaya-dipol. Mekanisme adsorpsi fisika ini berarti bahwa tidak ada reaksi kimia yang terjadi antara karbon aktif dan minyak atau lemak yang diadsorpsi. Sebaliknya, minyak dan lemak hanya menempel pada permukaan karbon aktif melalui interaksi fisik. Oleh karena

itu, tidak ada persamaan reaksi kimia yang tepat untuk menggambarkan proses ini.

### **Pengaruh Variasi massa adsorben terhadap penurunan deterjen (MBAS)**

Prinsip dari MBAS (*Methylene Blue Alkyl Sulfonate*) ini adalah surfaktan anionik akan berikatan dengan metilen biru membentuk senyawa kompleks berwarna biru yang larut dalam fase kloroform. Setelah diekstraksi, intensitas warna biru yang terbentuk diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 653 nm sesuai dengan panjang gelombang pada pembuatan kurva kalibrasi [20].

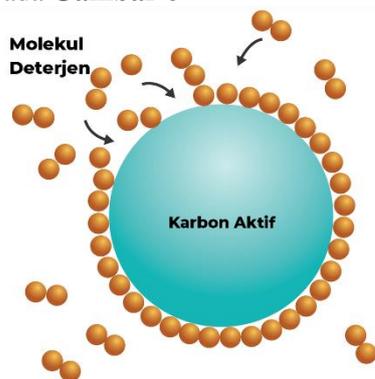
Hasil pengukuran Deterjen (MBAS) sebelum dan setelah penambahan adsorben karbon aktif kulit jagung ditunjukkan pada **Gambar 5**.



**Gambar 5** Pengaruh adsorben karbon aktif kulit jagung terhadap Deterjen (MBAS)

Berdasarkan **gambar 5** didapatkan efisiensi penyisihan sampel air limbah *laundry* terhadap deterjen (MBAS) dengan beberapa variasi massa penambahan adsorben karbon aktif kulit jagung yaitu 2 gram, 3 gram dan 4 gram berturut-turut adalah 28,70 %; 35,16 %; dan 45,69 %, sedangkan kapasitas adsorpsi nya sebesar 0,6 mg/g, 0,49 mg/g dan 0,477 mg/g. Yang mana jika dibandingkan dengan penelitian yang dilakukan oleh Windy Dhiya [6] adsorpsi deterjen dalam sampel air limbah *laundry* menggunakan adsorben kulit jagung dengan pH asli menghasilkan efisiensi penyisihan sebesar 22,93 % dan kapasitas adsorpsi nya 0,420 mg/g. dengan perbandingan tersebut membuktikan bahwasannya hasil dari proses adsorpsi terhadap deterjen (MBAS) cukup baik dan cukup efisien dari penelitian sebelumnya.

Mekanisme penyerapan deterjen oleh karbon aktif yaitu ketika deterjen berada dalam kontak dengan karbon aktif, molekul-molekul deterjen secara fisik menempel pada permukaan karbon aktif karena permukaan karbon aktif memiliki sifat hidrofobik, sehingga berinteraksi dengan komponen hidrofobik dalam deterjen, sehingga gaya-gaya van der Waals dan interaksi gaya dipol antara molekul deterjen dan permukaan karbon aktif menyebabkan adsorpsi deterjen pada permukaan karbon aktif yang menyebabkan deterjen tertahan pada permukaan karbon aktif dan dihilangkan dari larutan. Secara visual dapat dilihat pada **Gambar 6**



**Gambar 6** Mekanisme Penyerapan Deterjen (MBAS) oleh Karbon Aktif

Dari hasil analisis sampel limbah cair industri *laundry* untuk penyisihan parameter deterjen (MBAS) sampel limbah tersebut sebelum dan setelah di tambahkan adsorben dapat disesuaikan dengan baku mutu minyak dan lemak yang telah ditetapkan menurut Peraturan Kementerian LHK Nomor P68/MENLHK/Setjen/Kum.1/8/2016 Tentang Baku Mutu Limbah Domestik, baku mutu yang di buang ke lingkungan adalah 5 mg/L. Parameter deterjen (MBAS) telah memenuhi baku mutu yang telah ditetapkan maka aman untuk dibuang ke lingkungan.

### **Penentuan Isoterm Adsorpsi**

Untuk menentukan isoterm adsorpsi dari adsorpsi limbah cair industri *laundry* menggunakan adsorben karbon aktif kulit jagung, dilakukan proses studi literatur terhadap penelitian terdahulu.

Berdasarkan penelitian Windy (2021) [6], diperoleh perbandingan nilai  $R^2$  untuk isoterm Freundlich dan isoterm Langmuir. Nilai  $R^2$  untuk isoterm Freundlich yaitu 0,9805 dan nilai  $R^2$  isoterm Langmuir adalah 0,9768. Nilai  $R^2$  yang

baik adalah yang mendekati 1. Menurut Hesti dkk (2018) [63], jika nilai  $R^2$  semakin mendekati 1 maka dapat dikatakan bahwa terdapat pengaruh yang semakin besar dan keterkaitan antar variabel semakin kuat. Berdasarkan perbandingan tersebut maka kemungkinan isoterm Freundlich lebih mengikuti model kesetimbangan untuk adsorpsi deterjen dengan adsorben kulit jagung.

Hasil ini menunjukkan bahwa adsorpsi deterjen pada kulit jagung terjadi pada beberapa lapis atau multilayer dan permukaannya bersifat heterogen karena masing-masing situs aktif dapat mengadsorpsi lebih dari satu molekul sehingga molekul yang terjepit pada permukaan adsorben dapat berpindah-pindah. Isoterm Freundlich juga menunjukkan terjadinya adsorpsi secara fisika pada adsorpsi deterjen dengan adsorben kulit jagung, artinya terbentuknya ikatan yang lemah antara adsorbat dan adsorben karena gaya Van der Waals yang terbentuk [22].

### **SIMPULAN**

Dari karakterisasi menggunakan FTIR di ketahui bahwa karbon aktif limbah kulit jagung yang diaktivasi dengan HCl memiliki gugus fungsi O-H, C-H, -CH<sub>2</sub>-, dan -CH<sub>3</sub>-, selain itu pada analisis SEM dapat diketahui bahwa karbon aktif yang diaktivasi dengan HCl memiliki pori-pori dengan permukaan yang cukup kasar,

Karbon aktif yang disintesis dari kulit jagung memiliki kinerja yang cukup efisien untuk mengadsorpsi pengotor pada limbah cair industri *laundry* dengan kondisi optimum efisiensi penyisihan untuk TSS sebesar 28,94%, minyak dan lemak sebesar 75 %, dan Deterjen (MBAS) sebesar 45,69 % dengan kapasitas adsorpsi nya masing-masing sebesar 2,77 mg/g, 0,75 mg/g, dan 0,477 mg/g, Kondisi optimum massa karbon aktif kulit jagung yang digunakan untuk mengadsorpsi kadar TSS, minyak dan lemak dan deterjen (MBAS) digunakan 4 gram dengan waktu kontak 30 menit, dan Berdasarkan PerMen LHK No. P.68 Tahun 2016 Tentang Baku Mutu Air Limbah Domestik, limbah *laundry* yang telah di treatment dengan proses adsorpsi dengan karbon aktif kulit jagung aman untuk dibuang ke lingkungan.

Berdasarkan hasil studi literatur persamaan isoterm yang sesuai dengan adsorpsi deterjen menggunakan adsorben karbon aktif kulit jagung yaitu isoterm Freundlich yang menunjukkan adsorpsi terjadi pada beberapa lapisan (multilayer) pada permukaan adsorben dan adsorpsi terjadi secara fisika.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada staf laboratorium Kimia UIN Sunan Gunung Djati beserta seluruh Dosen dan staf jurusan Kimia UIN Sunan Gunung Djati dan semua pihak yang telah membantu dalam pelaksanaan penelitian ini.

## REFERENSI

- [1] I. Ciabatti, F. Cesaro, L. Faralli, E. Fatarella dan F. Tognotti, "Demonstration of a Treatment System for Purification and Reuse of Laundry Wastewater," *Desalination*, vol. 245, pp. 451-459, 2009.
- [2] S. Fardiaz, *Polusi Air & Udara*, Bogor: Kanisius, 1992.
- [3] B. Rachmawati, S. Y. P dan M. Mirwan, "Proses Elektrokoagulasi Pengolahan Limbah Laundry," *Jurnal Ilmiah Teknik Lingkungan*, vol. 23, no. 1, pp. 15-22, 2014.
- [4] Y. Nustini dan A. Allwar, "Pemanfaatan Limbah Tempurung Kelapa Menjadi Arang Tempurung Kelapa dan Granular Karbon Aktif Guna Meningkatkan Kesejahteraan Desa Watuduwur, Bruno, Kabupaten Purworejo," *AJIE - Asian Journal of Innovation and Entrepreneurship*, vol. 04, no. 03, pp. 217-226, 2019.
- [5] T. K. Fagbemigun, O. Fagbemi, O. Otitoju, E. Mgbachiuozor dan C. Igwe, "Pulp and paper-making potential of corn husk," *International Journal of AgriScience*, vol. 4, no. 4, pp. 209-213, 2014.
- [6] W. D. Lathifah, "Penyisihan Detergen Dari Air Limbah Laundry Menggunakan Adsorben Kulit Jagung," Jurusan Teknik Lingkungan Fakultas Teknik, Universitas Andalas, 2021.
- [7] Y. Putri, "Modifikasi Adsorben Kulit Jagung Untuk Menyisihkan Detergen Dari Air Limbah Laundry," Jurusan Teknik Lingkungan Fakultas Teknik, Universitas Andalas, 2022.
- [8] S. Y. Nugroho, S. Sumiyati dan M. Hadiwidodo, "Penurunan Kadar Cod Dan Tss Pada Limbah Industri Pencucian Pakaian (Laundry) Dengan Teknologi Biofilm Menggunakan Media Filter Serat Plastik Dan Tembikar Dengan Susunan Random," *Jurnal Teknik Lingkungan FT UNDIP*, 2014.
- [9] E. N. Purnamasari, "Karakteristik Kandungan Linear Alkyl Benzene Sulfonat (Las) Pada Limbah Cair Laundry," *Jurnal Media Teknik*, vol. 11, no. 1, pp. 32-36, 2014.
- [10] D. A. Kusuma, L. Fitria dan U. Kadaria, "Pengolahan Limbah Laundry Dengan Metode Moving Bed Biofilm Reactor (Mbbbr) (Laundry Wastewater Treatment Using Moving Bed Biofilm Reactor (MBBR) Method)," *Jurnal Teknologi Lingkungan Lahan Basah*, vol. 7, no. 1, 2019.
- [11] M. Tang dan B. Roger, "Carbonation of Cellulose Fibers I Low Temperature Pyrolysis," *Carbon*, vol. 2, pp. 211-220, 1964.
- [12] R. Leyva-Ramos, L. Landin-Rodriguez, S. Leyva-Ramos dan N. Medellin-Castillo, "Modification of Corncob with Citric Acid to Enhance its Capacity for Adsorbing Cadmium (II) from Water Solution," *Chemical Engineering Journal*, vol. 180, pp. 113-120, 2012.
- [13] L. I. Wirani, F. Hanum dan S. F. Dina, "Aktivasi Karbon dari Sekam Padi dengan Aktivator Asam Klorida (HCl) dan Pengaplikasiannya pada Limbah Pengolahan Baterai Mobil untuk Mengurangi Kadar Timbal (Pb)," *Laporan Penelitian, Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara*, 2017.
- [14] S. B. Yanto, "Pemanfaatan Ampas Kopi sebagai Biosorben Penyerap Besi (Fe)," Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Ar-Raniry Banda Aceh., 2021.
- [15] Yuris, C. Cahyani dan Atikah, "Potensi Lignin untuk Penanganan Logam Berat Cr(VI)," *Jurnal Kimia Kemasan*, vol. 36, no. 1, pp. 163-172, 2014.

- [16] D. M. Maharani, L. Normalasari, D. Kumalasari, C. A. H. Prakoso, M. Kusumaningtyas dan M. T. Ramadhan, "Pengaruh Pretreatment Secara Alkalisasi-Resistive Heating terhadap Kandungan Lignoselulosa Jerami Padi," *AGRITECH*, vol. 37, no. 2, pp. 132-138, 2017.
- [17] I. Pratiwi dan I. A. Setiorini, "Penurunan Nilai pH, COD, TDS, TSS pada Air Sungai Menggunakan Limbah Kulit jagung melalui Adsorben," *Jurnal Redoks*, vol. 8, no. 1, pp. 55-62, 2023.
- [18] S. Rachmawati, Irmawartini dan Kahar, "Penurunan Kadar Minyak dan Lemak Limbah Cair Penyamakan Kulit Menggunakan Media Saring Karbon Aktif," *Jurnal Kesehatan Siliwangi*, vol. 2, no. 2, pp. 431-438, 2021.
- [19] T. Zaharah, Nurlina dan R. Moelyani, "Reduksi minyak, lemak, dan bahan organik limbah rumah makan menggunakan grease traptermodifikasi karbon aktif," *Jurnal Pengelolaan Lingkungan Berkelanjutan*, vol. 1, no. 3, pp. 25-32, 2017.
- [20] W. P. Utomo, Z. V. Nugraheni, A. Rosyidah, O. M. Shafwah, L. K. Naashihah, N. Nurfitriani dan I. f. Ulfindrayani, "Penurunan Kadar Surfaktan Anionik dan Fosfat dalam Air Limbah Laundry di Kawasan Keputih, Surabaya Menggunakan Karbon Aktif," *Akta Kimia Indonesia*, vol. 3, no. 1, pp. 127-140, 2018.
- [21] H. Apriyanti, I. N. Candra dan Elvinawati, "Karakterisasi Isoterm Adsorpsi dari Ion Logam Besi (Fe) pada Tanah di Kota Bengkulu," *Jurnal Pendidikan dan Ilmu Kimia*, vol. 2, no. 1, pp. 14-19, 2018.
- [22] P. Atkins dan D. J. Paulo, *Physical Chemistry*, Oxford University Press, 2018.

## Pengaruh Selulosa Ampas Tebu (*Saccharum officinarum*) sebagai Zat Pengisi Plastik Biodegradable berbasis Pati Kulit Singkong (*Manihot fsculenta*)

AULIA FADILLA<sup>1</sup>, VINA AMALIA<sup>1</sup>, IRA RYSKI WAHYUNI<sup>1\*</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung

\*Alamat email korespondensi: auliafadilla.84@gmail.com

### Informasi Artikel

### Abstrak/Abstract

Kata Kunci:  
biodegradasi;  
bioplastik;  
karakteristik; pati  
kulit singkong;  
selulosa ampas tebu.

Limbah plastik sintetis menyebabkan kerusakan lingkungan karena penggunaannya yang sekali pakai dan membutuhkan waktu hingga 1000 tahun untuk dapat terdegradasi. Oleh karena itu, perlu dilakukan upaya untuk mengganti plastik menjadi bioplastik yang ramah lingkungan dan mudah terurai. Bahan bioplastik dapat berasal dari limbah pertanian yaitu kulit singkong yang dimanfaatkan patinya dan penambahan gliserol sebagai *plasticizer*. Akan tetapi, bioplastik berbasis pati dan *plasticizer* masih memiliki sifat mekanik yang rendah sehingga perlu penambahan zat pengisi. Penambahan selulosa sebagai zat pengisi diharapkan mampu meningkatkan sifat fisik dan mekanik pada bioplastik. Penelitian ini terdiri dari beberapa tahapan diantaranya preparasi pati kulit singkong, preparasi selulosa ampas tebu, pembuatan bioplastik dengan komposisi penambahan variasi massa selulosa yaitu 0; 0,5; 1; 1,5 gram. Bioplastik yang dihasilkan kemudian dikarakterisasi sifat fisik dan sifat mekanik, dianalisis morfologi menggunakan SEM (*Scanning Electron Microscopy*) dan diuji biodegradasinya. Hasil dari penelitian ini penambahan selulosa sebagai zat pengisi mempengaruhi karakteristik bioplastik. Semakin tinggi kandungan selulosa maka akan meningkatkan nilai ketebalan dan kuat tarik bioplastik yang dihasilkan. Namun, ketahanan air dan elastisitas pada bioplastik semakin menurun. Kehomogenan campuran pada bioplastik yang dihasilkan ditunjukkan dengan SEM. Semakin banyak selulosa yang ditambahkan maka laju degradasi pada bioplastik semakin meningkat. Bioplastik dengan nilai ketebalan dan kuat tarik terbaik pada penambahan selulosa 1,5 gram masing-masing sebesar 0,22 mm dan 4,78 MPa. Hasil biodegradasi terbaik pada bioplastik penambahan variasi selulosa 1,5 gram yang terdegradasi sempurna pada hari ke 63.

*Keywords:*  
*biodegradation;*  
*bioplastics; cassava*  
*peel starch;*  
*characteristics;*  
*sugarcane bagasse*  
*cellulose.*

*Synthetic plastic waste causes environmental damage due to its single-use and takes up to 1000 years to degrade. Therefore, it is necessary to make efforts to replace plastic into bioplastics that are environmentally friendly and easily decomposed. Bioplastic materials can be derived from agricultural waste, namely cassava peels for which starch is used and the addition of glycerol as a plasticizer. Nevertheless, starch-based bioplastics and plasticizers still have low mechanical properties, requiring the addition of fillers. The addition of cellulose as a filler is expected to improve the physical and mechanical properties of bioplastics. This research consists of four stages including cassava peel starch preparation, bagasse cellulose preparation, making bioplastics with the composition of adding cellulose mass variations, namely 0; 0.5; 1; 1.5 grams. The produced bioplastics are characterized by their physical and mechanical properties, morphology using SEM (Scanning Electron Microscopy), and biodegradation ability. The results of this study show the addition of cellulose as a filler affects the characteristics of bioplastics. The higher the cellulose content, the higher thickness and tensile strength of the resulting bioplastic produced. However, the water resistance and elasticity of bioplastics are decreasing. The homogeneity of the mixture in the bioplastics produced is shown by SEM. The more cellulose added, the rate of degradation in bioplastics increases. Bioplastics with the best thickness and tensile strength values in the addition of 1.5 grams of cellulose amounted to 0.22 mm and 4.78 MPa, respectively. The best biodegradation results in bioplastics adding 1.5 grams of cellulose variation which degraded completely on day 63.*

## PENDAHULUAN

Plastik sintetis umumnya berasal dari bahan minyak bumi yang tahan terhadap senyawa kimia dan mikroba. Sehingga plastik sintetis lebih tahan lama dan sulit terdegradasi oleh lingkungan. Penggunaan plastik umumnya hanya sekali pakai, menyebabkan sampah plastik akan terus meningkat. Plastik sintetis membutuhkan waktu hingga 1000 tahun untuk dapat terdegradasi [1].

Pada tahun 2020, menurut data Kementerian Lingkungan Hidup dan Kehutanan (KLHK) Indonesia menghasilkan sekitar 67,8 ton sampah plastik yang tertimbun di tanah dalam setahun [2]. Sulitnya penguraian limbah plastik sintetis diiringi dengan peningkatan penggunaan plastik akan memperburuk lingkungan maka perlu dilakukan upaya untuk mengganti plastik menjadi kemasan yang lebih mudah terurai yaitu bioplastik. Bioplastik dirancang sebagai plastik *biodegradable* guna sebagai pengemas ramah lingkungan.

Bioplastik ialah biopolimer yang dapat terdegradasi di alam. Bahan pembuatan bioplastik umumnya berasal dari komoditas pangan sehingga biaya produksinya tinggi dan menjadi hambatan dalam produksi bioplastik. Kementerian Perindustrian Republik Indonesia (2016) menyatakan bahwa bioplastik belum bisa dikembangkan dan belum bisa diproduksi skala industri karena kendala ketersediaan bahan baku dan biaya produksinya mahal [3]. Bioplastik yang bahan bakunya berasal dari bahan pangan tentulah menjadi masalah baru karena dalam jangka panjang akan mengancam ketahanan pangan [4]. Maka dari itu, perlunya penggunaan limbah sebagai bahan baku dalam pembuatan bioplastik serta dapat meningkatkan mutu limbah tersebut.

Terdapat beberapa bahan dalam pembuatan bioplastik seperti polisakarida (selulosa, pati, kitin), protein (kasein, whey, kolagen) dan lemak. Bahan tersebut bisa didapatkan dengan memanfaatkan sumber daya terbarukan yaitu penggunaan limbah pertanian salah satunya kulit singkong yang dimanfaatkan patinya. Singkong merupakan salah satu jenis umbi-umbian yang digemari oleh masyarakat Indonesia. Biasanya, masyarakat Indonesia mengkonsumsi dagingnya saja sementara kulitnya tidak digunakan dan terbuang menjadi limbah tak terpakai. Padahal kulit singkong mengandung pati sekitar 44-59%, amilosa 30,69% dan amilopektin 44,83% [5]. Kandungan pati yang tinggi menyebabkan kulit singkong berpotensi dalam pembuatan bioplastik.

Namun, kekurangan pati pada bioplastik mudah rapuh sehingga perlu ditambahkan

*plasticizer* yang dapat meningkatkan fleksibilitasnya [70]. *Plasticizer* perlu digunakan untuk meningkatkan sifat mekanik dan mencegah keretakan bioplastik. *Plasticizer* yang dapat digunakan yaitu gliserol karena tidak beracun dan mudah menyisip dalam pati, seperti pada penelitian Sitomorang (2019) menyebutkan bahwa karakteristik terbaik pada pembuatan bioplastik dengan *plasticizer* gliserol dibandingkan dengan *plasticizer* sorbitol [7]. Lalu pada penelitian Treenata (2015) pada pembuatan film Hidroksietilakril Kitosan/Sodium Alginat menyebutkan bahwa gliserol lebih memperoleh plastisisasi yang lebih efektif dibandingkan sorbitol [8]. Dalam hal ini penggunaan *plasticizer* gliserol memiliki potensi sebagai bahan tambahan bioplastik.

Penambahan *plasticizer* pada pembuatan bioplastik hanya meningkatkan sifat fleksibilitas serta kelenturannya namun tidak meningkatkan sifat kuat tarik, sehingga perlu penambahan zat pengisi/*filler*. Zat pengisi dapat meningkatkan sifat fisik dan mekanik berupa kekuatan dan kerapatan pada bioplastik [9]. Zat pengisi dapat menggunakan selulosa yang berasal dari bahan alam. Selulosa dapat diperbaharui dan berlimpah di alam, selain itu seperti pada penelitian Dewi (2021) penambahan selulosa pada bioplastik berbasis pati jagung dapat mengurangi pori-pori film sehingga lebih kuat dan tahan tarikan [10], kemudian penelitian Gea (2022) penambahan selulosa mampu meningkatkan sifat mekanik berupa nilai kuat tarik pada bioplastik [11]. Selulosa dapat diperoleh dari limbah pertanian yaitu ampas tebu.

Ampas tebu (*Saccharum officinarum*) merupakan hasil samping penggilingan dan produksi gula yang berbentuk padat dan kaya akan serat. Pemanfaatan limbah ampas tebu di Indonesia masih belum maksimal dalam pemanfaatannya, padahal serat ampas tebu sangat melimpah sekitar 30% dari berat tanaman tebu. Kandungan pada ampas tebu ialah, 52,7% selulosa, 20% hemiselulosa dan 24,2% lignin. Kandungan selulosa yang banyak pada ampas tebu dapat dimanfaatkan sebagai zat pengisi dalam pembuatan bioplastik [12]. Zat pengisi sangat penting dalam pembuatan bioplastik untuk meningkatkan sifat mekaniknya terutama nilai kuat tarik. Maka dari itu potensi pemanfaatan ampas tebu dan penggunaan selulosanya perlu dilakukan untuk pembuatan bioplastik berbasis pati dan gliserol serta diharapkan mampu memperbaiki sifat fisik dan mekanik bioplastik

dan dapat menjadi alternatif sebagai kemasan ramah lingkungan dan mudah terurai.

## EKSPERIMEN

### Material

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit singkong dari limbah penjual keripik singkong di Kota Bandung, aquades, gliserol 99,7%, ampas tebu yang berasal dari limbah penjual es tebu di Kota Bandung, NaOH 2%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4%, NaOCl 4%.

Alat-alat yang digunakan meliputi blender, gelas kimia 250 mL & 1000 mL, kaca arloji, corong *buchner*, corong kaca, gelas ukur 250 mL, oven, desikator, ayakan 100 mesh, batang pengaduk, *magnetic stirrer*, *hot plate*, spatula, *cutter*, cetakan bioplastik, mikrometer sekrup, cawan petri, loyang, pipet tetes, *thermometer* 100 °C, kain saring, kertas saring, botol semprot dan *stopwatch*.

### Instrumentasi

Instrument yang digunakan ialah Tensile Instron® dan SEM (*Scanning Electron Microscope*).

### Prosedur

Pada penelitian ini dilakukan empat tahapan yaitu 1) Preparasi pati kulit singkong, 2) Preparasi selulosa dari ampas tebu, 3) Pembuatan bioplastik, 4) Karakterisasi bioplastik pati kulit singkong. meliputi: uji kuat tarik, persen pemanjangan dan elastisitas, uji ketebalan, uji ketahanan air, uji morfologi, dan uji biodegradasi.

#### Preparasi Pati Kulit Singkong

Limbah kulit singkong disiapkan dan dicuci, lalu dipotong kecil-kecil, kemudian dihaluskan menggunakan blender. Kulit singkong yang telah halus kemudian ditambahkan aquades 1:2 dan disaring untuk mendapatkan sari kulit singkongnya. Lalu filtrat kulit singkong didiamkan sampai terdapat endapan selama 24 jam. Hasil endapan dipisahkan dan disaring. Endapan yang dihasilkan dikeringkan menggunakan oven pada suhu 60 °C selama 12 jam. Hasil pengeringan kemudian diayak menggunakan ayakan 100 mesh.

#### Preparasi Selulosa Ampas Tebu

Limbah ampas tebu yang telah disiapkan kemudian dipotong kecil-kecil lalu dicuci, kemudian dikeringkan dibawah panas matahari. Setelah itu dilarutkan menggunakan NaOH 2% 1:10 dan dipanaskan pada suhu 80 °C selama 2,5 jam. Kemudian disaring dan dicuci menggunakan aquades sampai pH netral. Lalu residu yang didapatkan dicampurkan dengan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 4% 1:10 dan dipanaskan pada suhu 85 °C selama 2,5 jam. Kemudian campuran disaring dan residu yang didapatkan ditambahkan dengan larutan NaOCl 4% kemudian dipanaskan pada suhu 80 °C selama 2,5 jam. Setelah dipanaskan, residu dicuci menggunakan aquades hingga pH netral kemudian dikeringkan pada suhu 40 °C selama 24 jam.

#### Pembuatan Bioplastik

Proses pembuatan bioplastik diawali dengan penambahan 5 gram pati kulit singkong dan variasi selulosa ampas tebu sebanyak 0; 0,5; 1; 1,5 gram. Kemudian ditambahkan aquades 80 mL ke dalam campuran. Setelah itu, dilakukan pemanasan dan diaduk menggunakan *magnetic stirrer* pada suhu 65 °C selama 15 menit. Kemudian ditambahkan gliserol 70% 2 mL dan diaduk selama 10 menit pada suhu 80 °C. Lalu campuran dituang ke dalam cetakan dan diratakan dibentuk film. Lalu dikeringkan menggunakan oven dengan suhu 55 °C selama 12 jam.

#### Karakterisasi Sifat Fisik Bioplastik

##### 1) Analisis Ketebalan

Bioplastik dengan ukuran 2 x 2 cm diukur ketebalannya menggunakan mikrometer sekrup. Diukur pada lima tempat yang berbeda yaitu pada sudut kiri atas, sudut kanan atas, sudut kanan bawah, sudut kiri bawah, dan tengah. Hasil pengukuran yang didapatkan kemudian dihitung nilai rata-ratanya.

##### 2) Analisis Ketahanan Air dengan Uji Daya Serap Air (*Water Uptake*)

Bioplastik dengan ukuran 2 x 2 cm ditimbang berat awal sebagai (W<sub>0</sub>), kemudian disiapkan wadah yang telah diisi air aquades lalu dimasukkan bioplastik selama 10 detik, lalu diangkat dari wadah berisi air dan ditimbang beratnya (W), kemudian dilakukan pengulangan hingga didapat berat yang konstan

#### Karakterisasi Sifat Mekanik Bioplastik

Sampel bioplastik ditempatkan di ujung instrumen kemudian dilakukan pencatatan panjang dan ketebalan awal. Lalu klik tombol start pada instrumen dan alat langsung akan menarik sampel hingga sampel terputus.

#### *Analisis Morfologi Bioplastik*

Bioplastik dipotong dengan ukuran 2 x 2 cm terlebih dahulu, kemudian direkatkan pada set holder dengan perekat ganda dan aplikasi dan dilapisi logam emas dalam keadaan vakum. Lalu sampel dimasukkan ke dalam instrumen SEM dan dilakukan pembesaran sebesar 5000 kali lalu didapatkan gambar topografi permukaan bioplastik.

#### *Analisis Biodegradasi Bioplastik*

Pertama-tama menyiapkan wadah plastik yang dilubangi sebanyak sepuluh dibawah dan disamping wadah kemudian diisi dengan 200 gram tanah lembab, bioplastik berukuran 2 x 2 cm dengan berat ( $W_0$ ) dikubur selama 48 jam dengan kedalaman 3,5 cm. Setelah itu sampel dibersihkan dan ditimbang ( $W_t$ ). Lalu tanah dalam wadah dibasahi dengan air deionisasi (10 mL) supaya lembab, dan sampel dikubur kembali selama 48 jam. Kemudian sampel diangkat, dibersihkan dan ditimbang. Percobaan dilanjutkan sampai sekitar 70% berat bahan hilang.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### *Preparasi Pati Kulit Singkong*

Perolehan pati berdasarkan pada tersuspensinya pati kedalam fase cair, sehingga terpisah dari serat kasar, lemak maupun zat lain yang tidak larut dalam air sehingga pati yang diperoleh mengendap dalam air [13]. Pati yang dihasilkan berwarna putih kecokelatan dan beraroma singkong, pati yang diperoleh diayak menggunakan ayakan 100 mesh, proses ini bertujuan supaya pati yang dihasilkan memiliki ukuran yang seragam.

Total rendemen pati sebesar 104,9931 gram dari 1.512 gram kulit singkong atau sebesar 6,94% dari berat kulit singkong Hasil rendemen pati sama seperti pada penelitian Syuhada (2020) dengan rendemen pati kulit singkong sebesar 6,5% dan lebih tinggi dari pada penelitian Alfian (2020) sebesar 5,97% [14] [5].

### *Preparasi Selulosa Ampas Tebu*

Proses isolasi selulosa dari ampas tebu menggunakan tiga tahapan yaitu proses delignifikasi untuk penghilangan lignin, hidrolisis asam untuk penghilangan hemiselulosa dan *bleaching* untuk pemutihan atau penghilangan sisa-sisa lignin dan hemiselulosa.

Delignifikator yang digunakan ialah NaOH 2%. NaOH digunakan untuk melarutkan lignin dan mengembangkan struktur selulosa karena sifat lignin yang mudah larut dalam basa sedangkan selulosa sukar larut dalam basa [15]. NaOH dapat merusak struktur lignin serta memisahkan sebagian hemiselulosa, ion  $OH^-$  dari NaOH akan memutuskan ikatan ester yang menghubungkan lignin-hemiselulosa dari struktur lignin sedangkan ion  $Na^+$  berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat [16]. Struktur lignin yang rusak akan larut dengan NaOH ditandai dengan warna hitam pada larutan.

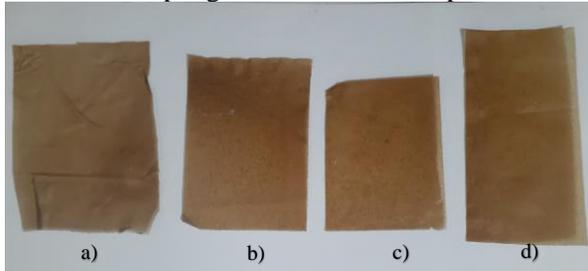
Tahap selanjutnya penghilangan hemiselulosa dengan hidrolisis asam menggunakan pelarut  $H_2SO_4$  4% sehingga diperoleh serat yang bebas dari lignin dan hemiselulosa. Hidrolisis merupakan proses penguraian senyawa kompleks menjadi senyawa yang lebih sederhana. Pada penelitian Maitan, dkk (2015) bahwa perlakuan asam mampu melarutkan 73% hemiselulosa dengan  $H_2SO_4$  [17].

Serat yang diperoleh selanjutnya dilakukan *bleaching* atau pemutihan menggunakan NaOCl 4%. NaOCl digunakan untuk melarutkan sisa-sisa lignin dan hemiselulosa pada serat. Hal ini sesuai dengan penelitian Sghaier, dkk (2012) bahwa fungsi NaOCl selain sebagai pemutih juga dapat sebagai pelarut untuk menghilangkan hemiselulosa dan lignin sehingga pemurnian selulosa lebih optimal serta dapat meningkatkan kecerahan selulosa [18]. Pada tahapan *bleaching* terjadi perubahan warna selulosa dari cokelat menjadi putih kekuningan. Hasil selulosa ampas tebu yang diperoleh berwarna putih kekuningan dengan rendemen sebesar 20,86%.

### *Pembuatan Bioplastik*

Pada proses pembuatan bioplastik diperlukan pemanasan sampai suhu 80 °C. Pemanasan ini bertujuan untuk proses gelatinisasi pada pati yang ditandai dengan mengentalnya larutan dan perubahan warna larutan dari keruh menjadi jernih. Pada dasarnya pembuatan bioplastik berbasis pati menggunakan prinsip gelatinisasi.

Bioplastik yang dihasilkan bertekstur halus dan elastis serta memiliki warna cokelat gelap seperti pada **Gambar 1**. Warna cokelat yang dihasilkan karena sifat pati kulit singkong yang berwarna putih kecokelatan. Semakin banyak selulosa yang ditambahkan maka semakin mengurangi transparansi bioplastik karena selulosa mempengaruhi ketebalan bioplastik.

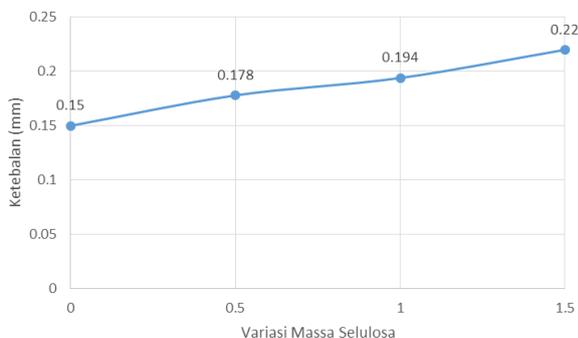


**Gambar 1** Bioplastik dengan Variasi Massa Selulosa  
a) 0 g; b) 0,5 g; c) 1 g; d) 1,5 g.

### Analisis Karakteristik Sifat Fisik Bioplastik

#### Ketebalan Bioplastik

Pengukuran ketebalan penting karena dapat mempengaruhi nilai kuat tarik dan elongasi. Ketebalan juga berpengaruh terhadap ketangguhan bioplastik sebagai pengemas. Jenis komponen yang ditambahkan mempengaruhi nilai ketebalan bioplastik yang dihasilkan seperti pada **Gambar 2**.



**Gambar 29** Hasil Pengukuran Ketebalan Bioplastik

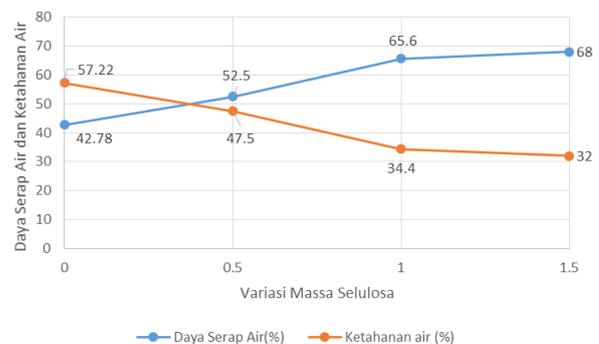
Hasil menunjukkan bahwa penambahan selulosa mempengaruhi ketebalan bioplastik. Semakin tinggi penambahan selulosa maka ketebalan bioplastik meningkat. Penelitian Ningsih, dkk (2019) juga mengalami peningkatan nilai ketebalan seiring dengan penambahan *filler* CMC dari 0,13 mm sampai 0,169 mm [19].

Hal ini sesuai dengan penelitian Darni, dkk (2018) menyatakan bahwa penambahan zat pengisi pada bioplastik dapat mempengaruhi ketebalan karena kemampuan zat pengisi untuk mengisi ruang kosong pada bioplastik [20].

Selulosa memiliki struktur rantai yang lurus dan mampu menyusup pada ruang bioplastik sehingga bioplastik dengan penambahan selulosa lebih tebal. Nilai ketebalan yang meningkat juga dapat disebabkan banyaknya padatan pada larutan sehingga bioplastik yang dihasilkan semakin tebal.

#### Daya Serap Air (*water uptake*) dan Ketahanan Air Bioplastik

Pengujian daya serap air dan ketahanan air bertujuan untuk mengetahui kemampuan bioplastik dalam menyerap air. Ketahanan air pada bioplastik memberikan kualitas masa simpan bioplastik. Hasil uji daya serap air dan ketahanan bioplastik terhadap air ditunjukkan pada **Gambar 3**.



**Gambar 3** Hasil Pengujian Daya Serap Air dan Ketahanan Air Bioplastik.

Dari hasil menunjukkan bahwa penambahan selulosa mempengaruhi daya serap air dan ketahanan air pada bioplastik. Bioplastik tanpa penambahan selulosa memiliki daya serap air yang paling rendah yaitu sebesar 42,78% dan ketahanan air yang tinggi yaitu sebesar 57,22% sedangkan bioplastik dengan penambahan selulosa 1,5 gram memiliki daya serap air yang tinggi yaitu sebesar 68% dan ketahanan air yang rendah yaitu sebesar 32%. Semakin banyak penambahan selulosa pada bioplastik semakin tinggi penyerapan airnya dan semakin rendah ketahanan airnya.

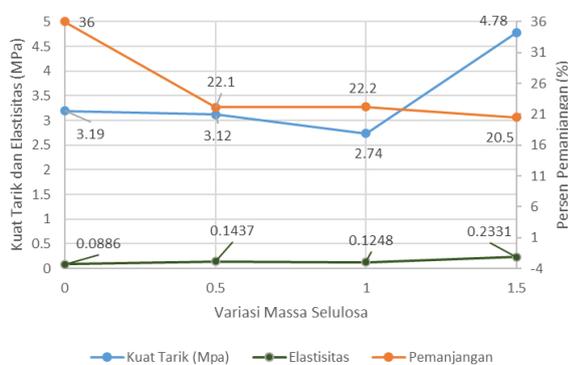
Peningkatan nilai daya serap air pada bioplastik terjadi pada penelitian Intandiana, dkk (2019) dimana bioplastik dengan kandungan selulosa tertinggi memiliki nilai daya serap air yang tinggi dibandingkan pada bioplastik tanpa penambahan selulosa [21]. Penelitian lain yang dilakukan oleh Sulityo dan Ismiyati (2012) diperoleh bioplastik dari pati singkong dan selulosa dari rumput laut menghasilkan daya serap

air sebesar 80-175% dengan konsentrasi selulosa bervariasi [22].

Menurut Siswanto, dkk (2020) penambahan selulosa akan mengurangi sifat hidrofilik karena sifat selulosa yang sulit berinteraksi dengan air. Sulitnya selulosa berinteraksi dengan air karena selulosa memiliki rantai yang panjang serta ikatan hidrogen yang kuat [23]. Namun penambahan selulosa yang berlebih cenderung meningkatkan daya serap selulosa. Hal ini disebabkan karena ikatan hidrogen dalam molekul selulosa cenderung membentuk ikatan hidrogen intramolekul termasuk dengan molekul air [24].

Ukuran selulosa juga berpengaruh terhadap daya serap air, semakin kecil ukuran selulosa maka akan semakin tinggi ketahanan airnya. Hermansyah, dkk (2014) mengatakan bahwa penyerapan air pada selulosa terjadi pada bagian amorf, sedangkan jika ukuran kristalin memiliki ruang kosong yang relatif kecil, sehingga permeabilitas uap air dapat menurun. Upaya untuk menurunkan daya serap air pada bioplastik dapat memperkecil ukuran selulosa menjadi kristalin atau nanoselulosa [25].

#### Analisis Karakteristik Sifat Mekanik Bioplastik



**Gambar 4** Hasil Pengujian Sifat Mekanik Bioplastik

Karakteristik sifat mekanik bioplastik dapat dilihat melalui pengujian kuat tarik, persen pemanjangan (elongasi), dan elastisitas (modulus young). Sifat mekanik bioplastik yang dihasilkan dipengaruhi komponen penyusunnya. Hasil sifat mekanik bioplastik dapat dilihat pada **Gambar 4**.

#### Analisis Kuat Tarik

Pengujian kuat tarik bertujuan untuk mengetahui kekuatan tarik bioplastik ketika diberikan beban. Nilai yang diperoleh akan menunjukkan kekuatan tegangan maksimum

bahan untuk menahan beban yang diberikan. Hasil kuat tarik bioplastik dapat dilihat pada **Gambar 4**.

Hasil pengujian kuat tarik menunjukkan penambahan selulosa berpengaruh terhadap kuat tarik bioplastik. Bioplastik dengan penambahan selulosa 1,5 gram memiliki nilai kuat tarik tertinggi yaitu sebesar 4,78 Mpa. Nilai kuat tarik yang dihasilkan masih belum memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI) 7818:2014 dimana syarat nilai kuat tarik plastik minimal 13,7 Mpa. Namun, nilai kuat tarik yang dihasilkan lebih besar dibandingkan pada penelitian Kamaluddin, dkk (2022) yaitu sebesar 3,2893 Mpa dengan penambahan selulosa limbah kertas [26] dan penelitian Radtra, dkk (2021) sebesar 1,4988 Mpa pada *filler* kalsium karbonat dan 1,9843 Mpa pada *filler* kalsium silikat [27].

Hal ini sesuai dengan penelitian Septiosari, dkk (2014) menyatakan bahwa penambahan selulosa yang tinggi cenderung meningkatkan kekuatan tarik pada bioplastik, karena selulosa memiliki rantai polimer yang lurus dan panjang sehingga menguatkan plastik [28]. Selain itu, peningkatan nilai kuat tarik pada penambahan selulosa yang tinggi karena daya tarik permukaan yang baik dimana terbentuknya ikatan hidrogen yang kuat antara gugus hidroksil (O-H) dari pati dengan gugus hidroksil (O-H) dari selulosa [28]. Serat selulosa akan mengurangi ruang pori-pori pada plastik sehingga lebih kuat dan tahan tarikan.

#### Analisis Persen Pemanjangan (elongasi)

Pengujian elongasi atau persen perpanjangan pada bioplastik bertujuan untuk mengetahui kemampuan perpanjangan plastik dimana hasil berupa nilai persentase yang menunjukkan perubahan panjang plastik saat ditarik hingga putus. Semakin tinggi nilai elongasi maka plastik akan semakin fleksibel dan plastis. Hasil persen perpanjangan bioplastik berdasarkan variasi penambahan selulosa seperti pada **Gambar 4**.

Hasil menunjukkan bahwa penambahan selulosa mempengaruhi nilai elongasi pada bioplastik. Berdasarkan hasil tersebut nilai elongasi tertinggi ialah pada bioplastik tanpa penambahan selulosa yaitu sebesar 36% sedangkan nilai elongasi bioplastik terendah ialah pada bioplastik dengan penambahan massa 1,5 g yaitu sebesar 20,5%. Persen perpanjangan bioplastik yang dihasilkan belum memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI) 7818:2014 dimana rentang standar persen perpanjangan ialah

400-1120%. Pada bioplastik tanpa penambahan selulosa memiliki regangan yang lebih tinggi dibandingkan bioplastik dengan penambahan selulosa.

Hal ini sesuai dengan penelitian Panjaitan (2017) menyatakan bahwa penambahan selulosa berbanding terbalik dengan nilai persen elongasi, semakin banyak kandungan selulosa dalam plastik maka akan semakin menurunkan nilai persen elongasi [24]. Penurunan persen elongasi terjadi karena terdapat ikatan antara gugus hidroksil (O-H) dari pati dan gugus hidroksil (O-H) dari selulosa, kedua gugus ini saling berikatan membentuk ikatan hidrogen yang kuat, semakin banyak ikatan hidrogen akan menurunkan jarak ikatan antar molekul, selain itu ikatan ini mengurangi kebebasan pergerakan molekul pati untuk berpindah dan bergeser sehingga meningkatkan sifat kaku serta menurunkan sifat elastis pada plastik [29].

Bioplastik tanpa penambahan selulosa memiliki nilai elongasi paling tinggi juga berkaitan dengan penambahan *plasticizer*. Penambahan gliserol sebagai *plasticizer* akan meningkatkan nilai elastisitas sehingga dapat meningkatkan nilai elongasi dimana akan menurunkan gaya intermolekuler pada rantai polimer sehingga meningkatkan fleksibilitas [24]. Dari hasil percobaan bahwa penambahan selulosa belum mampu meningkatkan nilai persen elongasi.

#### *Analisis Elastisitas (modulus young)*

Pengujian modulus young atau elastisitas bertujuan untuk mengetahui elastisitas suatu plastik. Nilai modulus young merupakan ketahanan suatu plastik ketika diberi beban sampai terjadi deformasi. Modulus young berbanding lurus dengan nilai kuat tarik dan berbanding terbalik dengan nilai elongasi. Semakin kecil nilai modulus young maka akan semakin elastis suatu plastik. Nilai modulus young diperoleh dari perbandingan antara nilai kuat tarik terhadap nilai elongasi [30]. Nilai modulus young bioplastik berdasarkan variasi penambahan selulosa pada **Gambar 4**.

Penambahan selulosa pada bioplastik akan meningkatkan nilai modulus young dimana nilai modulus young yang tinggi akan memberikan kekakuan pada plastik, begitupun sebaliknya nilai modulus young yang rendah akan memberikan sifat elastis pada plastik [31]. Dari hasil tersebut bioplastik dengan penambahan selulosa 1,5 gram memiliki nilai modulus young tertinggi sebesar 0,2331 Mpa, sedangkan nilai modulus young

terendah pada bioplastik tanpa penambahan selulosa, sebesar 0,0886 Mpa.

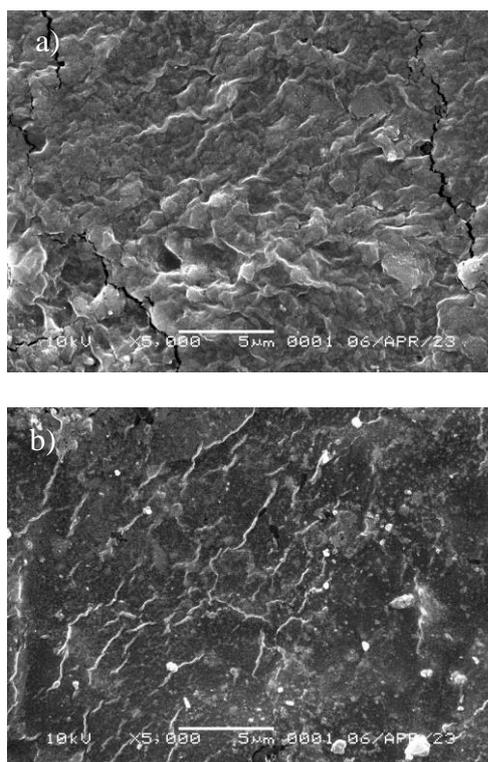
Bioplastik tanpa penambahan selulosa memiliki elastisitas yang tinggi dibandingkan bioplastik dengan penambahan selulosa. Hal ini disebabkan bioplastik tanpa selulosa memiliki jarak ikatan antar molekul yang rendah sehingga gerakan antar molekulnya lebih bebas dan dapat meningkatkan fleksibilitas serta elastisitas plastik [26]. Dari hasil percobaan bahwa penambahan selulosa cenderung menurunkan elastisitas.

#### *Analisis Morfologi Bioplastik*

Analisis morfologi bioplastik bertujuan untuk mengetahui morfologi dari bioplastik yang diperoleh. Bioplastik yang baik ialah bioplastik yang memiliki permukaan homogen. Kehomogenan bioplastik ini mempengaruhi sifat fisik dan mekanik pada bioplastik. Sampel bioplastik yang di uji menggunakan SEM yaitu pada bioplastik tanpa penambahan selulosa dan bioplastik dengan penambahan selulosa 1,5 gram. Hasil morfologi dapat dilihat pada **Gambar 5**.

Bioplastik tanpa penambahan selulosa menghasilkan struktur yang tidak rata. Terlihat banyak butiran pati yang tidak tergelatinisasi sempurna serta banyaknya ruang kosong pada permukaan bioplastik yang menandakan banyak gelombang udara. Penelitian Udyani, dkk (2021) menyatakan bahwa gelombang udara yang dihasilkan disebabkan kurang homogenya pada proses pencampuran, dimana pengadukan, waktu dan suhu pengeringan yang tidak sesuai [32].

Pada bioplastik dengan penambahan selulosa 1,5 gram menghasilkan permukaan bioplastik yang tidak rata, hal tersebut disebabkan kurangnya homogen saat proses pencampuran. Selain itu sifat selulosa yang tidak larut dalam air sehingga menghasilkan permukaan yang kurang homogen. Pada permukaan terlihat bahwa terdapat retakan-retakan pada permukaan bioplastik yang menandakan ukuran selulosa masih terlalu besar sehingga partikel selulosa pada matriks pati tidak rapat. Pada penelitian Setiawan, dkk (2015) menyatakan bahwa kurang rapatnya struktur pada retakan tersebut menyebabkan air akan terserap lebih banyak [33].



**Gambar 5** Hasil Pengujian SEM a) Bioplastik pati kulit singkong + gliserol; b) Bioplastik pati kulit singkong + gliserol + selulosa 1,5 g.

Selain itu terlihat banyaknya penumpukkan komponen selulosa pada beberapa titik. Penumpukkan tersebut menandakan aglomerasi pada matriks pati. Aglomerasi ini

terjadi karena tidak meratanya persebaran pengisi yang ditambahkan sehingga mengakibatkan bioplastik yang dihasilkan tidak maksimal. Jika penambahan selulosa terlalu sedikit atau banyak akan menyebabkan aglomerasi. Hal ini sesuai dengan penelitian Panjaitan, dkk (2017) menyatakan bahwa peningkatan kandungan zat pengisi menyebabkan terbentuknya aglomerat yang besar pada partikel pengisi [24].

Morfologi bioplastik tanpa penambahan selulosa terlihat banyak ruang kosong jika dibandingkan dengan morfologi bioplastik penambahan selulosa 1,5 gram. Hal ini membuktikan bahwa kemampuan selulosa sebagai zat pengisi akan mengisi ruang kosong pada bioplastik berbasis pati sehingga menghasilkan struktur yang kompak dan meningkatkan kuat tarik.

#### *Analisis Biodegradasi Bioplastik*

Pengujian biodegradasi bioplastik bertujuan untuk menentukan laju degradasi bioplastik sehingga dapat memperkirakan berapa lama waktu yang dibutuhkan bioplastik untuk terdegradasi dengan baik di lingkungan. Pengujian ini dilakukan dengan mengubur sampel menggunakan tanah dan diamati setiap 48 jam untuk mengetahui penurunan berat massa sampel yang terdegradasi. Hasil degradasi bioplastik ditunjukkan pada **Tabel 1**.

**Tabel 1** Hasil Degradasi Bioplastik

Variasi massa selulosa (g)	Massa Awal (g)	Massa Per minggu (g)				Massa Hilang (%)
		2	4	6	8	
0	0,0966	0,0879	0,0814	0,0699	0,0476	50,72%
0,5	0,1020	0,0814	0,0764	0,0622	0,0452	55,68%
1	0,1026	0,0786	0,0752	0,0613	0,0404	60,62%
1,5	0,1002	0,0751	0,0700	0,0567	0,0261	73,95%

Hasil menunjukkan bahwa bioplastik dengan penambahan selulosa lebih cepat terdegradasi dibandingkan pada bioplastik tanpa penambahan selulosa. Bioplastik dengan penambahan selulosa 1,5 gram memiliki kehilangan massa lebih tinggi yaitu 73,95% dalam

waktu 56 hari sedangkan bioplastik tanpa penambahan selulosa memiliki kehilangan persen massa lebih rendah yaitu 50,72% dalam waktu 56 hari. Terjadinya degradasi secara fisik ditandai dengan penurunan massa, perubahan warna dan kerapuhan pada bioplastik seperti pada **Tabel 2**.

**Tabel 2** Perubahan Morfologi Bioplastik

Minggu ke-2	Minggu ke-4	Minggu ke-6	Minggu ke-8
 <b>Selulosa (0 g)</b> Kaku dan kering	 <b>Selulosa (0 g)</b> Kaku, kering dan rapuh	 <b>Selulosa (0 g)</b> Kaku, kering dan rapuh, sedikit berjamur	 <b>Selulosa (0 g)</b> Kaku, kering, rapuh berjamur dan terurai
 <b>Selulosa (0,5 g)</b> Kaku dan kering	 <b>Selulosa (0,5 g)</b> Kering dan rapuh	 <b>Selulosa (0,5 g)</b> Berjamur dan terurai di tepi potongan	 <b>Selulosa (0,5 g)</b> Kaku, kering, rapuh berjamur dan terurai
 <b>Selulosa (1 g)</b> Kering dan rapuh	 <b>Selulosa (1 g)</b> Kering dan rapuh	 <b>Selulosa (1 g)</b> Rapuh, berjamur dan terurai di tepi potongan	 <b>Selulosa (1 g)</b> Kaku, kering, rapuh berjamur dan terurai
 <b>Selulosa (1,5)</b> Terurai di tepi potongan	 <b>Selulosa (1,5 g)</b> Terurai di tepi potongan dan berjamur	 <b>Selulosa (1,5 g)</b> Rapuh, berjamur dan terurai di tepi potongan	 <b>Selulosa (1,5 g)</b> Kaku, kering, rapuh berjamur dan terurai

Bioplastik mulai terjadi perubahan morfologi pada minggu ke-2 pada penambahan variasi selulosa 1,5 gram ditandai dengan kerusakan ditepi potongan bioplastik, selain itu terjadi perubahan elastisitasnya dimana bioplastik semakin kaku dan rapuh. Pertumbuhan jamur pada permukaan bioplastik mulai terlihat pada minggu ke-6, bioplastik dengan penambahan selulosa 1,5 gram terlihat lebih banyak jamur yang tumbuh dibandingkan pada bioplastik tanpa penambahan selulosa. Terlihat bahwa seiring penambahan selulosa, perubahan morfologi bioplastik terlihat, namun bioplastik tanpa penambahan selulosa tidak terjadi perubahan secara signifikan dibandingkan pada bioplastik dengan penambahan selulosa.

Bioplastik mulai terjadi perubahan morfologi pada minggu ke-2 pada penambahan variasi selulosa 1,5 gram ditandai dengan kerusakan ditepi potongan bioplastik, selain itu terjadi perubahan elastisitasnya dimana bioplastik semakin kaku dan rapuh. Pertumbuhan jamur pada permukaan bioplastik mulai terlihat pada minggu ke-6, bioplastik dengan penambahan selulosa 1,5 gram terlihat lebih banyak jamur yang tumbuh dibandingkan pada bioplastik tanpa penambahan selulosa. Terlihat bahwa seiring penambahan selulosa, perubahan morfologi bioplastik terlihat, namun bioplastik tanpa penambahan selulosa tidak terjadi perubahan secara signifikan dibandingkan pada bioplastik dengan penambahan selulosa [10].

Penelitian Alfian, dkk (2020) juga menghasilkan bioplastik berbasis pati kulit singkong yang terdegradasi sempurna selama 40 hari [5]. Menurut Behjat (2009) semakin banyak selulosa maka semakin cepat plastik akan terdegradasi. Jadi yang berperan sebagai faktor biodegradabilitas ialah selulosa [34].

Laju degradasi bioplastik dengan massa selulosa 1,5 gram dan 1 gram terdegradasi sempurna pada hari ke 63, bioplastik massa 0,5 gram terdegradasi sempurna pada hari ke 64, sedangkan bioplastik tanpa penambahan selulosa terdegradasi sempurna pada hari ke 68. Hasil degradasi masih belum memenuhi Standar Nasional Indonesia (SNI) yaitu terdegradasi 60% dalam waktu 1 minggu.

Komponen lain pada bioplastik yang berperan dalam laju degradasi ialah pati dan gliserol. Kandungan pati pada bioplastik bersifat hidrofilik sehingga berperan meningkatkan penyerapan air dan memberikan ruang kondusif untuk perkembangan mikroorganisme. Selain itu, penambahan *plasticizer* juga dapat menurunkan kerapatan bioplastik menyebabkan terbentuknya rongga yang lebih besar sehingga berpotensi masuknya air sebagai media pertumbuhan mikroba yang mengurai bioplastik [32]. Wahyuningtyas, dkk (2017) juga menyatakan penambahan gliserol dapat meningkatkan degradasi karena gliserol memiliki kemampuan untuk menyerap air dengan mudah [35]. Semakin tinggi sifat hidrofilik pada bioplastik maka akan semakin banyak menyerap air sehingga kelembapan pada bioplastik semakin meningkat. Kelembapan yang tinggi dapat mempengaruhi aktivitas mikroba untuk mendegradasi.

## SIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa penambahan selulosa ampas tebu sebagai zat pengisi berpengaruh terhadap bioplastik berbasis pati kulit singkong. Selulosa yang ditambahkan dapat meningkatkan sifat fisik dan sifat mekanik.

Semakin banyak penambahan selulosa sebagai zat pengisi pada bioplastik maka semakin cepat waktu degradasi. Hasil biodegradasi terbaik pada bioplastik penambahan variasi selulosa 1,5 gram yang terdegradasi sempurna pada hari ke 63.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini didukung oleh Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati sebagai

penyedia laboratorium terpadu. Serta saya ucapkan terima kasih kepada Ibu Vina Amalia, S.Pd., M.Si. serta Ibu Ira Ryski Wahyuni, M.T. atas bimbingannya. Kemudian para dosen dan seluruh pegawai di Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi. Serta saya ucapkan kepada pihak yang tidak bisa saya ucapkan satu persatu.

## REFERENSI

- [1] A. Melani, N. Herawati dan A. F. Kurniawan, "Bioplastik Pati Umbi Talas Melalui Proses Melt Intercalation," *Distilasi*, vol. 2, pp. 53-67, 2017.
- [2] KLHK, "Indonesia Memasuki Era Baru Pengelolaan Sampah," [https://www.menlhk.go.id/site/single\\_post/2753](https://www.menlhk.go.id/site/single_post/2753), 2020.
- [3] E. Yanwardhana, "Kemenperin," Kementerian Perindustrian Republik Indonesia, 8 Maret 2016. [Online]. Available: <https://www.kemenperin.go.id/artikel/14667/Industri-Bioplastik-Terganjal-Bahan-Baku>. [Diakses 14 Mei 2023].
- [4] Deutsche Welle, "DW," Deutsche Welle, 31 Agustus 2020. [Online]. Available: <https://www.dw.com/id/masih-ditemukan-pelanggaran-penggunaan-plastik-sekali-pakai-di-ibu-kota/a-54770279>. [Diakses 14 Mei 2023].
- [5] A. Alfian, D. Wahyuningtyas dan P. D. Sukmawati, "Pembuatan Edible Film Dari Pati Kulit Singkong Menggunakan Plasticizer Sorbitol Dengan Asam Sitrat Sebagai Crosslinking Agent," *Jurnal Inovasi Proses*, vol. 5, no. 2, pp. 46-56, 2020.
- [6] C. M. P. Yoshida, E. N. O. Junior dan T. T. Franco, "Chitosan Tailor-Made Films: The Effects of Additives on Barrier and Mechanical Properties," *Packaging Technology and Science*, vol. 22, pp. 161-170, 2009.
- [7] F. U. Situmorang, A. Hartiati dan B. A. Harsojuwono, "Pengaruh Konsentrasi Pati Ubi Talas (*Colocasia esculenta*) dan Jenis Plasticizer terhadap Karakteristik Bioplastik," *Jurnal Rekayasa dan Manajemen Agroindustri*, vol. 7, no. 3, pp. 457-467, 2019.

- [8] P. Treenata, P. Monvisade dan M. Yamaguchi, "The Effect Glycerol/Water and Sorbitol/Water on the Plasticization of Hydroxyethylacryl Chitosan/Sodium Alginate Films," *MATEC Web of Conference*, vol. 3033, pp. 1-4, 2015.
- [9] R. Wicaksono, K. Syamsu, I. Yuliasih dan M. Nasir, "Karakteristik Nanoserat Selulosa dari Ampas Tapioka dan Aplikasinya sebagai Penguat Film Tapioka," *Jurnal Teknologi Industri Pertanian*, vol. 1, no. 23, pp. 38-45, 2013.
- [10] I. M. Dewi, A. Z. Johannes, R. K. Pingak, M. Bukit dan H. I. Sutaji, "Pembuatan Bioplastik Berbahan Dasar Pati Jagung dengan Penambahan Serat Selulosa Dari Limbah Kertas," *Jurnal Fisika*, vol. 6, no. 2, pp. 91-96, 2021.
- [11] S. Gea, K. M. Pasaribu, A. A. Sarumaha dan S. Rahayu, "Cassava starch/bacterial cellulose-based bioplastics with *Zanthoxylum acanthopodium*," *Biodiversitas*, vol. 23, no. 5, pp. 2601-2608, 2022.
- [12] M. Samsuri, M. Gozan, R. Mardias, M. Baiquni, H. Hermansyah, A. Wijinarko, B. Prasetya dan M. Nasikin, "Pemanfaatan Selulosa Bagas Untuk Produksi Ethanol Melalui Sakarifikasi Dan Fermentasi Serentak Dengan Enzim Xylanase," *Makara, Teknologi*, vol. 11, pp. 17-24, 2007.
- [13] N. D. Sunarya, B. Rusdi dan K. M. Yuliawati, "Penelusuran Pustaka Metode Ekstraksi Pati dari Biji Tumbuhan," *Prosiding Farmasi*, vol. 7, no. 2, pp. 1-7, 2021.
- [14] M. Syuhada, S. A. Sofa dan E. Sedyadi, "The Effect of Cassava Peel Starch Addition to Bioplastic Biodegradation Based On Chitosan On Soil and River Water Media," *Biology, Medicine, & Natural Product Chemistry*, vol. 9, no. 1, pp. 7-13, 2020.
- [15] Isroi, A. Cifriadi, T. Panji, N. A. Wibowo dan K. Syamsu, "Bioplastic production from cellulose of oil palm empty fruit bunch," *Earth and Environmental Science*, vol. 65, pp. 1-9, 2017.
- [16] S. Safaria, N. Idiawati dan T. A. Zaharah, "Efektivitas Campuran Enzim Selulase Dari *Aspergillus Niger* dan *Trichoderma Reesei* Dalam Menghidrolisis Substrat Sabut Kelapa," *JKK*, vol. 2, no. 1, pp. 46-51, 2013.
- [17] G. P. Maitan-Alfenas, E. M. Visser, R. F. Alfenas, B. R. G. Nogueira, G. G. d. Campos, A. A. Milagres, R. P. d. Vries dan V. V. Guimarães, "The influence of pretreatment methods on saccharification of sugarcane bagasse by an enzyme extract from *Chrysosporthe cubensis* and commercial cocktails: A comparative study," *Bioresource Technology*, vol. 192, pp. 670-676, 2015.
- [18] A. E. O. Sghaier, Y. Chaabouni, S. Msahli dan F. Sakli, "Morphological and crystalline characterization of NaOH and NaOCl treated *Agave americana* L, fiber," *Industrial Crops and Products*, vol. 36, pp. 257-266, 2012.
- [19] E. P. Ningsih, D. Ariyani dan Sunardi, "Pengaruh Penambahan Carboxymethyl Cellulose Terhadap Karakteristik Bioplastik Dari Pati Ubi Nagara (*Ipomoea batatas* L.)," *Indo. J. Chem. Res.*, vol. 7, no. 1, pp. 77-85, 2019.
- [20] Y. Darni, L. Lismeri, M. Hanif, Sarkowi dan S. D. Evaniya, "Peningkatan Kuat Tarik Bioplastik dengan Filler Microfibrillated Cellulose dari Batang Sorgum," *Jurnal Teknik Kimia Indonesia*, vol. 18, no. 2, pp. 37-41, 2019.
- [21] S. Intandiana, A. H. Dawam, Y. R. Denny, R. F. Septiyanto dan I. Afifah, "Pengaruh Karakteristik Bioplastik Pati Singkong dan Selulosa Mikrokristalin Terhadap Sifat Mekanik dan Hidrofobisitas," *EduChemia*, vol. 4, no. 2, pp. 185-194, 2019.
- [22] H. W. Sulityo dan Ismiyati, "Pengaruh Formulasi Pati Singkong-Selulosa Terhadap Sifat Mekanik dan Hidrofobisitas PADA pembuatan bioplastik," *KONVERSI*, vol. 1, no. 2, pp. 23-30, 2012.
- [23] Y. D. SISWANTO, "Potensi Bioplastik Berbasis Pati Kulit Singkong dengan Pengisi Selulosa Sabut Kelapa Berdasarkan Studi Literatur," Departemen Kimia Institut Pertanian Bogor, Bogor, 2020.
- [24] R. M. Panjaitan, Irdoni dan Bahruddin, "Pengaruh Kadar dan Ukuran Selulosa Berbasis Batang Pisang terhadap Sifat dan

- Morfologi Bioplastik Berbahan Pati Umbi Talas,” *Jom FTEKNIK*, vol. 4, no. 1, pp. 1-7, 2017.
- [25] H. Hermansyah, R. Carissa, M. B. Faiz dan P. Deni, “Food Grade Bioplastic based on Corn Starch with Banana Pseudostem Fibre/Bacterial Cellulose Hybrid Filler,” *Advanced Materials Research*, vol. 997, pp. 158-168, 2014.
- [26] M. A. Kamaluddin, Maryono, Hasri, M. U. Genisa dan H. P. Rizal, “Pengaruh Penambahan Plasticizer Terhadap Karakteristik Bioplastik dari Selulosa Limbah Kertas,” *Analit: Analytical and Environmental Chemistry*, vol. 7, no. 02, pp. 197-208, 2022.
- [27] A. H. A. Radtra dan S. Udjiana, “Pembuatan Plastik Biodegradable dari Pati Limbah Tongkol Jagung (*Zea Mays*) dengan Penambahan Filler Kalsium Silikat dan Kalsium Karbonat,” *Distilat*, vol. 2, no. 7, pp. 427-435, 2021.
- [28] A. Septiosari, Latifah dan E. Kusumastuti, “Pembuatan Dan Karakterisasi Bioplastik Limbah Biji Mangga Dengan Penambahan Selulosa dan Gliserol,” *Indonesian Journal of Chemical Science*, vol. 2, no. 3, pp. 157-162, 2014.
- [29] Maulida, M. Siagian dan P. Tarigan, “Production of Starch Based Bioplastic from Cassava Peel Reinforced with Microcrystalline Cellulose Avicel PH101 Using Sorbitol as Plasticizer,” *Journal of Physics*, vol. 710, pp. 1-7, 2016.
- [30] Y. Darni, T. M. Sitorus dan M. Hanif, “Produksi Bioplastik dari Sorgum dan Selulosa Secara Termoplastik,” *Jurnal Rekayasa Kimia dan Lingkungan*, vol. 10, no. 2, pp. 55-62, 2014.
- [31] I. Amri, Khairani dan Irdoni, “Sintesis dan karakterisasi bioplastik dari bahan baku ubi kayu (starch cassava) dan serat nanas,” *Chempublish Journal*, vol. 4, no. 2, pp. 62-70, 2019.
- [32] K. Udyani, K. Rinto dan Y. Handarni, “Pengolahan Limbah Penggilingan Padi Menjadi Bioplastik menggunakan Plasticizer Sorbitol,” *Journal of Industrial Process and Chemical Engineering*, vol. 1, no. 1, pp. 18-24, 2021.
- [33] H. Setiawan, R. Faizal dan A. Amrullah, “Penentuan Kondisi Optimum Modifikasi Konsentrasi Plasticizer Sorbitol Pva Pada Sintesa Plastik Biodegradable Berbahan Dasar Pati Sorgum dan Chitosan Limbah Kulit Udang,” *Saintekno*, vol. 13, no. 1, pp. 29-38, 2015.
- [34] T. Behjat, A. R. Russly, C. A. Luqman, A. Y. Yus dan L. Nor Azowa, “Effect of PEG on the Biodegradability Studies of Kenaf Cellulose-Polyethylene Composites,” *International Food Research Journal*, vol. 16, pp. 243-247, 2009.
- [35] N. E. Wahyuningtiyas dan H. Suryanto, “Analysis of Biodegradation of Bioplastics Made of Cassava Starch,” *Journal of Mechanical Engineering Science and Technology*, vol. 1, no. 1, pp. 41-54, 2017.

## Karbon Aktif Limbah Serbuk Kayu Jati Termodifikasi Kitosan sebagai Adsorben Ion Logam Kadmium(II)

ADNAN FARRAS SUHENDI<sup>1\*</sup>, VINA AMALIA<sup>1</sup>, DAN ADI MULYANA SUPRIATNA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung

\* alamat email korespondensi: adnanfarras12@gmail.com

### Informasi Artikel

### Abstrak/Abstract

)Kata Kunci:  
adsorpsi; isoterm;  
karbon aktif;  
kitosan; logam berat;  
modifikasi.

Perkembangan industri dan aktivitas manusia menyebabkan peningkatan pencemaran ion logam kadmium(II). Adsorpsi menggunakan karbon aktif merupakan metode yang efektif dalam menurunkan kadar logam berat. Untuk meningkatkan efisiensi dan kapasitas adsorpsi dari karbon aktif maka dilakukan modifikasi menggunakan kitosan. Pada penelitian ini modifikasi dilakukan dengan menambahkan kitosan ke dalam karbon aktif hasil preparasi dari limbah serbuk kayu jati selanjutnya dilakukan karakterisasi menggunakan instrumen SEM dan FTIR. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa karbon aktif hasil modifikasi memiliki permukaan yang lebih teratur dan rata. Kemudian ditemukan gugus fungsi -OH, gugus fungsi imina (C=N), gugus fungsi C-H simetris dan gugus fungsi alkohol primer pada karbon aktif hasil modifikasi. Selanjutnya, karbon aktif termodifikasi kitosan diaplikasikan kepada ion logam kadmium. Hasil penelitian ini menunjukkan bahwa karbon aktif dari limbah serbuk kayu jati mempunyai kadar air sebesar 3,01% yang memenuhi SNI 06-3730-1995. Selain itu, karbon aktif hasil modifikasi memiliki nilai kapasitas adsorpsi sebesar 69,99 mg/g dan efisiensi sebesar 99,992%, yang lebih baik dibandingkan karbon aktif sebelum modifikasi. Isoterm adsorpsi juga ditentukan pada penelitian ini untuk mengetahui model isoterm mana yang cocok digunakan, hasilnya model isoterm Freundlich lebih cocok digunakan untuk adsorben karbon aktif limbah serbuk kayu jati termodifikasi kitosan terhadap ion logam kadmium.

Keywords:  
activated carbon;  
adsorption;  
chitosan; heavy  
metal; isotherm;  
modification.

*The development of industries and human activities has increased the pollution of metal ion cadmium(II). Adsorption using activated carbon is an effective method for reducing heavy metal concentrations. To enhance the efficiency and adsorption capacity of activated carbon, modification using chitosan is performed. In this study, the modification is carried out by adding chitosan to the activated carbon prepared from waste teakwood powder, followed by characterization using SEM and FTIR instruments. The characterization results indicate that the modified activated carbon has a more regular and uniform surface. Additionally, functional groups such as -OH, imina (C=N), symmetric C-H, and primary alcohol groups are identified in the modified activated carbon. Furthermore, the chitosan-modified activated carbon is applied to cadmium metal ions. The research findings show that the activated carbon derived from waste teakwood powder has a moisture content of 3,01%, meeting the requirements of the Indonesian National Standard (SNI 06-3730-1995). Moreover, the modified activated carbon exhibits an adsorption capacity of 69,99 mg/g and an efficiency of 99,992%, which is superior to the non-modified activated carbon. The adsorption isotherm is also determined in this study to identify the suitable model, and the Freundlich isotherm model is found to be more suitable for the chitosan-modified activated carbon derived from waste teakwood powder in adsorbing cadmium metal ions.*

### PENDAHULUAN

Perkembangan industri dan aktivitas manusia telah meningkatkan pembuangan limbah cair yang mengandung logam berat ke lingkungan. Kadar logam berat yang terkandung dalam limbah

cair sangat tinggi sehingga menimbulkan masalah terhadap lingkungan [1].

Salah satu logam non esensial yang berbahaya untuk manusia adalah kadmium. Kadmium (Cd) memiliki karakteristik berwarna putih keperakan yang mirip dengan logam

aluminium, serta tahan panas dan tahan korosi. Kadmium (Cd) digunakan dalam elektrolisis dan merupakan pigmen dalam industri cat, enamel, dan plastik. Kadmium (Cd) merupakan logam berat yang berbahaya karena unsur ini memiliki resiko tinggi terhadap pembuluh darah, kadmium memiliki efek jangka panjang pada tubuh manusia dan terakumulasi dalam tubuh terutama pada hati dan ginjal [1]. Pada bentuk ioniknya kadmium adalah logam berat yang kerap ditemukan pada perairan. Sifatnya yang non-biodegradasi, biomagnifikasi, dan mudah terakumulasi dalam rantai makanan membuat ion logam berat ini menjadi ancaman serius bagi kesehatan dan lingkungan [2] [3].

Adsorpsi merupakan metode yang cocok digunakan untuk menghilangkan ion logam berat di lingkungan [4]. Adsorpsi bila dibandingkan dengan metode-metode lainnya seperti metode pengendapan, *ion exchange*, elektrokoagulasi, fotokatalis, ekstraksi pelarut, elektrodialisis, elektrokimia, filtrasi dengan membran, dan evaporasi, memiliki kelebihan yang tidak dimiliki oleh metode lain yaitu mudah diaplikasikan dan ramah lingkungan sehingga tidak menimbulkan efek samping yang beracun dan mampu menghilangkan bahan-bahan polutan organik maupun anorganik [5] [6].

Banyak adsorben yang biasa digunakan untuk menghilangkan logam berat, seperti karbon aktif, lempung, oksida logam, silika, dan zeolit. Namun, karbon aktif saat ini lebih disukai sebagai adsorben karena kapasitas dan laju adsorpsinya yang tinggi, struktur makropori dan permukaan internal, non toksisitas, dan ketahanan mekanik dan kimia yang tinggi [7]. Salah satu bahan yang berpotensi untuk dijadikan karbon aktif adalah limbah dari serbuk kayu jati. Menurut penelitian dari Abram *et al*, limbah hasil proses penggergajian kayu yang dihasilkan di Indonesia sebanyak 6 juta ton pertahun yang pada kenyataannya masih ada yang ditumpuk serta dibuang sehingga akan terjadi pencemaran dan merusak lingkungan [8]. Menurut penelitian yang dilakukan oleh Wijaya *et al*, menyebutkan bahwa karbon aktif dari serbuk kayu jati dengan aktivator  $H_3PO_4$  memiliki kadar air dan kadar abu yang memenuhi standar SNI yaitu sebesar 4,67% untuk kadar air dan kadar abu sebesar 5,67%. Selain itu karbon aktif dari serbuk kayu jati ini memiliki luas permukaan dan pori-pori yang besar, yang memungkinkan untuk mengikat di sejumlah besar situs aktif yang didistribusikan dalam kerangka bahan berpori. Pori-pori besar dapat mengatasi

batasan difusi pori dan memberikan kecepatan tinggi jalur untuk molekul gas. Hal ini dijelaskan dengan menggunakan teori umum polimerisasi silika [9].

Berbagai upaya telah banyak dilakukan baik secara fisika, kimia, dan biologi dengan tujuan untuk terus meningkatkan kapasitas adsorpsi agar dapat menghilangkan polutan secara maksimal. Saat ini, modifikasi kimia seperti perlakuan asam, basa, dan penambahan gugus fungsi lebih disukai sebab menunjukkan hasil yang lebih tinggi dan lebih efisien jika dibandingkan dengan modifikasi lain [10]. Banyak penelitian tentang modifikasi kimia terhadap adsorben salah satunya dengan penambahan biopolimer kitosan.

Kitosan merupakan material yang telah dikenal luas sebagai adsorben yang selektif, terutama untuk ion logam golongan transisi. Selektivitas kitosan berhubungan dengan kandungan gugus  $-NH_2$  dan  $-OH$  yang dapat bertindak sebagai ligan bagi ion logam. Namun, penggunaan kitosan secara langsung sebagai adsorben kurang efektif, karena kitosan mudah larut dalam asam yang dapat mengganggu dalam proses adsorpsi. Dalam beberapa tahun kebelakang, penelitian tentang adsorben kitosan terhadap ion logam berat timbal, kadmium, dan tembaga telah dilakukan dengan hasil kapasitas adsorpsi 10,37 mg/g dengan efisiensi 95,69% untuk ion logam timbal, efisiensi 98,7% dalam bentuk nanopartikel kitosan untuk ion logam kadmium, dan efisiensi 99,42% dengan waktu kontak 100 menit untuk ion logam tembaga [11] [111] [13]. Kitosan menjadi zat yang berpotensi dalam meningkatkan efisiensi dan kapasitas adsorpsi dari karbon aktif. Maka dari itu perlu dilakukan kajian mengenai karbon aktif dari limbah serbuk kayu jati yang dimodifikasi menggunakan kitosan sebagai adsorben untuk penyerapan ion logam kadmium(II).

## EKSPERIMEN

### Material

Bahan yang digunakan meliputi limbah serbuk kayu jati dari, kitosan komersil dengan derajat deasetilasi 88% dengan berat molekul sedang, larutan induk logam  $Cd(NO_3)_2$  (1000 ppm), padatan  $Cd(NO_3)_2 \cdot 4H_2O$ , padatan NaOH (p.a),  $CH_3COOH$  98% (Teknis),  $H_3PO_4$  85% (p.a),  $HNO_3$  Pekat, kertas saring whatman no 42, indikator pH universal, Aquadest dan AquaDM.

Alat yang digunakan meliputi gelas kimia (50,250, dan 1000 ml), labu ukur (25; 50; 100;

250; dan 500 ml), labu erlenmeyer (100 dan 250 ml), pipet volume (0,5; 1; 5; 10; dan 50 ml), pipet ukur (0,1; 0,5 dan 5 ml), botol vial, spatula, pipet tetes, *syringe*, corong, saringan 100 mesh, mortar alu, cawan porselen (90 mm), neraca analitik, oven, *furnace*, *hot plate*, *ballfiller*, dan *magnetic stirrer*.

### **Instrumentasi**

Instrumen yang digunakan meliputi *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS) (*Agilent Technologies 200 series AA, 240FS-AA*), *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) (*Thermo Scientific BDM1910155*) dan *Scanning Electron Microscope* (SEM) (*JSM-6380*).

### **Prosedur**

Penelitian ini terdiri dari 5 tahap, yaitu tahap preparasi karbon aktif, tahap modifikasi karbon aktif, tahap karakterisasi, tahap aplikasi, dan tahap penentuan isoterm adsorpsi.

#### *Preparasi Karbon Aktif Limbah Serbuk Kayu Jati*

Serbuk kayu yang didapatkan dibersihkan menggunakan AquaDm kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 110 °C selama 5 jam, kemudian dikarbonisasi pada *furnace* dengan suhu 350 °C selama 15 menit. Kemudian karbon aktif yang terbentuk diayak menggunakan saringan 100 Mesh. Setelah itu Karbon aktif direndam dalam larutan  $H_3PO_4$  dengan kemurnian 85% pada konsentrasi 15% selama 24 jam, kemudian dicuci dengan aquaDM hingga netral dan dikeringkan pada oven selama 2 jam dengan suhu 110 °C..

#### *Modifikasi Adsorben Karbon Aktif-Kitosan*

Sebanyak 4,0344 gram kitosan dilarutkan ke dalam 240 ml larutan  $CH_3COOH$  2% kemudian diaduk secara terus menerus pada suhu kamar selama 4 jam hingga terbentuk gel. Selanjutnya, karbon aktif hasil aktivasi ditambahkan secara perlahan dengan perbandingan (1:1) ke dalam gel kitosan tersebut lalu diaduk kembali selama 2 jam hingga larutan homogen. Sementara itu, siapkan 300 ml larutan NaOH 0,5 M dari bahan padatannya kemudian dituangkan ke dalam gelas kimia. Hasil campuran larutan karbon aktif-kitosan kemudian diteteskan ke dalam larutan NaOH 0,5 M secara perlahan menggunakan *syringe* hingga terbentuk *beads* sambil sesekali diaduk menggunakan batang pengaduk. *Beads*

yang dihasilkan kemudian dilakukan pencucian dengan aquaDM hingga pH netral lalu dikeringkan dengan oven pada suhu 60°C selama 24 jam. Setelah itu, dinginkan dalam desikator. *Beads* kering yang dihasilkan kemudian digerus menggunakan mortar dan alu lalu disaring menggunakan saringan 100 mesh.

#### *Karakterisasi Adsorben Karbon Aktif dan Adsorben Karbon Aktif-Kitosan*

##### 1) *Uji Kadar Air*

Ditimbang sebanyak 1 gram arang aktif kemudian dimasukkan ke dalam wadah yang sudah diketahui massanya. Kemudian wadah dimasukkan ke dalam oven dengan suhu 105°C selama 30 menit. Setelah itu didinginkan dalam desikator selama 15 menit dan ditimbang berat arang sampai konstan.

##### 2) *Karakterisasi SEM*

Sampel dipolish terlebih dahulu, kemudian dimasukkan ke dalam instrumen SEM pada keadaan vakum. Dilakukan penyesuaian tata letak untuk perbesaran. Diperbesar gambar sebesar 5000 kali.

##### 3) *Karakterisasi FTIR*

Diteteskan sampel pada dua plat KBr dan NaCl sampai membentuk film yang tipis. Kemudian diletakkan plat ke dalam tempat sampel yang sudah disediakan pada alat FTIR.

#### *Aplikasi Karbon Aktif, Karbon Aktif-Kitosan sebagai Adsorben*

##### 1) *Variasi Massa*

Ditimbang masing-masing 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 dan 0,1 gram karbon aktif hasil aktivasi dan hasil modifikasi lalu ditambahkan 50 mL larutan ion logam kadmium(II) dengan konsentrasi 100 ppm, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* selama 30 menit dengan kecepatan putaran 100 rpm, kemudian disaring menggunakan kertas saring whatman no 42. Filtrat yang dihasilkan ditampung dan dianalisis dengan AAS.

##### 2) *Variasi Waktu*

Ditimbang karbon aktif sesuai penyerapan maksimum pada variasi massa ke dalam labu erlenmeyer 100 ml lalu ditambahkan 50 mL larutan ion logam kadmium(II) dengan konsentrasi 100 ppm, kemudian diaduk menggunakan *magnetic stirrer* dengan variasi

waktu 30; 60; 90; 120 dan 150 menit dengan kecepatan putaran 100 rpm, kemudian disaring menggunakan kertas saring whatman no 42. Filtrat yang dihasilkan ditampung dan dianalisis dengan AAS.

### 3) *Varisasi Konsentrasi*

Larutan ion logam kadmium(II) disiapkan dalam labu erlenmeyer 100 ml dengan variasi konsentrasi 60 ppm; 80 ppm; 100 ppm; 120 ppm; dan 140 ppm. Selanjutnya ditambahkan adsorben karbon aktif hasil aktivasi dan hasil modifikasi pada masing-masing larutan sesuai massa penyerapan terbaik, lalu dilakukan pengadukan menggunakan magnetic stirrer 100 rpm dengan waktu kontak 90 menit. Setelah proses adsorpsi selesai, disaring menggunakan kertas saring Whatman no 42. Filtrat yang diperoleh kemudian dianalisis menggunakan *Atomic Absorption Spectrophotometry* (AAS).

### *Penentuan Isoterm Adsorpsi*

Pada karbon aktif hasil modifikasi, setelah diketahui konsentrasi dari logam, nilai kapasitas dan efisiensi adsorpsi yang didapatkan kemudian digunakan untuk menentukan model isoterm adsorpsi. Adapun model isoterm adsorpsi yang dipilih ialah model isoterm Langmuir dan Freundlich.

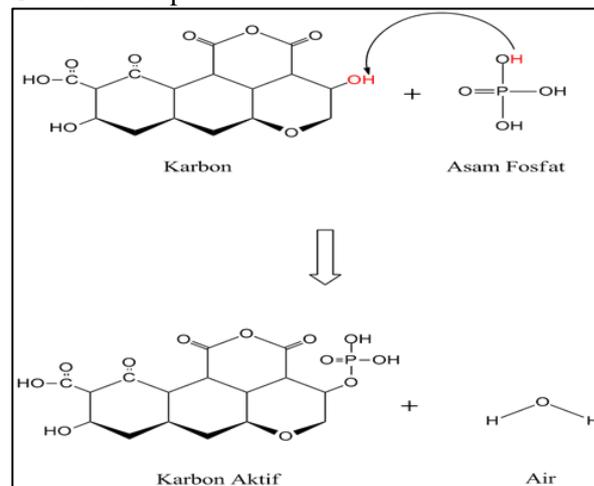
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### *Preparasi Karbon Aktif Limbah Serbuk Kayu Jati*

Rendemen karbon yang dihasilkan dipengaruhi oleh jenis bahan baku, berat jenis bahan baku, komposisi karbon, hidrogen dan oksigen bahan baku serta proses karbonisasi itu sendiri [14]. Rendemen karbon aktif yang didapat pada penelitian ini adalah sebesar 86,40%. Hasil ini lebih baik dari penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Erawati (2018) yang mendapatkan hasil sebesar 72,42% untuk karbon aktif serbuk kayu jati menggunakan aktivator NaCl 10% [15].

Pada proses aktivasi dengan meningkatkan temperatur dan menggunakan bahan pengaktif berupa asam fosfat dapat mengakibatkan transformasi asam fosfat menjadi asam polifosfat pada matriks prekursor. Disatu sisi senyawa  $H_3PO_4$  dapat menguap yang menyebabkan ikatan fosfat dan polifosfat terputus, di sisi lain asam fosfat dapat bereaksi dengan karbon yang terkandung

dalam biomassa dengan mekanisme reaksi pada **Gambar 1** seperti berikut

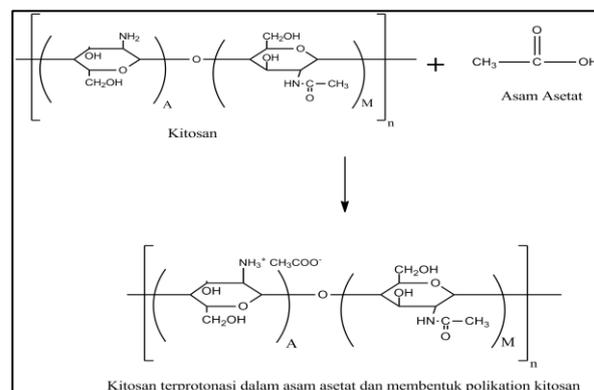


**Gambar 1** Reaksi aktivasi antara karbon dengan  $H_3PO_4$

### *Modifikasi Adsorben Karbon Aktif-Kitosan*

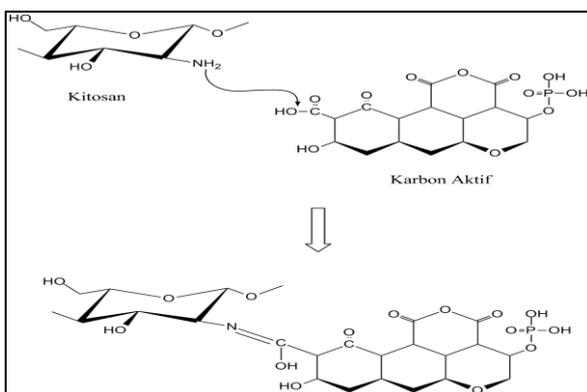
Dalam rangka meningkatkan efisiensi pori karbon aktif sebagai adsorben ion logam berat, dilakukan modifikasi menggunakan biopolimer kitosan. Modifikasi karbon aktif ini melibatkan penambahan kitosan dalam proses pembuatan adsorben. Sebelum memasuki tahap modifikasi tersebut, dilakukan preparasi terhadap kitosan sebagai zat pemodifikasi guna mencapai hasil yang optimal. Tindakan ini dilakukan untuk memastikan pori karbon aktif mampu memperbaiki dan memaksimalkan kinerjanya dalam menyerap ion logam berat.

Secara kimia pelarutan kitosan terjadi karena adanya reaksi antara gugus karboksil pada asam asetat dengan gugus amina pada proses ionisasi yang mengakibatkan pori kitosan lebih terbuka dan kepolaran kitosan meningkat. Mekanisme yang terjadi dapat dilihat pada **Gambar 2** dibawah ini.



**Gambar 2** Mekanisme Reaksi Protonasi Kitosan

Setelah kitosan diprerasi selanjutnya kitosan di reaksikan dengan karbon aktif dengan perbandingan 1:1 dengan adanya pengadukan. Selama proses tersebut, ketika kitosan ditambahkan sebagai zat pemodifikasi ke dalam karbon aktif, gugus hidroksil yang ada di permukaan karbon akan berinteraksi dengan gugus amina pada kitosan, membentuk ikatan hidrogen. Terjadinya ikatan hidrogen antara karbon aktif dengan kitosan menunjukkan bahwa adsorben karbon aktif-kitosan memiliki ikatan yang lebih kuat sehingga apabila diaplikasikan terhadap ion logam berat akan menghasilkan daya adsorpsi yang lebih tinggi. Interaksi yang terjadi antara kitosan dan karbon aktif dapat dilihat pada **Gambar 3** sebagai berikut :



**Gambar 3** Mekanisme reaksi antara karbon aktif dengan kitosan

### **Karakterisasi Adsorben Karbon Aktif dan Adsorben Karbon Aktif–Kitosan**

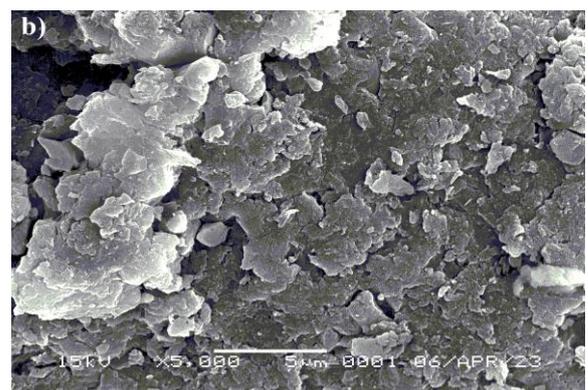
#### *Uji Kadar Air*

Pengujian kadar air dilakukan untuk mengetahui kandungan air terdapat dalam karbon aktif setelah mengalami karbonisasi. Kadar air yang dihasilkan merupakan ukuran kemampuan zat aktivator sebagai zat pendehidrasi. Karbon aktif serbuk kayu jati memiliki kadar air sebesar 3,01% di mana kadar air dari karbon-aktif serbuk kayu jati memenuhi standar dari SNI 06-3730-1995 tentang arang aktif teknis yaitu maksimal 15 % untuk bentuk serbuk [16]. Kadar air yang sedikit akan meningkatkan kemampuan karbon aktif karena meningkatkan daya serap terhadap cairan, dengan semakin kecil molekul air dalam karbon aktif maka halangan molekul lain untuk masuk akan semakin kecil [17]. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan oleh Afuza tentang pembuatan karbon aktif dari serbuk kayu jati menggunakan aktivator  $H_3PO_4$  dengan

modifikasi  $TiO_2$  menyatakan bahwa kadar air terbaik dari karbon-aktif sebesar 8,75% [18].

#### *Karakterisasi SEM*

Hasil instrumensasi SEM untuk karbon aktif dan karbon-kitosan menunjukkan hasil yang cukup berbeda antara karbon aktif pada **Gambar 4 a)** dan karbon-kitosan pada **Gambar 4 b)**. Pada karbon aktif morfologi permukaan yang terlihat permukaan dari karbon aktif kurang rata sedangkan pada karbon-kitosan morfologi permukaan dari sampel terlihat lebih rata namun terdapat penumpukkan di beberapa bagian, penumpukkan ini biasa disebut dengan aglomerasi. Aglomerasi terjadi karena pembentukan kristal yang tidak sempurna yang disebabkan karena susunan dan jarak antar partikel yang tidak teratur [19].

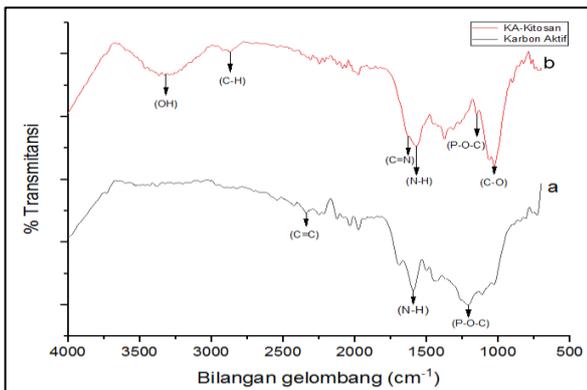


**Gambar 4** Hasil Uji SEM Karbon Aktif, (a) Sebelum Modifikasi, (b) Setelah Modifikasi

#### *Karakterisasi FTIR*

Pengujian FTIR , dilakukan untuk menganalisis gugus fungsi pada sampel adsorben karbon aktif sebelum dan setelah modifikasi. Hasil

dari karakterisasi FTIR ini dapat dilihat pada **Gambar 5** dibawah ini.



**Gambar 5** Spektrum FTIR untuk Adsorben a) Sebelum Modifikasi dan b) Setelah Modifikasi

Adapun hasil analisis FTIR dapat dilihat pada **Gambar 5** Berdasarkan spectrum FTIR pada **Gambar 5** a) pada adsorben sebelum modifikasi didapatkan beberapa gugus fungsi seperti vibrasi  $C = C$  pada bilangan gelombang  $2373,40 \text{ cm}^{-1}$ , ,gugus amina sekunder ( $N - H$ ) pada panjang gelombang  $1587,74 \text{ cm}^{-1}$ , gugus fungsi fosfat aromatik ( $P - O - C$ ) pada bilangan gelombang  $1206,98 \text{ cm}^{-1}$  dan gugus fosfat alifatik pada panjang gelombang  $1033,02 \text{ cm}^{-1}$  [20].

Sedangkan pada adsorben setelah modifikasi menggunakan kitosan pada **Gambar 5** b), terlihat beberapa puncak-serapan baru yang muncul seperti gugus fungsi seperti gugus fungsi  $-OH$  pada bilangan gelombang  $3327,48 \text{ cm}^{-1}$ , gugus imina ( $C = N$ ) pada panjang gelombang  $1645,98 \text{ cm}^{-1}$ , gugus ( $C - H$ ) simetris pada panjang gelombang  $2870 \text{ cm}^{-1}$ , gugus amina sekunder ( $N - H$ ) pada bilangan gelombang  $1570,57 \text{ cm}^{-1}$ , gugus fungsi fosfat alifatik ( $P - O - C$ ) dan ikatan alkohol primer ( $C - O$ ) pada bilangan gelombang  $1027,79 \text{ cm}^{-1}$  [20].

Dapat diamati bahwa terdapat serapan pada panjang gelombang  $1645,98 \text{ cm}^{-1}$  yang teridentifikasi sebagai vibrasi regangan gugus fungsi  $C = N$ . Serapan pada gelombang ini terjadi pada adsorben karbon aktif yang telah mengalami modifikasi. Temuan ini konsisten dengan penelitian sebelumnya yang mengindikasikan bahwa ikatan imina terbentuk pada adsorben tersebut karena adanya komposit antara kitosan karbon dan glutaraldehid [19]. Hasil penelitian lain juga

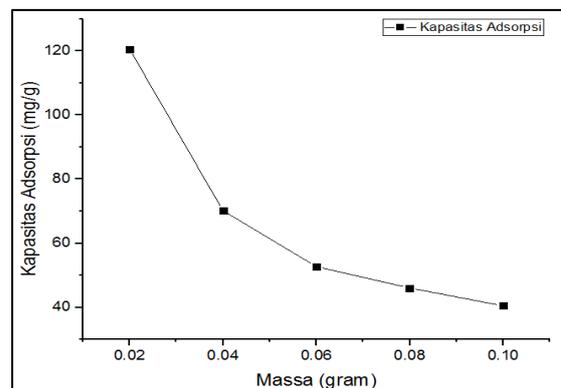
menunjukkan bahwa vibrasi gugus fungsi imina terdeteksi pada bilangan gelombang  $1690 \text{ cm}^{-1}$  dan  $1590 \text{ cm}^{-1}$ . Dalam konteks ini, keberadaan vibrasi imina pada karbon aktif hasil modifikasi menunjukkan bahwa kitosan telah berhasil melapisi karbon aktif dalam bentuk komposit, sehingga meningkatkan kemampuan adsorpsi saat diaplikasikan pada adsorbat [20].

### Aplikasi Karbon Aktif, Karbon Aktif-Kitosan sebagai Adsorben

#### Variasi Massa

Pada tahap ini karbon aktif termodifikasi kitosan diuji penyerapannya untuk variasi massa 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 dan 0,1 gram dengan konsentrasi larutan ion logam kadmium sebesar 100 ppm dan waktu pengadukan selama 30 menit.

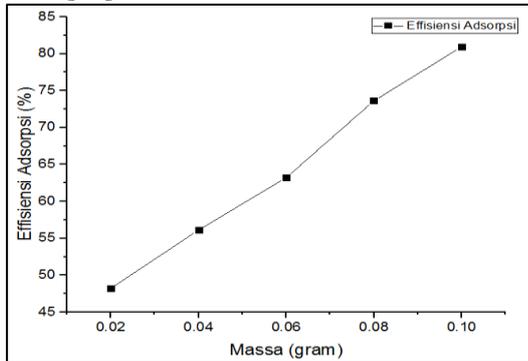
Dari **Gambar 6**, dapat dilihat kurva untuk kapasitas adsorpsi penyerapan ion logam kadmium variasi massa semakin menurun seiring bertambahnya variasi massa, kapasitas adsorpsi menurun dari  $120,57 \text{ mg/g}$  pada variasi massa 0.02 gram menjadi  $40,467 \text{ mg/g}$  pada variasi massa 0.1 gram, penurunan ini dapat terjadi karena dipengaruhi beberapa faktor seperti sisi aktif yang terbatas pada karbon, kejenuhan pada karbon aktif di mana karbon aktif telah melewati titik optimum penyerapannya, dan kemungkinan interaksi antara adsorbat yang menyebabkan penurunan kapasitas adsorpsi [21].



**Gambar 6** Kurva kapasitas adsorpsi variasi massa

Disisi lain pada **Gambar 7** terlihat kurva dari efisiensi adsorpsi variasi massa meningkat seiring bertambahnya adsorbat, efisiensi tertinggi dicapai oleh variasi massa 0,1 gram dengan efisiensi adsorpsi ion logam kadmium mencapai 80,93 %. Dari kedua data kapasitas dan efisiensi

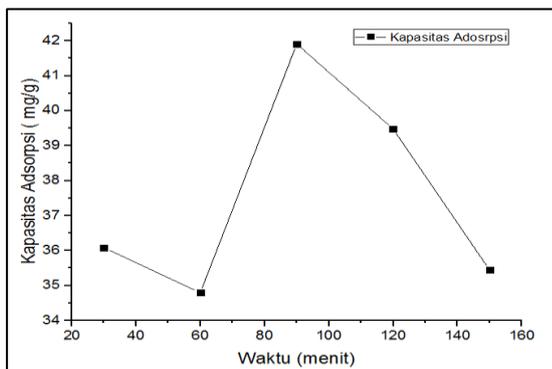
adsorpsi, ditentukan penyerapan terbaik untuk variasi massa adalah pada variasi 0,1 gram, hal ini sesuai dengan penelitian dari Adawiyah, yang menyatakan penurunan ion logam kadmium menggunakan karbon aktif kitosan untuk massa 0,1 gram memiliki kapasitas adsorpsi yang cukup besar yaitu 37,17 mg/g dengan efisiensi sebesar 96% [19].



**Gambar 7** Kurva efisiensi adsorpsi variasi massa

#### Variasi Waktu

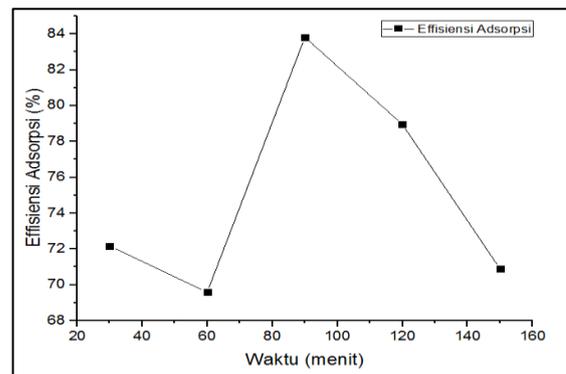
Dari **Gambar 8** dan **Gambar 9**, dapat dilihat kurva untuk kapasitas dan efisiensi adsorpsi penyerapan ion logam kadmium variasi waktu menunjukkan nilai tertinggi pada variasi waktu 90 menit dengan nilai kapasitas adsorpsi 41,91 mg/g dengan efisiensi 83,82 %.



**Gambar 9** Kurva kapasitas adsorpsi variasi waktu

Kapasitas adsorpsi meningkat seiring dengan peningkatan waktu kontak hingga mencapai titik tertentu, setelahnya kapasitas adsorpsi akan menurun. Semakin lama waktu kontak, semakin banyak kesempatan bagi partikel karbon aktif untuk berinteraksi dengan logam yang terikat dalam pori-pori karbon aktif, sehingga waktu kontak yang cukup diperlukan untuk mencapai adsorpsi secara optimal. Penyerapan variasi waktu pada 90 menit merupakan variasi waktu terbaik karena nilai

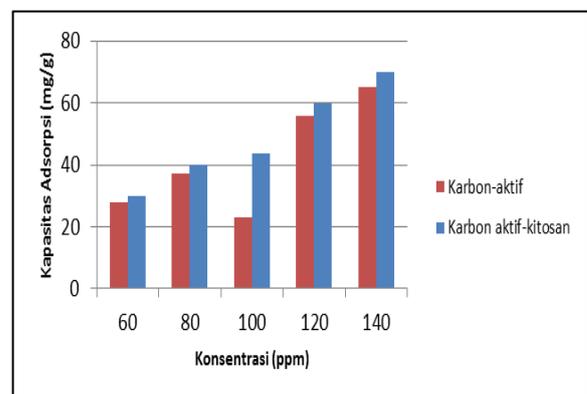
kapasitas dan efisiensi yang lebih tinggi dibandingkan dengan variasi yang lain, hal ini sesuai dengan penelitian yang dilakukan oleh Irwandi *et al*, yang menyatakan kondisi optimum penyerapan variasi waktu karbon aktif dari ampas tebu berada pada variasi 90 menit dengan efisiensi sebesar 94,15% [17].



**Gambar 8** Kurva efisiensi adsorpsi variasi waktu

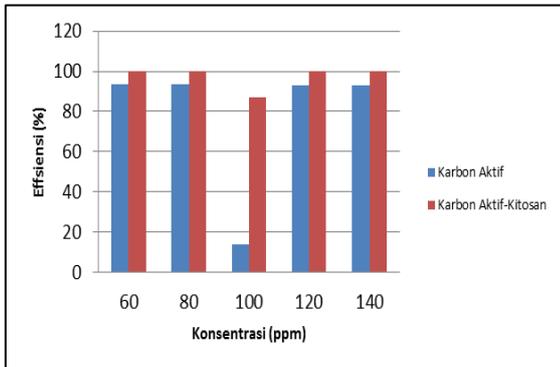
#### Variasi Konsentrasi

Berdasarkan **Gambar 10**, pada karbon aktif sebelum modifikasi, dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi ion logam berat semakin meningkat kapasitas adsorpsinya. Kapasitas adsorpsi menyatakan banyaknya jumlah ion logam yang teradsorpsi persekian massa adsorben pada waktu tertentu. Hal menunjukkan bahwa banyaknya ion logam terserap berbanding lurus dengan konsentrasi di mana semakin besar konsentrasi adsorbat semakin banyak ion logam yang terserap. Sedangkan pada adsorben karbon aktif setelah modifikasi, menunjukkan bahwa kapasitas adsorpsi yang didapatkan selalu mengalami peningkatan seiring dengan semakin bertambahnya konsentrasi ion logam.



**Gambar 10** Kapasitas adsorpsi adsorben karbon aktif sebelum dan sesudah modifikasi terhadap ion logam kadmium(II)

Setelah dilakukan penentuan terhadap kapasitas adsorpsi selanjutnya dilakukan penentuan terhadap efisiensi adsorpsinya. Adapun hasil yang didapatkan dapat dilihat pada **Gambar 11** di bawah ini:



**Gambar 11** Efisiensi adsorpsi adsorben karbon aktif sebelum dan sesudah modifikasi terhadap ion logam kadmium(II)

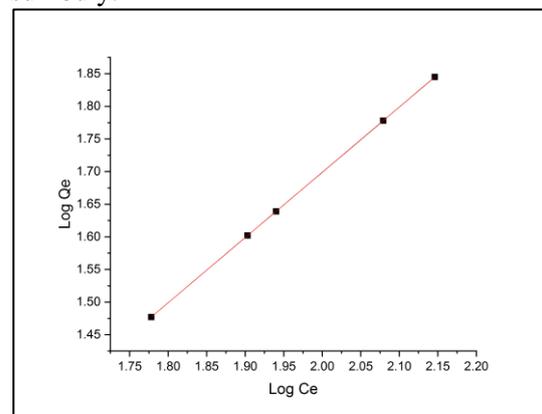
Dari **Gambar 11** di atas, Apabila nilai efisiensi adsorpsi disesuaikan dengan kapasitas adsorpsi yang didapatkan maka dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi ion logam semakin meningkat kapasitas adsorpsi dan efisiensinya. Adapun sebagian efisiensi adsorpsi menunjukkan tren yang tidak sesuai terjadi karena beberapa faktor seperti massa adsorben, waktu kontak adsorpsi, dan jenis adsorben. Selain itu dari hasil yang didapatkan nilai kapasitas dan efisiensi adsorpsi masih belum mencapai nilai yang maksimal sehingga masih perlu dilakukan suatu upaya yang dapat meningkatkan kapasitas dan efisiensi adsorpsi. Dari hasil yang didapatkan nilai efisiensi adsorpsi terbaik untuk penyerapan ion logam kadmium untuk karbon aktif sebelum dan sesudah modifikasi menggunakan kitosan menunjukkan hasil berturut-turut sebesar 92,968% dan 99,992% untuk variasi konsentrasi 140 ppm.

### Penentuan Isoterm Adsorpsi

Isoterm adsorpsi adalah suatu proses adsorpsi yang terjadi pada suhu yang konstan. Dalam adsorpsi, terdapat dua model isoterm yang umum digunakan, yaitu model isoterm Langmuir dan model isoterm Freundlich. Penentuan isoterm adsorpsi dilakukan untuk memperoleh pemahaman tentang laju dan perilaku adsorpsi pada adsorben karbon aktif limbah serbuk kayu jati setelah dilakukan modifikasi menggunakan

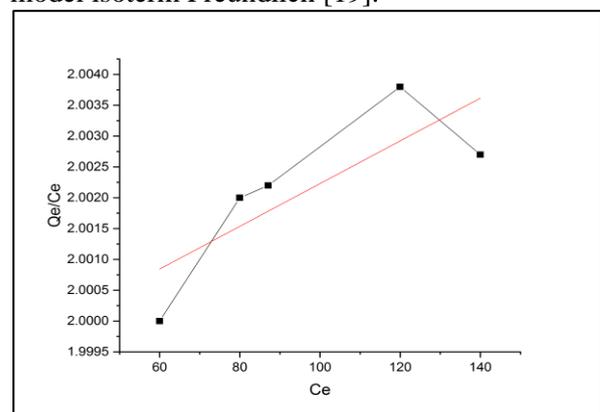
kitosan. Dalam penelitian ini, digunakan kinetika orde kedua, yaitu isoterm Langmuir dan Freundlich, untuk menentukan isoterm adsorpsi pada variasi ion logam kadmium sebagai adsorbat.

Berdasarkan **Gambar 12** dan **Gambar 13**, untuk grafik isoterm Langmuir diperoleh dari hubungan antara konsentrasi yang terserap ( $C_e$ ) sebagai sumbu x dan konsentrasi yang terserap per daya adsorpsi ( $C_e/Q_e$ ) sebagai sumbu y. Sedangkan untuk isoterm Freundlich, grafik di atas diperoleh dari hubungan sejumlah komponen yang teradsorpsi per unit adsorben ( $\log C_e$ ) sebagai sumbu x dan konsentrasi komponen tersebut pada kesetimbangan ( $\log Q_e$ ) sebagai sumbu y.



**Gambar 12** Model isoterm Freundlich adsorpsi ion logam kadmium

Penentuan isoterm adsorpsi bergantung pada nilai regresi yang diperoleh. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa ion logam kadmium lebih sesuai dengan model isoterm Freundlich dengan regresi sebesar 1 dibandingkan dengan isoterm Langmuir yang memiliki nilai regresi 0.64687. Temuan ini konsisten dengan literatur yang menyatakan bahwa karbon aktif termodifikasi kitosan lebih cocok untuk mengikuti model isoterm Freundlich [19].



**Gambar 13** Model isoterm Langmuir adsorpsi ion logam kadmium

Nilai parameter empiris  $n$  bervariasi tergantung pada tingkat heterogenitas yang berkaitan dengan distribusi ion yang terikat pada permukaan adsorben. Semakin besar nilai  $n$ , semakin tinggi preferensi adsorbat untuk teradsorpsi pada adsorben tertentu, dan semakin kuat intensitas adsorpsi. Hasil ini konsisten dengan kapasitas dan efisiensi adsorpsi yang diperoleh, yang menunjukkan bahwa karbon aktif termodifikasi kitosan lebih efektif dalam menyerap ion logam berat [22].

## SIMPULAN

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa karbon aktif limbah serbuk kayu jati termodifikasi kitosan mempunyai kadar air yang memenuhi parameter yang terdapat pada SNI 06-3730-1995.

Modifikasi menggunakan biopolimer kitosan pada karbon aktif limbah serbuk kayu jati berpengaruh terhadap morfologi permukaan dan juga gugus fungsi yang terdapat pada karbon aktif. Dimana pada karbon aktif limbah serbuk kayu jati termodifikasi kitosan terjadi penambahan gugus fungsi  $-OH$ , gugus fungsi imina ( $C = N$ ), gugus  $C - H$  simetris dan gugus alkohol primer yang tidak terdapat pada karbon aktif sebelum modifikasi.

Modifikasi menggunakan biopolimer kitosan juga berpengaruh terhadap kapasitas dan efisiensi adsorpsi dari adsorben yang menunjukkan adanya peningkatan kapasitas dan efisiensi adsorpsi dari adsorben setelah dimodifikasi. Kemudian, hasil penentuan model isoterm adsorpsi pada penyerapan ion logam kadmium(II) untuk adsorben karbon aktif limbah serbuk kayu jati termodifikasi kitosan mengikuti model isoterm Freundlich.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini didukung oleh Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati sebagai penyedia laboratorium terpadu. Serta saya ucapkan terima kasih kepada Ibu Vina Amalia, S.Pd., M.Si. serta Bapak Adi Mulyana Supriatna, S.Pd., M.T. atas bimbingannya. Kemudian para dosen dan seluruh pegawai di Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi. Serta saya ucapkan kepada pihak yang tidak bisa saya ucapkan satu persatu.

## REFERENSI

- [1] F. Istarani and E.S. Pandebesie, "Studi Dampak Arsen (As) dan Kadmium (Cd) terhadap Penurunan Kualitas Lingkungan," *JURNAL TEKNIK POMITS*, vol. 3, no. 1, 2014.
- [2] A. Susanto, T. Mulyani, and S. Nugraha, "Validasi Metode Analisis Penentuan Kadar Logam Berat Pb, Cd dan Cr Terlarut dalam Limbah Cair Industri Tekstil dengan Metode Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometry Prodigy7," *Jurnal Ilmu Lingkungan*, vol. 9, no. 1, pp. 191-200, April 2021.
- [3] M. Akteer et al., "Pb (II) Remediation from Aqueous Environment Using Chitosan-Activated Carbon-Polyvinyl Alcohol Composite Beads," *Water Air Soil Pollut*, pp. 232-272, 2021.
- [4] D. Mehta, S. Mazumdar, and S. Singh, "Magnetic adsorbents for the treatment of water/wastewater—A review," *Journal of Water Process Engineering*, pp. 244-265, Juli 2015.
- [5] D. Arifiyana and V.A. Devianti, "Biosorpsi Logam Besi (Fe) Dalam Media Limbah Cair Artifisial Menggunakan Biosorben Kulit Pisang Kepok (*Musa acuminata*)," *Jurnal Kimia Riset*, vol. 5, no. 2528-0414; e-ISSN: 2528-0422, pp. 1-2, Juni 2020.
- [6] Nurhasni, Hendrawati, and N. Saniyyah, "Sekam Padi untuk Menyerap Ion," *Jurnal Kimia Valensi*, vol. 4, no. 1, pp. 36-44, Mei 2014.
- [7] S. Hydari, M. Sharififard, M. Nabavinia, and M. R. Parvizi, "A comparative investigation on removal performances of commercial activated carbon, chitosan biosorbent and chitosan/activated carbon composite for cadmium," *Chemical Engineering Journal*, pp. 1385-8947, 2012.
- [8] D. Intan, I. Said, and P. H. Abram, "Pemanfaatan Biomassa Serbuk Gergaji sebagai Penyerap Logam Timbal," *Jurnal*

- Akademia Kimia*, vol. 5, no. 4, pp. 166-171, November 2016.
- [9] L. S. Wijaya, D. S. Afuza, and E. Kurniati, "Arang Aktif Serbuk Kayu Jati Menggunakan Aktivator H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> Dan Modifikasi TiO<sub>2</sub>," *Jurnal Teknik Kimia*, vol. 16, no. 2, pp. 73-79, April 2022.
- [10] M. Sultana, M. H. Rownok, M. Sabrin, M. H. Rahman, and S. N. Alam, "A review on experimental chemically modified activated carbon to enhance dye and heavy metals adsorption," *Cleaner Engineering and Technology*, vol. 6, p. 100382, 2022.
- [11] A. R. Kusmiati and Nurhayati, "Pemanfaatan Kitosan Dari Cangkang Udang sebagai Adsorben Logam Berat Pb pada Limbah Praktikum Kimia Farmasi," *Indonesian Journal of Laboratory*, vol. 3, no. 1, pp. 6-14, 2020.
- [12] F.R. P. Darmawan, F. Nurentama, and T. Susilowati, "Adsorpsi Logam Berat Tembaga (Cu) dengan Kitosan dari Limbah Cangkang Kupang Putih," *Jurnal Teknik Kimia*, vol. 14, no. 1, 2019.
- [13] S. Yudhasasmita and A. P. Nugroho, "Sintesis dan Aplikasi Nanopartikel Kitosan Sebagai Adsorben Cd dan Antibakteri Koliform," *Biogenesis*, vol. 5, no. 1, pp. 45-48, 2017.
- [14] Lisna Efiyanti, Suci Aprianty Wati, and Mamay Maslahat, "Pembuatan dan Analisis Karbon Aktif dari Cangkang Buah Karet dengan Proses Kimia dan Fisika," *Jurnal Ilmu Kehutanan*, no. 14, pp. 94 - 108, 202.
- [15] E. Erawati and E. R. Helmy, "Pembuatan Karbon Aktif Dari Serbuk Gergaji Kayu Jati (Tectona Grandis L.f.) (Suhu Dan Waktu Karbonasi)," *Jurnal University Research Colloquium (URECOL)*, pp. 105-103, 2018.
- [16] Badan Standarisasi Nasional, "Arang Aktif Teknis," Badan Standarisasi Nasional, SNI 06-3730-1995, 1995.
- [17] Riki Irawandi, Silvia Reni Yenti, and Chairul Chairul, "Penentuan Massa dan Waktu Kontak Optimum Adsorpsi Karbon Aktif dari Ampas Tebu sebagai Adsorben Logam Berat Pb," *JOM FTEKNIK*, vol. 2, no. 2, 2015.
- [18] Diki Sany Afuza, "Pembuatan Karbon Aktif Serbuk Kayu Jati Menggunakan Aktivator H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> dan Modifikikasi TiO<sub>2</sub>," Universitas Pembangunan Nasional "Veteran" Jawa Timur, Skripsi 2021.
- [19] S. R. Adawiyah, "Modifikasi karbon aktif menggunakan biopolimer kitosan sebagai adsorben ion logam berat timbal, kadmium, dan tembaga.," UIN Sunan Gunung Djati, Bandung, Skripsi 2022.
- [20] Asep Bayu Dani Nandiyanto, Rosi Oktiani, and Risti Ragadhita, "How to Read Interpret FTIR Spectroscopy of Organic Material," *Indonesian Journal of Science & Technology*, vol. 1, pp. 97-118, April 2019.
- [21] K Y Foo and B H Hameed, "Insights into the modeling of adsorption isotherm systems," *Chemical Engineering Journal*, vol. 156, no. 1, pp. 2 - 10, 2010.
- [22] Conklin R Alfred, *Introduction to Soil Chemistry: Analysis and Instrumentation*. Hoboken: John Wiley & Sons, 2005.

## Optimalisasi Prototipe Alat Pengolahan Limbah Cair Ikm Batik Menggunakan Elektrokoagulan

OCTIANNE DJAMALUDIN<sup>1</sup>, EKA OKTARIANI<sup>1</sup>,<sup>1</sup> LESTARI WARDANI<sup>1\*</sup>, WITRI AINI SALIS<sup>1</sup>, ANDRIAN WIJAYONO<sup>1</sup>, ASIYAH NURRAHMAJANTI<sup>1</sup>, ANDRI SAPUTRA<sup>1</sup>, RAFLI S BATUBARA<sup>1</sup>, AZKIA AULIA<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Politeknik STTT Bandung, Jl. Jakarta no 31 Bandung

\* alamat email korespondensi: lestari-w@kemenperin.com

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
Kata Kunci: COD; Elektrokoagulasi; IKM batik, Limbah batik cair; Penurunan warna.	IKM batik merupakan salah satu industri yang terus berkembang di Indonesia. Hal tersebut menguntungkan bagi perekonomian daerah. Namun potensi dampak lingkungan dari IKM batik ini masih belum ditangani dengan baik sehingga pencemaran air tidak dapat dihindari. Zat warna yang merupakan polutan dominan pada limbah cair batik umumnya bersifat nonbiodegradable sehingga sukar terurai secara alamiah di perairan. Salah satu cara yang dilakukan untuk mengolah limbah ialah dengan metode elektrokoagulasi. Elektrokoagulasi adalah proses pengolahan air dimana arus listrik diterapkan di elektroda untuk menghilangkan berbagai kontaminan air. Keunggulan dari metode ini ialah pada proses pengolahannya tidak membutuhkan penambahan zat kimia, peralatannya sederhana, mudah dalam pengoperasian dan waktu reaksi singkat. Pada penelitian ini alat elektrokoagulasi diaplikasikan pada limbah IKM batik Jawa Barat. Limbah IKM batik ini diolah dengan alat elektrokoagulasi yang bersumber dari energi listrik menggunakan elektroda logam Aluminium. Dilakukan variasi tegangan 3, 6, 9 dan 12 volt pada generator alat elektrokoagulasi yang digunakan dengan variasi waktu kontak 10,15,20,25 dan 30 menit. Pada reaktor elektrokoagulasi, ditambahkan fitur <i>scraper</i> dengan tujuan membantu mengatasi busa produk samping yang diperoleh selama pengolahan limbah batik IKM Jawa Barat. Dari variasi tegangan yang diaplikasikan, 12 volt adalah tegangan optimum yang dapat menurunkan nilai COD sebesar 97,20% dan penurunan warna sebesar 80,14%.
<i>Keywords:</i> COD; Electrocoagulation; IKM batik, liquid batik waste; color degradation.	<i>IKM batik is one of the industries that continues to grow in Indonesia. This is beneficial for the regional economy. However, the potential environmental impact of this batik SME has not been handled properly, so water pollution cannot be avoided. Dyes, which are the dominant pollutants in batik wastewater, are generally non-biodegradable, so they are difficult to decompose naturally in water. One way to treat waste is by electrocoagulation. Electrocoagulation is a water treatment process in which an electric current is applied across electrodes to remove various water contaminants. The advantage of this method is that the processing does not require the addition of chemicals, the equipment is simple and easy to operate, and the reaction time is short. In this study, the electrocoagulation apparatus was applied to West Java batik IKM waste. The batik IKM waste is processed using an electrocoagulation device, which is sourced from electrical energy using aluminum metal electrodes. Voltage variations of 3, 6, 9, and 12 volts were carried out on the electrocoagulation generator used, with variations in contact time of 10, 15, 20, 25, and 30 minutes. In the electrocoagulation reactor, a scraper feature was added. It helps overcome the by-product foam obtained during the processing of IKM West Java batik waste. From the applied voltage variations, 12 volts is the optimum voltage, which can reduce the COD value by 97.20% and decrease the color by 80.14%</i>

### PENDAHULUAN

Batik adalah salah satu teknik pemberian motif kain yang menjadi kekayaan

budaya bangsa Indonesia. Industri ini menjadi industri kreatif yang terus berkembang dan berpotensi menjadi penopang ekonomi daerah sehingga menjadi solusi bagi persoalan sosial

yang terjadi pada masa pandemik yang lalu. Beberapa daerah sentra batik di Indonesia seperti Pekalongan, Surakarta, Yogyakarta, Cirebon yang relatif besar maupun di daerah lainnya seperti Bandung, Bekasi, Purwakarta juga terus memproduksi [1].

Di sisi lain, industri ini merupakan salah satu industri yang menghasilkan limbah cair yang sangat melimpah, berwarna dan tidak mudah terurai secara alamiah di alam. Hal ini diperburuk dengan pengelolaan proses pembatikan yang masih bersifat tradisional sehingga tidak memperhatikan penggunaan air, kurang memperhitungkan penggunaan zat warna dan zat pembantu serta pengelolaan limbahnya. Akhirnya, limbah cair yang terbentuk memiliki kandungan polutan yang pekat dengan volume yang besar. Hal ini menyebabkan masalah lingkungan ketika dibuang ke perairan. IKM Batik di Jawa Barat terutama di Kota Bandung lokasinya tidak terpusat, sehingga akan sulit operasionalnya jika dibuat pengolahan limbah skala komunal agar limbah yang dibuang ke lingkungan memenuhi baku mutu yang telah ditetapkan [2] [3].

Saat ini, metoda pengolahan limbah cair tekstil sangat beragam, baik jenis baik tekniknya yang mencakup metoda fisika, kimia maupun biologi serta gabungannya. Beberapa penelitian pengolahan limbah cair tekstil menggunakan metoda koagulasi-flokulasi, adsorpsi dan biologi telah mampu mengolah limbah dengan efisiensi yang tinggi diatas 70% [2] [4] [5]. Metoda tersebut atau gabungannya mampu menurunkan kadar BOD dan COD sampai 99%. Namun, penerapannya di IKM batik masih cukup sulit dilakukan karena luas lahan yang kecil, teknis operasional yang sulit karena perlu penambahan kimia atau jasad renik, biaya pengolahan yang tinggi serta timbulan limbah padat yang harus dikelola kembali. Oleh karena itu, untuk penerapan di IKM Batik harus dipilih metoda pengolahan limbah cair yang secara teknis mudah dilakukan, tidak perlu menambahkan zat kimia atau zat renik, dan menghasilkan efisiensi penyisihan polutan yang tinggi [6] [7].

Metoda pengolahan menggunakan elektrokoagulan merupakan salah satu metoda yang berpotensi menjadi alternatif untuk mengolah limbah cair IKM Batik. Metode ini telah banyak digunakan untuk mengolah

limbah cair [8-15]. Beberapa penelitian menggunakan metoda ini juga telah mampu mengolah limbah cair tekstil maupun limbah cair batik dengan sangat baik [3] [4] [16] [17].

Prinsip dari metode elektrokoagulasi adalah proses sel elektrolisis. Setiap sel elektrolisis mempunyai dua elektroda, katoda dan anoda. Salah satu elektroda yang dapat digunakan dalam proses elektrolisis adalah logam Aluminium. Logam aluminium berperan sebagai sumber ion  $Al^{3+}$  di anoda dan berfungsi sebagai koagulan-flokulasi yang terjadi di dalam sel tersebut. Sedangkan di katoda terjadi reaksi katodik dengan membentuk gelembung-gelembung gas hidrogen yang berfungsi untuk menaikkan flok tersuspensi yang tidak dapat mengendap di dalam sel [9].

Pada penelitian ini digunakan metode elektrokoagulasi untuk mengolah limbah cair batik. Reaktor yang digunakan adalah reaktor yang dimodifikasi dari reaktor sebelumnya [8]. Diharapkan penggunaan modifikasi pada reaktor elektrokoagulan dapat meningkatkan efektifitas pengolahan limbah cair batik.

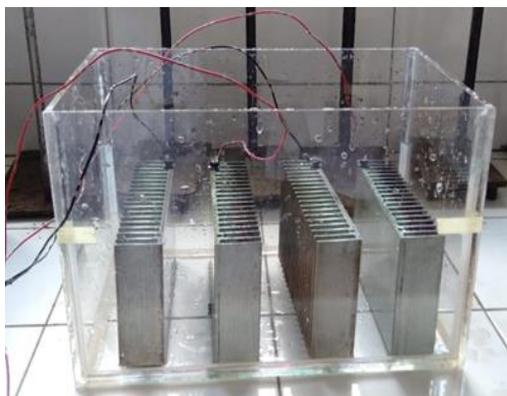
## EKSPERIMEN

Pada penelitian ini, dilakukan pengolahan limbah IKM batik dengan menggunakan prototype elektrokoagulasi. Limbah IKM batik diolah dengan memvariasikan tegangan dan waktu kontak. Hasil pengolahan kemudian diuji COD dan perubahan warna.

### Material

Elektroda yang digunakan berbahan aluminium. Limbah yang digunakan adalah limbah yang berasal dari salah satu limbah batik dari IKM batik di Bandung. Limbah tersebut berjenis zat warna indigo.

Bahan kimia yang digunakan untuk pengujian COD adalah FAS (pa Merck), Kalium dikromat (pa merck),  $H_2SO_4$  ( pa merck), Indikator feroin,  $Na_2S_2O_3$ , Aquades,  $HgSO_4$ ( pa merck). Elektroda yang digunakan berbahan aluminium. Elektroda dapat dilihat pada **Gambar 1**.



**Gambar 1** Elektroda berbahan aluminium

### *Instrumentasi*

Instrumen yang digunakan adalah reaktor elektrokoagulan yang telah dimodifikasi dari reaktor elektrokoagulan sebelumnya [3], generator yang digunakan memiliki spesifikasi sebagai berikut regulator arus 24 volt 50 ampere, *switching power supply* 12 volt 10 ampere untuk sumber listrik sekunder/referensi, *DC Voltage Converter* (1.3 volt - 24 volt) (1 ampere - 15 ampere), monitoring display arus, tegangan dan daya, resistor untuk pendeteksi arus, DC power outlet, Fan 12 volt, *multiturn potentiometer* 1 kiloohm & 100 kilo ohm untuk pengaturan ampere dan volt, sikring 2 ampere (220 volt AC 2 ampere), AC power plug. COD reaktor Hanna HI-839800, alat titrasi, spektrofotometer Minolta seri CM-3600.

### *Prosedur*

Penelitian ini merupakan penelitian lanjutan dari penelitian sebelumnya mengenai elektrokoagulasi pada limbah batik IKM.[3] Penelitian ini menggunakan reaktor elektrokoagulasi dengan tambahan *scraper* pada reaktor. Penelitian diawali dengan pengujian limbah awal berupa nilai COD dan nilai warna. Kemudian memvariasikan tegangan dan waktu kontak antara limbah dengan alat elektrokoagulan.[18] Hasil elektrokoagulasi kemudian diuji COD kembali dan penurunan warna.

### *Penggunaan reaktor elektrokoagulan*

Elektrokoagulan yang digunakan pada penelitian ini menggunakan *scraper* untuk meningkatkan performa kerja alat. *Scraper* dapat mempermudah pemisahan busa yang dihasilkan alat elektrokoagulan. *Scraper* dipasang dengan bantuan alat arduino sehingga dapat bergerak secara otomatis. Ketika alat elektrokoagulan digunakan, *scraper* ditempatkan di ujung chamber dan akan bergerak otomatis pada saat proses elektrokoagulasi.

6 liter limbah IKM batik dimasukkan ke dalam reaktor elektrokoagulan. Generator dinyalakan dan diatur pada tegangan dan waktu tertentu. Hasil elektrokoagulasi kemudian diuji nilai COD dan penurunan warnanya.

Gambar reaktor elektrokoagulan dapat dilihat pada **Gambar 2**.



**Gambar 2** Reaktor elektrokoagulan dengan *scraper*

### *Elektrokoagulasi dengan Variasi Tegangan*

Reaktor elektrokoagulan dilengkapi dengan generator yang dapat memvariasikan tegangan listrik saat penggunaan. Pada penelitian ini, dilakukan variasi tegangan sebesar 3, 6, 9 dan 12 volt untuk mendapatkan nilai tegangan yang optimal untuk limbah IKM batik yang digunakan.

### *Elektrokoagulasi dengan Variasi Waktu*

Pada penelitian ini dilakukan proses elektrokoagulasi dengan variasi waktu. Variasi waktu yang digunakan ialah 10, 15, 20, 25 dan 30 menit. Proses variasi waktu dilakukan pada kondisi tegangan optimum.

### Uji kadar COD (Chemical Oxygen Demand)

Limbah awal dan limbah hasil elektrokoagulasi diuji COD untuk membandingkan efektifitas dari penggunaan reaktor elektrokoagulan. Sebanyak 2,5 ml sampel dimasukkan ke dalam tabung reaktor COD dengan tambahan  $H_2SO_4$  untuk COD sebanyak 3,5 ml dan  $K_2Cr_2O_7$  0,25 N sebanyak 1,5 ml. Dipanaskan di dalam reaktor COD pada suhu  $180^\circ C$  selama 2 jam. Hasil kemudian dititrasi dengan larutan FAS 0,05 M dengan indikator ferroin hingga didapatkan titik akhir berwarna merah bata. Nilai COD kemudian dihitung persentase penurunan nilai COD-nya untuk mengetahui efektifitas dari penggunaan reaktor elektrokoagulan.

### Penentuan persentase dekolorisasi pewarna

Limbah awal dan limbah hasil elektrokoagulasi diuji nilai absorbansinya pada panjang gelombang 285 nm. Nilai absorbansi kemudian dihitung persentase dekolorisasi warnanya untuk mengetahui efektifitas dari penggunaan reaktor elektrokoagulan.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Desain pengembangan alat elektrokoagulasi

Bak untuk reaktor yang digunakan adalah bak yang digunakan pada reaktor sebelumnya.[8] Kapasitas maksimal reaktor yang dibuat adalah 6 liter. Elektroda yang digunakan adalah elektroda aluminium. Logam aluminium menyebabkan terjadinya peristiwa oksidasi di elektroda positif (anoda) dan reduksi di elektroda negatif (katoda) ketika dialiri listrik, sehingga terjadi proses elektrokimia yang disebut elektrokoagulasi. Nilai konduktivitas aluminium cukup tinggi sehingga dianggap baik untuk menghantarkan muatan-muatan listrik dalam proses elektrokoagulasi dengan cara melepaskan elektron dan menjadi reduktor yang kuat. Aluminium dalam proses elektrokoagulasi berperan sebagai sumber ion  $Al^{+3}$  di anoda dan berfungsi sebagai koagulan dalam proses koagulasi-flokulasi yang terjadi di dalam sel tersebut.[4]

### Karakteristik limbah awal

Limbah yang diolah adalah limbah sisa pencelupan batik dengan zat warna indigosol. Kondisi awal air limbah industri tekstil dilakukan pengujian untuk mengetahui kondisi limbah sesuai dengan parameter baku mutu limbah.[2] Dilakukan pengujian parameter COD, pH dan warna. Kondisi awal proses dapat dilihat pada Tabel 1 berikut:

**Tabel 1.** Karakteristik limbah awal

Parameter	Nilai
COD	1641,6
pH	7,39
Absorbansi warna	0,432

### Optimalisasi alat elektrokoagulasi

Optimalisasi alat elektrokoagulasi dilakukan dengan menambahkan *scrapper* pada alat elektrokoagulasi. Variasi penelitian dilakukan pada tegangan listrik dan waktu sebagai faktor yang mempengaruhi proses elektrokoagulasi.

Penggunaan alat *scrapper* pada reaktor dapat mempermudah pemisahan busa yang terbentuk dari proses elektrokoagulasi. Busa terbentuk dari gelembung-gelembung gas hidrogen yang menaikan flok tersuspensi yang tidak mengendap di dalam sel.[9] Alat *scrapper* tersebut dapat menyisihkan flok yang teremulsi dalam gas, sehingga pengotor limbah dapat dipisahkan dalam wadah pengendap. *Scrapper* dibuat otomatis, sehingga pada waktu tertentu akan mendorong pengotor ke bak penampung busa yang ada di alat elektrokoagulasi. Berikut adalah gambar dari busa hasil pemisahan oleh alat *scrapper*.



**Gambar 3** Busa hasil pemisahan oleh alat *scrapper*

Hasil penelitian menunjukkan bahwa tegangan optimal didapat pada tegangan 12 V.

Tegangan merupakan faktor fundamental yang dapat mempengaruhi elektrokoagulasi dimana kenaikan tegangan menyebabkan kenaikan efisiensi penyisihan pewarna.[18] Tegangan elektrokoagulasi memiliki pengaruh yang kuat pada densitas arus.[19] Densitas arus akan mempengaruhi proses yang terjadi di elektroda. Tegangan optimal kemudian digunakan untuk variasi waktu yang dilakukan. Waktu adalah faktor yang berpengaruh dalam proses elektrolisis.[20], sehingga akan berpengaruh pula pada proses elektrokoagulasi.

Variasi waktu yang dilakukan menunjukkan bahwa waktu optimal yang didapatkan pada penelitian ini adalah 30 menit. Tabel 2 menunjukkan karakteristik limbah akhir pada tegangan 12 volt dan waktu 30 menit.

**Tabel 2.** Karakteristik limbah akhir

Parameter	Nilai
COD	45,92
pH	8,52
Absorbansi warna	0,084

Efisiensi proses ditunjukkan pada tabel 3.

Tegangan dan waktu adalah factor yang menentukan pada proses elektrokoagulasi. Semakin besar tegangan, semakin cepat reaksi elektolisis untuk membentuk gumpalan-gumpalan (flok) [21].

**Tabel 3.** Efisiensi proses pengolahan limbah

Parameter	Efisiensi proses
COD	97,41%
pH	-
Absorbansi warna	80,14%

## SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian dan pengembangan alat yang dilakukan, dapat disimpulkan bahwa kondisi pengolahan limbah batik dengan zat warna indigo optimal pada tegangan listrik 12 volt dengan waktu 30 menit. Pada kondisi tersebut, alat elektrokoagulasi tersebut mampu menyisihkan COD hingga 97,2% dan warna hingga 80,17%.

Alat elektrokoagulasi dikembangkan dengan menambahkan *scraper* otomatis yang mampu berfungsi menyisihkan busa hasil pengolahan limbah yang mengapung.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kami sampaikan untuk UP2M Politeknik STTT Bandung yang telah mendukung dan membiayai penelitian ini.

## REFERENSI

- [1] A. Irwan, D. Wacano, And S. Rahmawati, "Estimasi Loading Rate Dengan Parameter Kadmium (Cd), Kromium (Cr) Dan Tembaga (Cu) Di Industri Batik Kabupaten Bantul," Tek. Lingkungan., No. Cd, 2019.
- [2] M. Moelyo, "Pengkajian Eektivitas Proses Koagulasi Dalam Memperbaiki Kualitas Limbah Industri Penyamakan Kulit-Sukaregang, Garut," J. Tek. Hidraul., Vol. 3, No. 2, Pp. 169–182, 2012.
- [3] D. Marganingrum And L. M. Estiaty, "Evaluasi Kebijakan Baku Mutu Air Limbah (Studi Kasus: Limbah Cair Industri Tekstil Di Bandung)," J. Lingkung. Dan Bencana Geol., Vol. 7, No. 1, Pp. 9–17, 2016.
- [4] H. P. Bambang, M. Harsanti, J. Teknik, K.-U. Jenderal, And A. Yani, "Elektrokoagulasi Dengan Sel Al-Al," Pp. 1–7, 2010.
- [5] L. M. Arief, "Pengolahan Limbah Cair Dengan Metode Biologis," J. Keselam. Dan Kesehat. Kerja Univ Esa Unggul, Vol. 1, No. 1, Pp. 1–4, 2018.
- [6] T. Hernaningsih, "Tinjauan Teknologi Pengolahan Air Limbah Industri Dengan Proses Elektrokoagulasi," Jrl, Vol. 9, No. 1, Pp. 31–46, 2016.
- [7] H. Finistyanto, F. Rosariawari, And K. Kunci, "Kombinasi Elektrokoagulasi Dan Adsorpsi Dalam Mengolah Air Limbah Industri Batik," Environmental Sci. Eng. Conf., Vol. 3, No. 1, Pp. 101–106, 2022, [Online]. Available: [Http://Esec.Upnvjt.Com/](http://Esec.Upnvjt.Com/)

- [8] O. A. Djamaludin, "Penyisihan Cod (Chemical Oxygen Demand) Dan Warna Pada Pengolahan Limbah Cair Ikm Batik Menggunakan Alat Elektrokoagulasi," *Texere*, Vol. 20, No. 1, Pp. 36–44, 2022, Doi: 10.53298/Texere.V20i1.04.
- [9] F. Hanum Et Al., "Aplikasi Elektrokoagulasi Dalam Pengolahan Limbah Cair Pabrik Kelapa Sawit," Vol. 4, No. 4, Pp. 13–17, 2015.
- [10] P. Lestari, C. Amri, And S. Sudaryanto, "Efektifitas Jumlah Pasangan Elektroda Aluminium Pada Proses Elektrokoagulasi Terhadap Penurunan Kadar Fosfat Limbah Cair Laundry," *Sanitasi J. Kesehat. Lingkung.*, Vol. 9, No. 1, P. 38, 2017, Doi: 10.29238/Sanitasi.V9i1.36.
- [11] H. Sinaga, I. Amri, And I. Hs, "Pemanfaatan Teknologi Elektrokoagulasi Untuk Pengolahan Limbah Cair Industri Tahu Menggunakan Elektroda Al-Al Dengan Variabel Jarak Elektroda Dan Kuat Arus," *Jom Fteknik*, Vol. 6, No. 1, Pp. 1–6, 2019.
- [12] A. Mukimin, "Pengolahan Limbah Industri Berbasis Logam Dengan Teknologi Elektrokoagulasi Flotasi," Universitas Diponegoro, 2006.
- [13] T. B. Dicky Ari Wijaya, Bambang Suwerda, "Efektifitas Pengolahan Limbah Cair Dengan Model Triple Seri Elektrolisis Dalam Menurunkan Kadar Fosfat Di Ipal Rs Grhasia, Yogyakarta \_." Perpustakaan Badan Kebijakan Pembangunan Kesehatan, Yogyakarta, Pp. 51–58, 2013.
- [14] D. Sutanto; Widjajanto, "Perbandingan Efisiensi Bak Proses Dua Sel Dan Tiga Sel Dalam Menurunkan Kandungan Besi (Fe) Dalam Air Limbah Secara Elektrokoagulasi Dengan Katoda Dari Karbon Bekas Baterai," *Poli-Teknologi*, Vol. 14, No. 2, 2014.
- [15] G. H. & P. Prabowo, A., Basrori, "Pengolahan Limbah Cair Yang Mengandung Minyak Dengan Proses Elektrokoagulasi Dengan Elektroda Besi," *J. Teknol. Kim. Dan Ind.*, Vol. 1, No. 1, Pp. 352–355, 2012, [Online]. Available: [Http://Ejournal-S1.Undip.Ac.Id/Index.Php/Jtki](http://Ejournal-S1.Undip.Ac.Id/Index.Php/Jtki)
- [16] Y. Tonapa, N. Agustinus, And M. Gozali, "Kaji Analisis Pengaruh Jumlah Pasangan Elektroda Dan Waktu Proses," *Pros. Ind. Res. Work. Natl. Semin.*, Vol. 1, No. 022, Pp. 5–6, 2010.
- [17] F. Fauzi, Nabila; Udyani, Kartika; Daril Ridho Zuchrillah, Daril Ridlo; Hasanah, "Penggunaan Metode Elektrokoagulasi Menggunakan Elektroda Aluminium Dan Besi Pada Pengolahan Air Limbah Batik," *Semin. Nas. Inov. Dan Apl. Teknol. Di Ind.* 2019, 2019.
- [18] A. Hidayanti, U. Ihda Afifa, And D. Juliananda, "Pengaruh Tegangan Elektrokoagulasi Dan Konsentrasi Awal Pewarna Terhadap Persentase Penyisihan Remazol Red Rb," *J. Rekayasa Bahan Alam Dan Energi Berkelanjutan*, Vol. 5, No. 2, Pp. 1–9, 2021.
- [19] G. Chen, "Electrochemical Technologies In Wastewater Treatment," *Sep. Purif. Technol.*, Vol. 38, No. 1, Pp. 11–41, 2004, Doi: 10.1016/J.Seppur.2003.10.006.
- [20] H. B. Siregar, Supriadi; Hafizah, Mas Ayu; Wibowo, "Kajian Pengaruh Waktu Elektrolisis Dan Arus Listrik Terhadap Pembentukan Endapan Massa Ag Pada Katoda Pada Aplikasi Pelapisan Logam Senjata1," *Nusant. J. Ilmu Pengetah. Sos.*, Vol. 9, No. 4, Pp. 1483–1490, 2022.
- [21] A. M. Afandi, I. Rijal, And T. Aziz, "Pengaruh Waktu Dan Tegangan Listrik Terhadap Limbah Cair Rumah Tangga Dengan Metode Elektrolisis," *J. Tek. Kim.*, vol. 23, no. 2, pp. 114–119, 2017.

## Aplikasi Membran Teknologi Untuk Pengolahan Limbah Air dan Penghilangan Polutan di Udara

INDAH PRIHATININGTYAS D.S<sup>1\*</sup>, TAMRIN<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Program Studi Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Mulawarman, Jl. Sambaliung no.9, Kampus Gunung kelua, Samarinda, Kalimantan Timur

<sup>2</sup>Program Studi Teknik Sipil, Fakultas Teknik, Universitas Mulawarman, Jl. Sambaliung no.9, Kampus Gunung kelua, Samarinda, Kalimantan Timur

\* alamat email korespondensi: indah.unmul@gmail.com; Indah.ft@ft.unmul.ac.id

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
<p>Kata Kunci: Pencemaran lingkungan; pengolahan limbah air; penghilangan polutan udara; teknologi membran</p>	<p>Pencemaran lingkungan bukanlah fenomena baru namun menjadi masalah terbesar dunia. Masalah pencemaran lingkungan telah menjadi masalah global baik negara ekonomi maju dan berkembang karena menjadi penyebab utama morbiditas dan mortalitas lingkungan. Kegiatan manusia melalui urbanisasi, industrialisasi, pertambangan, dan eksplorasi menjadi penyebab utama pencemaran lingkungan global. Sejumlah besar zat fisik, kimia berbahaya, agen biologis menyebabkan pencemaran air dan udara telah diidentifikasi sebagai potensi ancaman terhadap lingkungan dan kesehatan manusia. Beberapa teknologi dan proses pengolahan limbah air dan penanganan polutan udara telah dikembangkan untuk mencapai tingkat kualitas yang dibutuhkan. Tulisan ini bertujuan untuk mengeksplorasi teknologi membran yang menjadi salah satu teknologi dan proses yang menarik untuk diaplikasikan karena kemampuan dalam penyisihan yang tinggi dengan biaya rendah. Teknologi membran dengan proses-prosesnya seperti: mikrofiltrasi (MF), ultrafiltrasi (UF), nanofiltrasi (NF), osmosis balik (RO), elektrodialisis (ED), membran distilasi (MD), pervaporasi (PV), membran permeasi uap, membran kontaktor dan membran bioreaktor (MBR) telah digunakan untuk mengolah air limbah dan penangkapan serta penghilangan polutan udara. Dalam dekade terakhir, sintesis membran dan proses modifikasi membran dengan bahan material baru telah dikembangkan untuk meningkatkan kinerja membran dalam proses pengolahan limbah air dan penanganan serta penghilangan polutan berbahaya dari gas buang.</p>
<p><i>Keywords: Environmental pollution,; wastewater treatment; air pollutants removal; membrane technology.</i></p>	<p><i>Environmental pollution is not a new phenomenon but it is the world's biggest problem. The problem of environmental pollution has become a global problem in both developed and developing countries because it is a major cause of environmental morbidity and mortality. Human activities through urbanization, industrialization, mining and exploration are the main causes of global environmental pollution. A large number of hazardous physical, chemical, biological agents cause water and air pollution which have been identified as potential threats to the environment and human health. Several technologies and processes for wastewater treatment and air pollutant removal have been developed to achieve the required quality level. Among the various technologies and processes available, "membrane technology" is one of the most attractive technologies and processes to apply due to its high removal capability at low cost. Membrane technology with processes such as: microfiltration (MF), ultrafiltration (UF), nanofiltration (NF), reverse osmosis (RO), electrodialysis (ED), distillation membrane (MD), pervaporation (PV), vapor permeation membrane, membrane contactor and membrane bioreactors (MBR) have been used for wastewater treatment and air pollutant capture and removal. In the last decades, membrane synthesis and membrane modification processes with new materials have been developed to improve membrane performance in wastewater treatment processes and removal of harmful pollutants from exhaust gases.</i></p>

### PENDAHULUAN

Dalam beberapa tahun terakhir, perkembangan urbanisasi dan industrialisasi sangat pesat dan memberikan dampak negatif

yang serius pada lingkungan, khususnya yaitu pencemaran air [1], [2] dan udara [3]–[5]. Hal ini dikarenakan sejumlah limbah air dan gas berbahaya atau yang mengandung polutan dibuang langsung ke lingkungan tanpa pengolahan. Pencemaran air dikarenakan badan

air terkontaminasi oleh air limbah yang mengandung bahan kimia, sampah atau mikroorganisme yang berupa bakteri dan parasit. Air limbah mengacu pada limbah cair yang berasal dari rumah tangga, rumah sakit, pertanian, pabrik atau industri [6], [7]. Adapun pencemaran udara diakibatkan oleh polusi udara karena adanya polutan yang ada di udara. Menurut laporan Organisasi Kesehatan Dunia (WHO) bahwa enam besar polutan udara, yaitu polusi berupa partikel, ozon permukaan tanah, karbon monoksida, sulfur oksida, nitrogen oksida, dan timbal [5]. Sebagian besar polusi udara berasal dari penggunaan dan produksi energi melalui pembakaran bahan bakar fosil seperti, batu bara, gas atau gas alam, dari asap kendaraan, aktifitas pabrik, pembangkit listrik dan lainnya. Pada umumnya ada dua jenis polusi udara yaitu *smog* dan jelaga. *Smog* disebut sebagai ozon permukaan tanah yang terjadi ketika emisi dari pembakaran bahan bakar fosil bereaksi dengan sinar matahari. Adapun jelaga dikenal sebagai partikel kecil yang merupakan bahan kimia, tanah, asap, debu, atau allergen dalam bentuk gas atau padatan yang dibawa oleh udara.

Dampak pencemaran air terhadap kesehatan manusia adalah munculnya beberapa penyakit seperti diare [8], gastrointestinal [8], kolera, trachoma, schistosomiasis, dan cacangan [7]. Sedangkan dampak pencemaran udara mengakibatkan munculnya beberapa penyakit seperti: Penyakit Paru Obstruktif Kronis (PPOK), batuk, sesak napas, mengi, asma, penyakit pernapasan. Sedangkan pada jangka panjang dapat menyebabkan sakit asma kronis, insufisiensi paru, penyakit kardiovaskular, dan mortalitas kardiovaskular [5].

Pengolahan limbah air dan polutan gas sebelum dibuang ke lingkungan perlu dilakukan untuk melindungi kesehatan masyarakat dari berbagai ancaman penyakit, mencegah kerusakan lingkungan dan untuk menjaga pasokan air bersih yang sangat diperlukan untuk kegiatan sehari-hari. Air limbah sebelumnya diolah dengan proses tradisional dengan melakukan proses terintegrasi yaitu untuk menghilangkan padatan, bahan organik, dan nutrisi dari air limbah. Untuk air limbah dengan spesifikasi tertentu maka kombinasi proses fisik, kimia, dan biologis umumnya digunakan secara berurutan. Beberapa proses yang digunakan untuk mengolah air limbah antara lain: adsorpsi, fotodegradasi, koagulasi-flokulasi, pertukaran ionik, pengendapan, pemisahan biologis dan membran [9]. Polutan udara dapat dikurangi dengan menggunakan

aplikasi teknologi seperti insinerator, *trap or settling chamber* [10], presipitator elektrostatik, pemisah siklon, sistem reduksi katalitik selektif, filter kain, biofilter, scrubber dan membran [11], [12].

Teknologi membran merupakan teknologi untuk memisahkan campuran bahan, seperti air limbah, air asin, dan limbah gas yang mengandung polutan udara. Teknologi ini menawarkan keunggulan signifikan dibandingkan teknologi lainnya karena menawarkan pemisahan dengan efisiensi tinggi, peralatan sederhana, penghematan energi, dan operasi suhu normal, tanpa polusi sekunder. Teknologi membran juga dapat meminimalkan penggunaan bahan kimia perawatan, produksi residu, dan konsumsi energi.

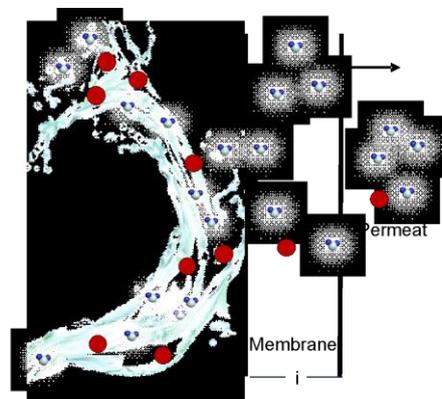
## METODE

Pada penulisan artikel ini, metode yang digunakan adalah dengan melakukan studi literatur.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Membran

Membran secara definitif dijelaskan sebagai suatu lapisan tipis yang berada di antara dua fasa yaitu fasa umpan dan fasa permeat yang memiliki fungsi sebagai pemisah yang selektif (Gambar 1). Fasa umpan atau konsentrat dimana komponen tertahan sedangkan fasa permeat dimana komponen yang lolos melalui membran. Pemisahan pada membran dicapai karena membran mempunyai sifat selektif dimana membran mampu melewatkan suatu komponen dan menahan komponen lain.



**Gambar 1** Proses pemisahan pada membran

Pemisahan yang terjadi pada membran disebabkan karena perbedaan koefisien difusi,

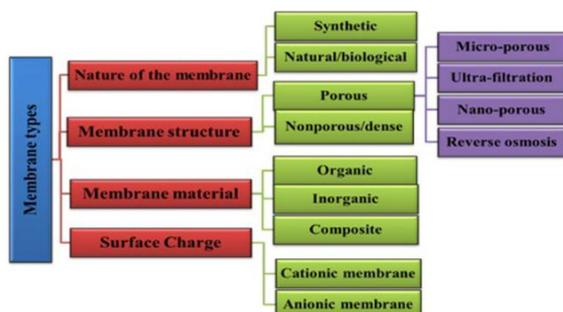
perbedaan potensial listrik, perbedaan tekanan, atau perbedaan konsentrasi. Proses membran yang menggunakan perbedaan tekanan sebagai gaya dorong (*driving force*) adalah mikrofiltrasi (MF), ultrafiltrasi (UF), nanofiltration (NF), reverse osmosis (RO), dan piezodialisis. Sedangkan proses membran yang menggunakan perbedaan konsentrasi adalah pemisahan gas, pervaporasi (PV), membran cair, dialisis, pemisahan berdasarkan perbedaan suhu yaitu membran distilasi (MD), termo-osmosis, dan proses pemisahan berdasarkan perbedaan potensial listrik adalah elektrodialisis (ED) [13]. Tabel 1 menyajikan proses membran yang menggunakan perbedaan tekanan sebagai *driving force*

**Tabel 1** Proses-proses membran menggunakan perbedaan tekanan sebagai *driving force* [14].

Membrane Process	* MWCO (kilo Dalton)	Retained Diameters (µm)	Pressure Required (bar)	Membrane Type	Average Permeability (L/m <sup>2</sup> h bar)	Solutes Retained
MF	100-500	10 <sup>-1</sup> -10	1-3	Porous, asymmetric or symmetric	500	Bacteria, fat, oil, grease, colloids, organics, micro-particles
UF	20-150	10 <sup>-3</sup> -1	2-5	Micro porous, asymmetric	150	Proteins, pigments, oils, sugar, organics, microplastics
NF	2-20	10 <sup>-3</sup> -10 <sup>-2</sup>	5-15	tight porous, asymmetric, thin film composite	10-20	Pigments, sulfates, divalent cations, divalent anions, lactose, sucrose, sodium chloride
RO	0.2-2	10 <sup>-4</sup> -10 <sup>-3</sup>	15-75	Semi porous, asymmetric, thin film composite	5-10	All contaminants including monovalent ions

\* MWCO = Molecular weight cut off.

Membran diklasifikasikan berdasarkan material (membran alam dan sintetik), morfologi (membran asimetrik dan simetrik), kerapatan pori (membran berpori dan tidak berpori), fungsi (untuk proses reverse osmosis, ultrafiltrasi, mikrofiltrasi, pervaporasi, dialisa, dan elektrodialisa, struktur (membran homogeny dan heterogen), dan bentuknya (membran datar, spiral dan tubular) [13]. Kategori atau klasifikasi membran secara umum dijelaskan sesuai Gambar 2.



**Gambar 2** Diagram skematik yang mewakili berbagai kategori membran yang digunakan dalam industri pengolahan air limbah [14].

## Aplikasi Membran Pada Pengolahan Limbah Air

Pencemaran lingkungan diakibatkan oleh limbah air tidak hanya membahayakan kesehatan masyarakat namun juga dapat menyebabkan kerusakan lingkungan. Oleh karena itu diperlukan proses untuk mengolah limbah sehingga volume air limbah dapat diminimalkan. Saat ini, perkembangan teknologi membran telah sampai pada bidang lingkungan [14] yang memungkinkan melakukan pengolahan limbah dalam bentuk aplikasi langsung. Aplikasi membran pada pengolahan limbah cair sebagai sistem pengolahan limbah secara fisik yaitu sebagai unit filtrasi (non-biologis). Pada sistem ini, air limbah sebagai umpan akan dilewatkan pada membran, selanjutnya kontaminan akan terejeksi menjadi konsentrat sedangkan air akan lolos melewati membran dan keluar dalam bentuk permeat.

Proses membran yang umum digunakan untuk pengolahan limbah air, air payau dan air laut adalah MF, NF, UF dan RO [15]. Sedangkan untuk material membran, sebagian besar menggunakan material berbasis polimer namun material polisulfon dan polietersulfon, bersifat hidrofobik [16]. Membran polimer rentan penyumbatan pada pori pori membran yang mengakibatkan fouling [17] yang dapat menurunkan kinerja membran. Faktor-faktor yang menyebabkan fouling membran adalah adanya komponen anorganik atau mikroorganisme yang mengendap pada permukaan membran atau penyerapan zat terlarut yang menghalangi pori [18], yang menyebabkan fouling membran bersifat reversibel atau ireversibel [19]. Oleh karena itu, modifikasi membran polimer dilakukan untuk meningkatkan kinerjanya antara lain dengan pencangkakan, pencampuran dan penggabungan bahan nano seperti TiO<sub>2</sub> [20], ZnO [21], Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [22], tabung nano karbon [23], dan graphene oksida [24].

Membran teknologi telah diaplikasikan untuk pengolahan limbah air dari beberapa industri seperti :

### Pengolahan Air Limbah Industri

Membran diaplikasikan untuk menurunkan parameter yang umumnya menjadi ciri dari air limbah industri seperti COD, BOD, SS, amonium nitrogen (NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-N), logam berat, Ph, warna, kekeruhan, dan parameter biologis [25].

### Industri Makanan

Industri makanan yang memproduksi pati, jus buah, ikan, susu, ternak, sayuran, dan minuman. Limbah yang dihasilkan memiliki kandungan organik tinggi, selain itu ada senyawa lain yang muncul misalnya: fenol, karotenoid, pektin, laktosa, protein [26].

### Industri Pulp dan Kertas

Proses dalam industri pulp dan kertas menghasilkan sejumlah air limbah yang luar biasa. Membran filtrasi membran diaplikasikan untuk meningkatkan kinerja sistem pengolahan air limbah. Sistem MBR umumnya dapat mengekstraksi 82%–99% COD, dan kira-kira 100% SS pada waktu retensi hidrolis (HRT) periode 0,12–2,5 hari. Adapun proses dengan membran NF dapat menurunkan COD dan warna limbah sekitar 90% [27].

### Industri Tekstil

Pada industri pengolahan tekstil (TPI), air yang digunakan sangat intensif untuk pewarnaan, finishing agent, dan penghilangan kotoran. Kombinasi AnMBR dan metode aerobik MBR akan menjadi teknik yang digunakan dalam pengolahan air limbah TPI. Metode AnMBR digunakan untuk pemulihan energi sedangkan penggunaan MBR aerobik untuk menurunkan warna pada limbah [28]

### Industri Penyamakan Kulit

Sistem hibrida mineral MBR berbiaya rendah digunakan untuk mengolah limbah pada industri penyamakan untuk menghilangkan kromium. Kedepannya, AnMBR perlu diperimbangkan untuk pengolahan air limbah penyamakan kulit [29].

### Lindi TPA

Lindi mengandung bahan organik dan amonia nitrogen yang tinggi. Kandungan kimia lindi tergantung pada usia dan kematangan lokasi pembuangan. Komponen organik pada lindi yang berusia muda lebih tinggi dari lindi yang lama. Pengolahan lindi dilakukan dengan membran MBR, dan terapi RO [30]. Kombinasi MBR dan metode elektro-oksidasi dapat menurunkan COD dan NH + 4-N dan diikuti oleh detoksifikasi substansial [31].

### Air Limbah Farmasi

Limbah industri farmasi mengandung berbagai senyawa seperti sefalosporin. Membran MBR yang mengimplementasikan mikroorganisme khusus menjadi pesaing potensial dalam pengolahan limbah farmasi saat ini [32].

### Air Limbah Minyak Dan Petrokimia

Air limbah minyak dan petrokimia paling banyak mengandung sumber polutan berbahaya karena beracun. Air limbah ini bersumber dari proses seperti ekstraksi minyak mentah, penyulingan minyak, industri petrokimia, manufaktur logam, pelumas dan pendingin. Proses pengolahan yang dimodifikasi dari deemulsifikasi kimia menjadi proses UF disertai dengan Metode MBR digunakan untuk mengolah air limbah yang terkontaminasi minyak dengan kemampuan menyisihkan 90% COD dan full tar, grease, dan fenolik [33].

### Pengolahan air limbah perkotaan

Air limbah kota biasanya diolah untuk menghilangkan kontaminan yang tidak diinginkan dan biodegradasi bakteri dari bahan organik menjadi molekul yang lebih kecil (CO<sub>2</sub>, NH<sub>3</sub>, PO<sub>4</sub>, dll.) dengan adanya oksigen [25].

Tabel 2 menyajikan proses-proses membran yang diaplikasikan di berbagai industri untuk mengolah limbah air.

**Tabel 2** Aplikasi membran dalam mengolah limbah air [15].

Polutan	Membran	Kinerja	Ref.
Air berminyak	MF	Rijeksi aditif organik 90.2%	[34]
Air limbah pabrik zaitun	RO	Rijeksi COD 97.5–99.1% dan fluks permeate 24–32 L h <sup>-1</sup> m <sup>-2</sup>	[35]
Air limbah domestik	MF	Rijeksi total nitrogen dan phosphorus >97%	[36]
Nitrogen and phosphorus pada microalga	FO dan MF	Rijeksi untuk nitrogen 86–99% dan phosphorus 100%	[37]
Chlorophenol	RO	Peningkatan kinerja	[38]
Air limbah perkotaan dan industri	Membran dengan molecular weight cut-	Membran menunjukkan resistensi penuh terhadap fouling irreversibel dan	[39]

---

off (MWCO)	rijeksi pewarna yang tinggi
---------------	--------------------------------

---

### ***Aplikasi Membran Pada Penanganan Polusi Udara***

Telah dilaporkan bahwa membran memiliki potensi kinerja yang luar biasa dalam pemurnian. Aktivitas manusia yang telah mencemari atmosfer dan lingkungan memberikan tanggung jawab pada manusia untuk membersihkan bumi dari polutan dan menghindari generasi polutan polutan ini. Beberapa teknologi telah digunakan untuk menghilangkan partikulat di udara seperti chamber, siklon, scrubber, filter fisik dan metode presipitasi elektrostatik [11]. Kombinasi dari teknologi ini telah dikembangkan melalui filter udara *wet-electrostatic scrubbing* (WES) untuk meningkatkan efisiensi penghilangan kontaminan berupa partikel halus serta partikel ultrahalus ( $<0,2 \mu\text{m}$ ) [11].

Meskipun teknologi di atas telah diusulkan dengan keunggulannya masing-masing, teknologi filtrasi fisik adalah pilihan paling banyak untuk menghilangkan polutan udara karena sistem operasinya yang sederhana dan kebutuhan energi yang lebih rendah. Spektrum filter yang luas telah diproduksi secara komersial dengan berbagai pilihan mekanisme filtrasi dan karakteristik penurunan tekanan. Teknologi berbasis membran telah disepakati sebagai teknologi hijau yang memiliki potensi pembersihan dan pemurnian. Teknologi membran terus berkembang dengan munculnya varietas membran yang lebih baik seiring dengan perjalanan waktu. Polutan baik dalam fase padat, cair, dan gas dapat dipisahkan oleh membran [40].

Polutan partikulat dari berbagai ukuran dapat ditangkap oleh membran seperti  $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_x$ ,  $\text{NO}_x$ , kelembaban, sedangkan *volatile organic compounds* (VOCs) juga dapat dipisahkan dari udara dengan penerapan teknologi berbasis membran [40].

#### ***Teknologi Membran dalam Pengendalian Sox- Nox.***

##### ***1) Membran Selective Catalytic Reduction***

Sistem reduksi katalitik selektif berbasis membran telah dikembangkan oleh para peneliti untuk mengurangi polusi  $\text{SO}_x$  dan  $\text{NO}_x$  di udara. Pada proses ini, dengan menggunakan katalis selektif,  $\text{NO}_x$  pertama-tama diubah menjadi  $\text{N}_2$  dan  $\text{H}_2\text{O}$  dengan adanya  $\text{NH}_3$  sebagai agen pereduksi.  $\text{SO}_2$  diubah secara katalitik menjadi

$\text{SO}_3$ . Akhirnya melalui serangkaian reaksi, hasil produksi berupa amonium sulfat selanjutnya dipisahkan oleh membran selektif [40].

Teknologi reduksi katalitik selektif berbasis membran telah dikembangkan dengan baik untuk mengendalikan  $\text{SO}_x$  dan  $\text{NO}_x$  dalam produk pembakaran yang dihasilkan dari mesin, turbin, dan kendaraan berbahan bakar minyak berat. Membran pemisahan udara juga telah dikembangkan dan menghasilkan udara yang diperkaya nitrogen dan oksigen yang sesuai untuk digunakan dalam proses pembakaran bahan bakar. Sistem berbasis membran dengan kemampuan mereduksi emisi  $\text{NO}_x$  hingga 50% memiliki potensi yang menjanjikan dalam pengurangan polutan gas ini.

##### ***2) Membran Hollow Fiber Dalam Penghilangan $\text{SO}_2$ dari Gas Buang***

Gas buang dari pembangkit listrik dari batu bara mengandung komponen utama  $\text{CO}_2$  juga mengandung  $\text{NH}_3$ ,  $\text{NO}_x$ ,  $\text{SO}_x$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ , dan Ar. Membran hollow fiber yang dilapisi dengan larutan hidrofilik telah dikembangkan untuk memisahkan  $\text{SO}_2$  dan  $\text{CO}_2$ . Material membran hollow fiber adalah polieter sulfon (PES) 18%, N-metil pyrrolidone (NMP) 77%, dan lithium chloride ( $\text{LiCl}$ ) 5%, dimana PES adalah bahan membran, NMP adalah pelarut, dan  $\text{LiCl}$  adalah aditif [41]. Selain itu, aditif lain yaitu EtOH (12,5%) digunakan dalam pembuatan membran PEI (25%) dengan pelarutnya adalah NMP (62,5%).

##### ***3) Teknologi Membran untuk Kontrol Volatile Organic Compounds (VOCs)***

Senyawa organik volatil (VOC) merupakan senyawa kimia yang dapat menguap pada suhu lingkungan atau ruangan. Paparan VOC dapat menyebabkan sakit kepala, mual, iritasi mata, tenggorokan dan bahkan dapat merusak ginjal, paru-paru, dan sistem saraf pusat. Yang termasuk dalam VOC adalah diklorometana, kloroform, bromometana, aseton, benzena, toluena, xilena, klorobenzena, 1,1,1-trikloroetana, 1,1,2-trikloroetana, dan tetrakloroetilena. Dua proses membran yang telah diaplikasikan untuk kontrol VOCs adalah pervaporasi (PV) dan membran distilasi (MD).

##### ***Teknologi membran untuk menangkap dan menyerap $\text{CO}_2$***

Diperkirakan pada abad terakhir konsentrasi CO<sub>2</sub> di atmosfer meningkat dari 275 hingga 387 ppm. Sedangkan dalam skenario bisnis, emisi CO<sub>2</sub> diproyeksikan meningkat, dari 9 Gt/tahun pada tahun 2000 menjadi 32 Gt/tahun pada tahun 2050. Adapun sumber CO<sub>2</sub> di udara adalah dari tanaman industri, pembangkit listrik termal berbasis bahan bakar fosil, pabrik, industri besi dan baja, industri semen, sektor transportasi menggunakan bahan bakar fosil atau biofuel, unit insinerasi untuk limbah padat, pembakaran gas metana batu bara yang tidak terkontrol, kebakaran hutan yang tidak terkontrol. CO<sub>2</sub> juga telah menjadi gas rumah kaca paling terkenal yang menyebabkan pemanasan global sehingga dianggap sebagai penyebab utama perubahan iklim yang disebabkan oleh manusia.

Teknologi konvensional berbasis penyerapan amina yang intensif energi dan mahal digunakan untuk menangkap CO<sub>2</sub> dari gas buang. Saat ini membran telah dikembangkan untuk menangkap CO<sub>2</sub> yang hemat energi dan berbiaya rendah [40].

Dalam sintesis membran untuk pemisahan gas, keempat jenis material utama yang digunakan yaitu, logam, zeolit, keramik, dan bahan polimer. Bahan polimer itu diantaranya cellulose acetate (CA), polimida (PI), bahan polisulfon, dan polietersulfon. Polimer lain yang juga telah digunakan secara luas adalah polimer karet seperti polietilen polimer berbasis oksida, polimer berbasis polivinil amina (PVAm), polidimetilsiloksan, membran berbasis alkohol polivinil (PVA) [11],[40].

Dalam bidang penyaringan udara, membran seperti membran mikrofiltrasi (MF) dan ultrafiltrasi (UF), yang memiliki ukuran pori antara 10 µm sampai dengan 0,01 µm [42] digunakan untuk menghilangkan polutan mikron (aerosol) dan sub-mikron atau ultrahalus [43].

Membran permeasi uap umumnya digunakan untuk menghilangkan senyawa organik uap, seperti hidrokarbon turunan halogen dan senyawa aromatik dari limbah gas industri. Beberapa peneliti menggunakan membran permeasi uap untuk menghilangkan VOC dari udara atau aliran udara limbah [44]

Sedangkan membran kontakor banyak digunakan untuk menangkap karbon dari berbagai sumber emisi dengan mekanisme absorpsi, baik absorpsi fisik maupun kimia. Membran kontakor membran telah diterapkan untuk menghilangkan gas asam dari gas buang, penyerapan NO<sub>x</sub> dari

pembakaran bahan bakar dan senyawa organik yang mudah menguap (VOC) [11].

Dalam pengolahan biologis, biofilter (BF) dan *biotrickling filter* (BTF) telah digunakan untuk menghilangkan gas beracun dan VOC, namun proses ini memiliki kurang baik untuk mengolah senyawa volatil yang larut dalam air. Membran bioreaktor (MBR) menjadi alternatif dari filter biologis konvensional karena menggabungkan proses ekstraksi polutan gas yang menyebar melalui pori membran selektif, dan biodegradasi polutan oleh mikroba yang menempel di sisi lain membran. Pada membran MBR, membran bertindak sebagai interfase antara polutan gas dan mikroba. Unit MBR tersedia dalam konfigurasi membran lembaran datar, tubular, dan serat berongga, yang dapat dengan mudah ditingkatkan skalanya. Membran MBR telah diaplikasikan untuk sekuestrasi CO<sub>2</sub> - NO<sub>x</sub>, baik dalam kondisi denitrifikasi (anoksik) maupun nitrifikasi (aerobik) [11].

## SIMPULAN

Dengan perkembangan industrialisasi dan urbanisasi selain memberikan kesejahteraan dan manfaat bagi manusia namun juga menghasilkan dampak buruk pada lingkungan yang mengancam kesehatan manusia. Hal ini disebabkan sejumlah besar air limbah dan gas buangan dari industri dan rumah tangga dibuang ke lingkungan alam. Berbagai macam polutan berbahaya dari limbah ini menyebabkan masalah lingkungan yang serius. Oleh karena itu, untuk melindungi lingkungan dimana akan berdampak pada kesehatan manusia maka perlu dilakukan penjernihan dan pengolahan air limbah dan gas buang. Teknologi membran sebagai metode pemisahan telah dikenal sebagai teknologi lingkungan yang efisiensi dan presisi. Teknologi membran secara bertahap merevolusi pengolahan air, air limbah dan gas buang yang mengandung polutan berbahaya di udara. Perkembangan teknologi membran semakin pesat dengan beberapa penelitian yang mencoba memodifikasi membran untuk meningkatkan kinerja membran, antara lain modifikasi pada bahan berserat, penyesuaian kondisi operasi selama proses dan memasukkan nanopartikel oksida logam (seperti Ag, TiO<sub>2</sub>, dan ZnO) ke dalam larutan polimer. Selain itu, peningkatan fabrikasi membran dengan mengurangi penggunaan bahan kimia berbahaya selama proses pembuatan juga dikembangkan dengan menggunakan pelarut ringan dan tidak beracun

serta biopolimer sebagai bahan bakunya. Namun, teknologi membran masih memiliki tantangan, antara lain masalah fouling dan permintaan energi yang tinggi dalam dorongan tekanan non-ekuilibrium dan kestabilan struktur membran. Beberapa tantangan ini mungkin dapat diatasi dengan proses *pre-treatment*, integrasi membran teknologi dengan *waste heat* industri, dan mengeksplorasi material- material baru yang sesuai dengan spesifikasi proses pemisahan.

## REFERENSI

- [1] P. Rajasulochana and V. Preethy, "Comparison on efficiency of various techniques in treatment of waste and sewage water – A comprehensive review," *Resour. Technol.*, vol. 2, no. 4, pp. 175–184, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.refffit.2016.09.004>.
- [2] D. Dutta, S. Arya, and S. Kumar, "Industrial wastewater treatment: Current trends, bottlenecks, and best practices," *Chemosphere*, vol. 285, p. 131245, 2021, doi: <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2021.131245>.
- [3] X. Zhang et al., "Linking urbanization and air quality together: A review and a perspective on the future sustainable urban development," *J. Clean. Prod.*, vol. 346, p. 130988, 2022, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2022.130988>.
- [4] L. Zhang, S. You, M. Zhang, and S. Zhang, "The effects of urbanization on air pollution based on a spatial perspective: Evidence from," no. November, 2022, doi: [10.3389/fenvs.2022.1058009](https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.1058009).
- [5] I. Manisalidis, E. Stavropoulou, and A. Stavropoulos, "Environmental and Health Impacts of Air Pollution : A Review," vol. 8, no. February, pp. 1–13, 2020, doi: [10.3389/fpubh.2020.00014](https://doi.org/10.3389/fpubh.2020.00014).
- [6] T. Deblonde, C. Cossu-Leguille, and P. Hartemann, "Emerging pollutants in wastewater: A review of the literature," *Int. J. Hyg. Environ. Health*, vol. 214, no. 6, pp. 442–448, 2011, doi: <https://doi.org/10.1016/j.ijheh.2011.08.002>.
- [7] L. Lin, H. Yang, and X. Xu, "Effects of Water Pollution on Human Health and Disease Heterogeneity : A Review," vol. 10, no. June, 2022, doi: [10.3389/fenvs.2022.880246](https://doi.org/10.3389/fenvs.2022.880246).
- [8] M. M. Yassin, S. S. A. Amr, and H. M. Al-Najar, "Assessment of microbiological water quality and its relation to human health in Gaza Governorate, Gaza Strip," *Public Health*, vol. 120, no. 12, pp. 1177–1187, 2006, doi: <https://doi.org/10.1016/j.puhe.2006.07.026>.
- [9] A. Zaher and N. Shehata, "Recent advances and challenges in management of urea wastewater: A mini review," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 1046, no. 1, p. 12021, 2021, doi: [10.1088/1757-899X/1046/1/012021](https://doi.org/10.1088/1757-899X/1046/1/012021).
- [10] G. A. Feather, B. T. Chen, G. A. Feather, and B. T. Chen, "Design and Use of a Settling Chamber for Sampler Evaluation Under Calm-Air Conditions Design and Use of a Settling Chamber for Sampler Evaluation Under Calm-Air Conditions," vol. 6826, 2010, doi: [10.1080/02786820300946](https://doi.org/10.1080/02786820300946).
- [11] A. A. I. A. S. Komaladewi, P. T. P. Aryanti, I. D. G. A. Subagia, and I. G. Wenten, "Membrane technology in air pollution control: prospect and challenge," *J. Phys. Conf. Ser.*, vol. 1217, no. 1, p. 12046, 2019, doi: [10.1088/1742-6596/1217/1/012046](https://doi.org/10.1088/1742-6596/1217/1/012046).
- [12] S. S. Kalender, "Air Pollution Prevention Technologies BT - Handbook of Environmental Materials Management," C. M. Hussain, Ed. Cham: Springer International Publishing, 2019, pp. 2871–2888. doi: [10.1007/978-3-319-73645-7\\_109](https://doi.org/10.1007/978-3-319-73645-7_109).
- [13] Mulder, M., *Basic Principles of Membrane Technology*. 2nd ed. 1996, Netherlands: Kluwer Academic Publisher.
- [14] E. O. E. and S. Rathilal, "Membrane Technologies in Wastewater Treatment :," *Membranes (Basel)*, vol. 10, no. 5, p. 89, 2020, [Online]. Available: <https://doi.org/10.3390/membranes1005089>.
- [15] A. Nqombolo, Mpupa, R. M. Moutloali, and

- P. N. Nomngongo, "Wastewater Treatment Using Membrane Technology," *Wastewater and Water Quality*. InTech, Aug. 29, 2018. doi: 10.5772/intechopen.76624
- [16] T. Marino, E. Blasi, S. Tornaghi, E. Di Nicolò, and A. Figoli, "Polyethersulfone membranes prepared with Rhodiasolv®Polarclean as water soluble green solvent," *J. Memb. Sci.*, vol. 549, pp. 192–204, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2017.12.007>.
- [17] F. Ahmed, B. S. Lalia, V. Kochkodan, N. Hilal, R. Hashaikeh, "Electrically conductive polymeric membranes for fouling prevention and detection: A review." *Desalination*, 391, 1-15, 2016, <https://doi.org/10.1016/j.desal.2016.01.030>
- [18] S. Zinadini S, F. Gholami, "Preparation and characterization of high flux PES nanofiltration membrane using hydrophilic nanoparticles by phase inversion method for application in advanced wastewater treatment," *Journal of Applied Research in Water and Wastewater*. Vol.3, no 1, p.232-235, 2016.
- [19] Q. Ding, H. Yamamura, N. Murata, N. Aoki, H. Yonekawa, A. Hafuka, Y. Watanabe, "Characteristics of meso-particles formed in coagulation process causing irreversible membrane fouling in the coagulation-microfiltration water treatment," *Water Research*, vol.101, p. 127-136, 2016.
- [20] E. Bet-Moushoul, Y. Mansourpanah, K. Farhadi, M. Tabatabaei, "TiO<sub>2</sub> nanocomposite based polymeric membranes: A review on performance improvement for various applications in chemical engineering processes," *Chemical Engineering Journal*, vol. 283, p. 29-46, 2016.
- [21] Y. H. Tan, P. S. Goh PS, A. F. Ismail, B. C. Ng, G. S. Lai, "Decolourization of aerobically treated palm oil mill effluent (AT-POME) using polyvinylidene fluoride (PVDF) ultrafiltration membrane incorporated with coupled zinc-iron oxide nanoparticles," *Chemical Engineering Journal*, vol. 308, p. 359-369, 2017.
- [22] J. Garcia-Ivars, M. I. Iborra-Clar, M. I. Alcaina-Miranda, J. A. Mendoza-Roca, L. Pastor-Alcañiz, "Surface photomodification of flat-sheet PES membranes with improved antifouling properties by varying UV irradiation time and additive solution pH," *Chemical Engineering Journal*, vol. 283, p. 231-242, 2016.
- [23] L. D. Tijing LD, Y. C. Woo, W. G. Shim, T. He, J. S. Choi, S. H. Kim, H. K. Shon, "Superhydrophobic nanofiber membrane containing carbon nanotubes for high-performance direct contact membrane distillation," *Journal of Membrane Science*, vol. 502, p. 158-170, 2016.
- [24] R. P. Pandey, G. Shukla, M. Manohar, V. K. Shahi, "Graphene oxide based nanohybrid proton exchange membranes for fuel cell applications: An overview," *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 240, p.15-30, 2016
- [25] J. Jyoti, D. Alka, and S. J. Kumar, "Application of Membrane-Bio-Reactor in Waste-Water Treatment: A Review," vol. 3, no. 2, pp. 115–122, 2013.
- [26] J. Radjenovi, "Membrane Bioreactor (MBR) as an Advanced Wastewater Treatment Technology," vol. 5, no. November 2007, pp. 37–101, 2008.
- [27] S. P. Bera and M. Godhaniya, "Emerging and advanced membrane technology for wastewater treatment: A Emerging and advanced membrane technology for wastewater treatment: A review," no. September, 2021, doi: 10.1002/jobm.202100259.
- [28] M. C. Collivignarelli, A. Abbà, M. Carnevale Miino, and S. Damiani, "Treatments for color removal from wastewater: State of the art," *J. Environ. Manage.*, vol. 236, pp. 727–745, 2019, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jenvman.2018.11.094>.
- [29] A. Ahmad, S. H. Mohd-setapar, S. Chuong, and A. Khatoun, "RSC Advances Recent advances in new generation dye removal technologies: novel search for approaches to reprocess wastewater," pp. 30801–30818, 2015, doi: 10.1039/c4ra16959j.

- [30] Koc-Jurczyk, Justyna. "Removal of Refractory Pollutants from Landfill Leachate Using Two-Phase System", *Water Environment Research*, vol. 86, no. 1, 2014, pp. 74–80. JSTOR, <http://www.jstor.org/stable/24584970>. Accessed 5 Aug. 2023
- [31] A. Babuponnusami and K. Muthukumar, "A review on Fenton and improvements to the Fenton process for wastewater treatment," *J. Environ. Chem. Eng.*, vol. 2, no. 1, pp. 557–572, 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.jece.2013.10.011>.
- [32] T. Peters, "Membrane Technology for Water Treatment," no. 8, pp. 1233–1240, 2010, doi: [10.1002/ceat.201000139](https://doi.org/10.1002/ceat.201000139).
- [33] M. Takht Ravanchi, T. Kaghazchi, and A. Kargari, "Application of membrane separation processes in petrochemical industry: a review," *Desalination*, vol. 235, no. 1, pp. 199–244, 2009, doi: <https://doi.org/10.1016/j.desal.2007.10.042>.
- [34] Q. Chang et al., "Application of ceramic microfiltration membrane modified by nano-TiO<sub>2</sub> coating in separation of a stable oil-in-water emulsion," *J. Memb. Sci.*, vol. 456, pp. 128–133, 2014, doi: <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2014.01.029>.
- [35] Ochando Pulido, Javier Miguel, et al. "Analysis of the fouling build-up of a spiral wound reverse osmosis membrane in the treatment of two-phase olive mill wastewater," *Chemical Engineering Transactions*, vol. 47, p. 403-408, 2016
- [36] K. Zuo et al., "Coupling microfiltration membrane with biocathode microbial desalination cell enhances advanced purification and long-term stability for treatment of domestic wastewater," *J. Memb. Sci.*, vol. 547, pp. 34–42, 2018, doi: <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2017.10.034>.
- [37] P. Praveen, J. Y. P. Heng, and K.-C. Loh, "Tertiary wastewater treatment in membrane photobioreactor using microalgae: Comparison of forward osmosis & microfiltration," *Bioresour. Technol.*, vol. 222, pp. 448–457, 2016, doi: <https://doi.org/10.1016/j.biortech.2016.09.124>.
- [38] M. A. Al-Obaidi, J.-P. Li, C. Kara-Zaitri, and I. M. Mujtaba, "Optimisation of reverse osmosis based wastewater treatment system for the removal of chlorophenol using genetic algorithms," *Chem. Eng. J.*, vol. 316, pp. 91–100, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.cej.2016.12.096>.
- [39] P. Bengani-Lutz, R. D. Zaf, P. Z. Culfaz-Emecen, and A. Asatekin, "Extremely fouling resistant zwitterionic copolymer membranes with ~ 1nm pore size for treating municipal, oily and textile wastewater streams," *J. Memb. Sci.*, vol. 543, pp. 184–194, 2017, doi: <https://doi.org/10.1016/j.memsci.2017.08.058>.
- [40] Parimal Pal., *Membrane-Based Technologies for Environmental Pollution Control*. 2020, Butterworth-Heinemann
- [41] K. Kim, J. Kim, and H. Lee, "Hollow fiber membrane process for SO<sub>2</sub> removal from flue gas," *J. Chem. Technol. Biotechnol.*, vol. 90, no. 3, pp. 423–431, Mar. 2015, doi: <https://doi.org/10.1002/jctb.4310>.
- [42] F. E. Ahmed, B. S. Lalia, and R. Hashaikeh, "A review on electrospinning for membrane fabrication: Challenges and applications," *Desalination*, vol. 356, pp. 15–30, 2015, doi: <https://doi.org/10.1016/j.desal.2014.09.033>
- [43] F. I. Khan and A. Kr. Ghoshal, "Removal of Volatile Organic Compounds from polluted air," *J. Loss Prev. Process Ind.*, vol. 13, no. 6, pp. 527–545, 2000, doi: [https://doi.org/10.1016/S0950-4230\(00\)00007-3](https://doi.org/10.1016/S0950-4230(00)00007-3)
- [44] Rebollar-Perez G, Carretier E, Lesage N, Moulin P, "Volatile Organic Compound (VOC) Removal by Vapor Permeation at Low VOC Concentrations: Laboratory Scale Results and Modeling for Scale U," *Membranes*, vol.1(1), p. 80-90, 2011 <https://doi.org/10.3390/membranes1010080>

## Pembuatan dan Karakterisasi *Leather* Temu Mangga (*Curcuma amada*) - *Xylitol* Serta Bioaktivitasnya terhadap Bakteri *Streptococcus mutans*

DIANA ALFARIZQI<sup>1\*</sup>, NUNUNG KURNIASIH<sup>1</sup>, ASSYIFA JUNITASARI<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung

\*alamat email koresponden: alfarizqidiana@gmail.com

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
<p><b>Kata kunci:</b> aktivitas antibakteri; <i>fruit leather</i>; karies gigi; temu mangga; <i>xylitol</i>.</p>	<p>Karies gigi merupakan masalah kesehatan mulut yang dialami 3,5 miliar orang di dunia. Karies gigi disebabkan oleh adanya aktivitas dari bakteri <i>Streptococcus mutans</i>. Temu mangga (<i>Curcuma amada</i>) yang mengandung senyawa kurkuminoid dan <i>xylitol</i> diketahui berpotensi menghambat pertumbuhan bakteri <i>Streptococcus mutans</i>. Maka dari itu, dilakukan pengembangan produk olahan pangan fungsional berbentuk <i>fruit leather</i> berbahan dasarnya temu mangga (<i>Curcuma amada</i>) dan <i>xylitol</i> yang diketahui memiliki aktivitas antibakteri dan berpotensi menghambat bakteri <i>Streptococcus mutans</i> sebagai penyebab karies gigi. Pada penelitian ini dilakukan pembuatan <i>fruit leather</i> dengan lima variasi penambahan temu mangga dan <i>xylitol</i> yaitu 80:20, 70:30, 50:50, 30:70, 20:80%, lalu dilakukan analisis karakteristik, uji organoleptik dan uji aktivitas antibakteri. Metode yang digunakan untuk mengetahui karakteristik meliputi penentuan kadar air (metode <i>thermogravimetri</i>), jumlah gula (sukrosa) (metode <i>luff schoorl</i>), kadar cemaran logam menggunakan instrumen AAS (<i>Atomic Absorption Spectrophotometer</i>). Metode yang dilakukan untuk mengetahui aktivitas antibakteri yaitu difusi cakram. Hasil penelitian menunjukkan variasi rasio penambahan temu mangga dan <i>xylitol</i> mempengaruhi kadar air, jumlah gula (sukrosa), dan cemaran logam. Semakin besar penambahan temu mangga meningkatkan kadar air, dan menurunkan nilai kadar gula, sebaliknya dengan <i>xylitol</i>. Selain itu, variasi rasio penambahan temu mangga dan <i>xylitol</i> mempengaruhi karakteristik sensoris <i>fruit leather</i> yang dapat dilihat dari parameter warna, tekstur, rasa dan aroma. Variasi <i>fruit leather</i> yang paling banyak disukai panelis yaitu variasi 20:80% dengan variasi penambahan <i>xylitol</i> terbesar. Nilai aktivitas antibakteri terbesar yaitu dengan zona hambat sebesar 7,10 mm dimiliki oleh variasi 80:20% dengan variasi penambahan temu mangga terbesar.</p>
<p><b>Keywords:</b> <i>antibacterial activity</i>; <i>dental caries</i>; <i>fruit leather</i>; <i>mango ginger</i>; <i>xylitol</i>.</p>	<p><i>Dental caries is an oral health problem experienced by 3.5 billion people worldwide. Dental caries is caused by the activity of the Streptococcus mutans bacteria. Mango ginger (Curcuma amada) which contains curcuminoid and xylitol compounds is known to have the potential to inhibit the growth of Streptococcus mutans bacteria. Accordingly, a functional processed food product was developed in the form of fruit leather made from mango ginger (Curcuma amada) and xylitol which are known to have antibacterial activity and have the potential to inhibit Streptococcus mutans bacteria as a cause of dental caries. In this study, fruit leather was made with five variations of the addition of mango ginger and xylitol, namely 80:20, 70:30, 50:50, 30:70, 20:80%, then carried out characteristic analysis, organoleptic tests and antibacterial activity tests. The method used to determine the characteristics includes determining the water content (thermogravimetric method), the amount of sugar (sucrose) (the luff schoorl method), the level of metal contamination using the AAS (Atomic Absorption Spectrophotometer) instrument. The method used to determine the antibacterial activity is disc diffusion. The results showed that variations in the ratio of the addition of mango ginger and xylitol affected the water content, the amount of sugar (sucrose), and metal contamination. The greater the addition of mango ginger increases the water content, and decreases the value of sugar content, in contrast to xylitol. In addition, variations in the ratio of the addition of mango ginger and xylitol affect the sensory characteristics of fruit leather which can be seen from the parameters of color, texture, taste and aroma. The variation of fruit leather that the panelists liked the most was the 20:80% variation with the largest variation of xylitol addition. The highest antibacterial activity value, with an inhibition zone of</i></p>

---

7.10 mm, is owned by a variation of 80:20% with the largest variation of the addition of mango ginger.

---

## PENDAHULUAN

Kesehatan mulut merupakan suatu indikator utama kesehatan secara kualitas hidup, kesejahteraan, dan keseluruhan hidup. Kesehatan mulut didefinisikan sebagai keadaan terbebas dari sakit mulut, kanker mulut, infeksi dan luka mulut, penyakit periodontal, kerusakan dan kehilangan gigi, serta penyakit atau gangguan lain yang membatasi suatu individu dalam mengunyah, menggigit, tersenyum, dan berbicara [1]. *World Health Organization* pada tahun 2022 memperkirakan setidaknya 3,5 miliar orang di seluruh dunia mengalami masalah kesehatan mulut yaitu karies gigi [2].

Karies gigi adalah salah satu penyakit kesehatan mulut yang paling umum yang dapat menyebabkan nyeri, bau mulut serta kehilangan gigi. Bakteri yang berperan sebagai penyebab karies gigi ini adalah *Streptococcus mutans* [3].

Pengobatan karies gigi biasanya dilakukan dengan pengendalian penumpukan plak. Salah satu sarana dalam pencegahan penumpukan plak adalah dengan cara menggosok gigi dan dengan menggunakan obat kumur [4]. Alternatif dari pengganti obat kumur berbahan dasar kimia ini adalah menggunakan tumbuhan tradisional yaitu temu mangga. Temu mangga (*Curcuma amada*) diketahui memiliki aktivitas antibakteri yang berpotensi sebagai penghambat pertumbuhan berbagai bakteri [5].

Temu mangga (*Curcuma amada*) merupakan salah satu jenis temu-temuan yang dapat dijumpai di Indonesia, Malaysia, Thailand dan India. Ciri khas dari temu mangga sendiri yaitu memiliki aroma seperti mangga [6]. Temu mangga mengandung beberapa senyawa kimia seperti kurkuminoid, fenolik, dan terpenoid. Temu mangga juga diketahui memiliki beberapa aktivitas biologis yaitu sebagai antiinflamasi, antifungi, antialergi, dan antikanker [7].

Kedua bahan tersebut bisa dijadikan olahan pangan fungsional yaitu *fruit leather*. *Fruit leather* merupakan bubur daging buah yang dikeringkan dalam bentuk lembaran tipis dan memiliki tekstur kenyal, lembut dan rasa manis. Bahan utama yang biasa digunakan yaitu karagenan, buah-buahan, asam sitrat dan gula [6].

Salah satu inovasi terbaru pengolahan temu mangga adalah pembuatan *fruit leather*. *Fruit leather* merupakan olahan pangan berbentuk

permen yang berupa lembaran dengan tebal 2-3 mm yang memiliki kadar air sekitar 20-25%. [8]. *Fruit leather* diolah dengan cara pengovenan dan berbahan dasarnya buah, gula, air, *xanthan gum* dan asam sitrat [9]. *Xanthan gum* dan asam sitrat berfungsi sebagai penstabil dimana dapat meningkatkan bentuk dan tekstur pada *fruit leather*.

Penggunaan gula (sukrosa) pada *fruit leather* dapat digantikan dengan gula alkohol, salah satunya yaitu *xylitol*. *Xylitol* merupakan gula yang baik bagi kesehatan dan memiliki rasa manis yang sama seperti gula biasa. *Xylitol* juga diketahui memiliki aktivitas antibakteri terhadap bakteri *Streptococcus mutans* sebagai penyebab karies gigi [10].

Berdasarkan kajian di atas, maka perlu dilakukan pengembangan produk olahan pangan fungsional berbentuk *fruit leather* berbahan dasarnya temu mangga (*Curcuma amada*) dan *xylitol* yang diketahui memiliki aktivitas antibakteri dan berpotensi menghambat bakteri *Streptococcus mutans* sebagai penyebab karies gigi. Maka dari itu, pada penelitian ini dilakukan pembuatan, karakterisasi dan analisis aktivitas antibakteri *leather* temu mangga (*Curcuma amada*) dengan penambahan *xylitol* melalui karakterisasi, uji organoleptik dan uji aktivitas antibakteri.

## EKSPERIMEN

### Material

Bahan yang digunakan yaitu rimpang temu mangga, *xylitol food grade*, *xanthan gum*, asam sitrat, air mineral, aquades, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 98%, NaOH, HCl 37%, indikator fenolftalein, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>, Pb asetat, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, KI, indikator kanji, larutan *luff schoorl*, aqua dm, larutan baku Cu, larutan baku Zn, dan HNO<sub>3</sub> p.a

### Instrumentasi

Instrumen yang digunakan yaitu *Atomic Absorption Spectrophotometer Agilent Technologies 200 Series AA*.

### Prosedur

#### Pembuatan *Leather Temulawak*

Rimpang temu mangga dipotong kecil-kecil kemudian ditambahkan dengan air secukupnya dan dihaluskan dengan *blender*. Hasil

setelah *diblender* kemudian disaring, selanjutnya dipanaskan pada suhu  $80^{\circ}\text{C}$  dan ditambahkan *xylitol*, *xanthan gum* serta asam sitrat sesuai dengan variasi yang digunakan. Adonan diaduk sampai merata, setelah tercampur merata, ditempatkan adonan pada loyang yang telah dilapisi kertas roti. Adonan dioven selama 5-6 jam pada suhu  $55-60^{\circ}\text{C}$ .

Adapun variasi komposisi komponen *leather* temu mangga dan *xylitol*, disajikan pada **Tabel 1** sebagai berikut:

**Tabel 1** Komposisi komponen leather temu mangga dan *xylitol*

Bahan	LTM1 (80:20)	LTM2 (70:30)	LTM3 (50:50)	LTM4 (30:70)	LTM5 (20:80)
Temu Mangga	160 gram	140 gram	100 gram	60 gram	40 gram
<i>Xylitol</i>	40 gram	60 gram	100 gram	140 gram	160 gram
Asam Sitrat	0,25 gram	0,25 gram	0,25 gram	0,25 gram	0,25 gram
<i>Xanthan Gum</i>	2,5 gram	2,5 gram	2,5 gram	2,5 gram	2,5 gram

### Karakterisasi *Leather Temu Mangga dan Xylitol*

#### Penentuan Kadar Air Metode *Thermogravimetri*

Cawan yang akan digunakan dioven terlebih dahulu selama 30 menit pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$ . Cawan didinginkan dalam desikator untuk menghilangkan uap air dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan ( $W_0$ ). Sampel yang telah dihaluskan ditimbang sebanyak 2 gram dalam cawan yang sudah dikeringkan ( $W_1$ ). Kemudian, dioven pada suhu  $105^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam. Sampel didinginkan dalam desikator 30 menit dan ditimbang hingga diperoleh berat konstan ( $W_2$ ).

#### Penentuan Jumlah Gula (*Sukrosa*) Metode *Luff Schoorl*

Pada analisis sebelum inversi, sampel ditimbang sebanyak 0,5 gram kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL dan ditambahkan air. Selanjutnya dikocok dan ditambahkan sebanyak 1,25 mL Pb asetat. Selanjutnya, ditambahkan larutan  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  10% beberapa tetes hingga terbentuk endapan berwarna putih. Setelah itu, ditambahkan 3,75 mL  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  10% kemudian ditambahkan aquades hingga batas kemudian dikocok dan disaring. Filtrat yang dihasilkan dipipet sebanyak 2,5 mL dan dimasukkan ke dalam Erlenmeyer. Selanjutnya, ditambahkan aquades sebanyak 3,75

mL, larutan *Luff* sebanyak 6,25 mL, dan beberapa butir batu didih. Setelah itu, dipanaskan selama 10 menit kemudian didinginkan. Setelah dingin ditambahkan larutan KI 20% sebanyak 2,5 mL dan larutan  $\text{H}_2\text{SO}_4$  25% sebanyak 6,25 mL. Larutan yang dihasilkan dititrasi menggunakan  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N dengan ditambahkan indikator kanji 0,5% ke dalamnya beberapa tetes. Dilakukan hal yang sama untuk penetapan blanko dengan 6,25 mL air dan 6,25 mL larutan *Luff*. Dilakukan tahapan yang serupa pada penetapan kadar gula sesudah inversi yang membedakan hanya dilakukannya hidrolisis dengan penambahan HCl 25% sebanyak 2,5 mL kemudian dinetralkan dengan NaOH 30%.

#### Penentuan Kadar Cemaran Logam dengan Instrumen AAS

##### Pembuatan Larutan Deret Tembaga (*Cu*)

Larutan baku Cu 1000 mg/L diencerkan menggunakan pengencer Aqua DM menjadi larutan deret standar Cu 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; 2,0 mg/L; 3,0 mg/L; dan 4,0 mg/L di dalam labu ukur 50 mL setelah itu ditandabatkan dan dihomogenkan. Kemudian dianalisis menggunakan AAS pada panjang gelombang 324,8 nm.

##### Pembuatan Larutan Deret Seng (*Zn*)

Larutan baku Zn 1000 mg/L diencerkan menggunakan pengencer Aqua DM menjadi larutan deret standar Zn 0,05 mg/L; 0,1 mg/L; 0,5 mg/L; 1,0 mg/L; dan 2,0 mg/L di dalam labu ukur 50 mL setelah itu ditandabatkan dan dihomogenkan. Kemudian dianalisis menggunakan AAS pada panjang gelombang 213,9 nm.

##### Pembuatan Larutan Uji

Sebanyak 0,25 gram sampel *leather* temu yang telah dihaluskan ditimbang. Sampel dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 50 mL kemudian dilakukan destruksi basah menggunakan larutan  $\text{HNO}_3$  p.a sebanyak 30 mL. Lalu, dipanaskan diatas *hot plate* pada suhu  $100^{\circ}\text{C}$  selama 3 jam atau sampai larutan menjadi berwarna bening. Jika larutan masih berwarna keruh, ditambahkan  $\text{HNO}_3$  p.a sebanyak 5 mL. Larutan hasil destruksi kemudian didinginkan dan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL dan ditandabatkan dengan larutan  $\text{HNO}_3$  0,05 M. Kemudian setelah homogen, disaring menggunakan kertas saring Whatman 42.

##### Uji *Organoleptik*

Pengujian organoleptik dilakukan terhadap 5 variasi produk *leather* temu mangga dan *xylitol*

yang dihasilkan. Panelis sebanyak 35 orang akan mengamati dan merasakan *leather* temu mangga dan *xylitol* yang dihasilkan. Parameter yang diuji yaitu warna, tekstur, rasa, dan aroma berdasarkan rating produk. (1) tidak suka, (2) kurang suka, (3) cukup suka, (4) suka, (5) sangat suka.

### **Pengujian Aktivitas Antibakteri**

#### *Sterilisasi Alat dan Bahan*

Alat dan bahan yang digunakan disterilkan terlebih dahulu di dalam autoklaf selama 15 menit pada suhu 121°C.

#### *Penyediaan Bakteri Uji*

Bakteri uji ditanamkan di atas permukaan media agar (Nutrien Agar/ Mueller Hinton Agar) dengan memilih beberapa koloni bakteri menggunakan kawat ose steril, kemudian diinkubasi pada suhu 37°C selama 18-24 jam.

#### *Persiapan dan Standarisasi Suspensi Bakteri*

Bakteri uji disuspensikan ke dalam media cair (Nutrien Broth/Mueller Hinton Broth), lalu diinkubasi selama 18-24 jam pada suhu 37°C. Kemudian, kekeruhan suspensi bakteri distandarisasi setara dengan standar 0,5 Mc Farland.

#### *Uji Antibakteri*

Cawan petri berisi media agar disiapkan pada suhu kamar selama 10-15 menit. Divortex suspensi bakteri hingga homogen kemudian dimasukkan kapas lidi steril kedalam suspensi, dioleskan pada lapisan agar secara merata, dibiarkan selama 5 menit agar bakteri berada pada media agar. Kemudian, disiapkan *paper disc* steril, diteteskan sebanyak 15 µL sampel pada *paper disc* steril, *paper disc* diletakkan pada permukaan agar yang telah dioles bakteri, kemudian diinkubasi pada suhu 37°C selama 16-18 jam. Setelah itu, dilakukan pengamatan dan diukur zona inhibisi yang terbentuk.

## **HASIL DAN PEMBAHASAN**

### ***Pembuatan Leather Temu Magga dan Xylitol***

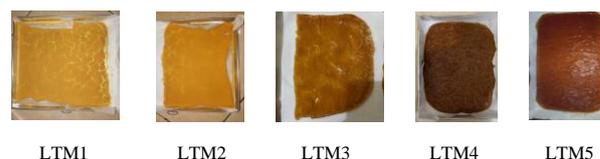
Pembuatan *fruit leather* dilakukan melalui beberapa tahapan yaitu proses pembuatan *puree* temu mangga, pencampuran *xylitol* serta BTP lainnya, dan pemangangan. Di mana, pembuatannya berdasarkan variasi pencampuran antara temu mangga dan *xylitol*. Dibuat lima variasi dengan rasio perbandingan temu mangga dan

*xylitol* sebesar 80:20% (LTM1), 70:30% (LTM2), 50:50% (LTM3), 30:70% (LTM4), 20:80% (LTM5).

Pembuatan *fruit leather* diawali dengan memotong kecil-kecil rimpang temu mangga yang telah dibersihkan kemudian ditambahkan dengan air secukupnya dan dihaluskan dengan *blender* sehingga menghasilkan *puree*. Kemudian, dilakukan pencampuran *puree* temu mangga dengan *xylitol*, *xanthan gum* dan asam sitrat sesuai dengan variasi yang digunakan. Pencampuran dengan bahan-bahan tersebut dipilih berdasarkan kegunaan, dan kualitas agar peran *fruit leather* menjadi pangan fungsional dapat optimal.

Penggunaan *xylitol* sebagai gula digunakan karena memiliki rasa yang mirip seperti gula biasa, serta memiliki manfaat bagi kesehatan mulut, serta memiliki sensasi rasa dingin [10]. Penambahan gula ini juga dapat mengurangi kadar air, memberikan warna akibat proses karamelisasi serta memperpanjang umur simpan dari produk yang dibuat [11]. Penambahan *xanthan gum* berfungsi sebagai pengemulsi atau bahan pengental serta pengikat agar *fruit leather* tidak terpecah saat dipanaskan dalam oven. Asam sitrat yang digunakan berfungsi sebagai pemberi rasa asam serta untuk mengurangi *aftertaste* dari produk *fruit leather*. Pencampuran tersebut dilakukan dengan penambahan air secukupnya serta pada suhu 80°C agar adonan menjadi homogen. Setelah tercampur merata, adonan dioven selama 5-6 jam pada suhu 55-60°C. Penggunaan suhu tersebut ditujukan agar tekstur adonan tidak kasar, tidak mudah gosong dan hancur [12].

Setiap variasi *fruit leather* dibuat dengan komposisi keseluruhan 202,3 gram, dengan bahan baku rimpang temu mangga dan *xylitol* dalam gram pada variasi LTM1 (160:40), LTM2 (140:60), LTM3 (50:50), LTM4 (60:140), LTM5 (40:160). Komposisi tersebut digunakan agar cukup dikarakterisasi, diuji organoleptik dan diketahui aktivitas antibakterinya.



**Gambar 1** Seluruh variasi leather temu mangga dan *xylitol*

### ***Karakterisasi Leather Temu Mangga dan Xylitol***

#### *Keadaan*

Keadaan yang dimaksud dalam karakterisasi ini meliputi kenampakan, bau, rasa dan jamur. Di mana, syarat mutu pada SNI 01-1718-1996 adalah normal, dan tidak berjamur. Seluruh variasi SNI 01-1718-1996 *leather* temu mangga dan *xylitol* seluruhnya telah memenuhi syarat mutu yang digunakan.

### Kenampakan

Kenampakan pada setiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* seluruhnya normal. Di mana, pada tiap variasi *fruit leather* memiliki kenampakan warna yang normal dari kuning-coklat dengan tekstur kering.

### Bau

Bau atau aroma pada tiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* seluruhnya normal. Di mana, LTM1, LTM2, dan LTM3 cenderung memiliki bau jamu atau temu yang lebih dominan, sedangkan LTM4 dan LTM5 memiliki bau khas gula gosong (karamel) yang lebih dominan karena komposisi gula yang digunakan lebih banyak. Pada tiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* juga tercium bau mangga muda sekilas.

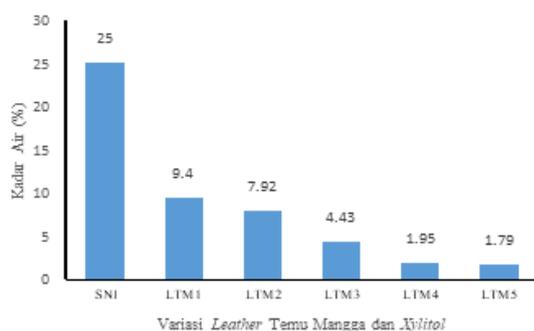
### Rasa

Rasa pada tiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* seluruhnya normal. Di mana, LTM1, LTM2, dan LTM3 cenderung memiliki rasa asli temu mangga yang agak pahit, sedangkan LTM4 dan LTM5 memiliki rasa manis karena komposisi gula yang digunakan lebih banyak.

### Jamur

Pada tiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* secara tampak dan terlihat oleh mata tidak terdapat jamur baik di permukaan maupun di dalamnya.

### Kadar Air



**Gambar 2** Kadar air leather temu mangga dan xylitol

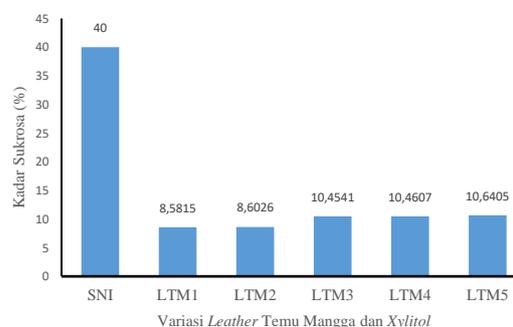
Kadar air pada bahan pangan merupakan suatu komponen yang penting karena mempengaruhi tekstur, kenampakan, kesegaran, rasa, dan masa simpan. Tinggi rendahnya kadar air pada bahan pangan ditentukan oleh air bebas dan air terikat di dalam bahan yang digunakan. Di mana, air terikat membutuhkan suhu yang lebih tinggi untuk menguap begitupun sebaliknya [13].

Kadar air pada *leather* temu mangga dan *xylitol* ini mempengaruhi masa simpan produk. Semakin tinggi kadar airnya maka akan semakin singkat masa penyimpanan suatu produk karena kadar air berkaitan erat dengan media pertumbuhan bakteri, jamur dan mikroba lainnya. Makin tinggi kadar air, maka akan semakin banyak mikroorganisme yang akan tumbuh [14].

Diketahui temu mangga memiliki kandungan pati. Bahan pangan yang memiliki kandungan pati akan mengalami penurunan kadar air akibat adanya reaksi antara pati dengan protein. Di mana, air tidak dapat diikat sempurna karena ikatan hidrogen pada air digunakan karbohidrat untuk bereaksi dengan protein [15]. Hal tersebut sejalan dengan persentase kadar air pada variasi penambahan temu mangga yang sedikit, kadar airnya juga semakin rendah.

### Jumlah Gula (Sukrosa)

Pada penelitian ini dilakukan pengukuran kadar jumlah gula dalam bentuk sukrosa melalui metode *luff schoorl*. Sukrosa merupakan jenis disakarida yang terbentuk dari fruktosa dan glukosa.



**Gambar 3** Kadar sukrosa leather temu mangga dan xylitol

Berdasarkan **Gambar 3** persentase jumlah gula (sukrosa) pada *leather* temu mangga dan *xylitol* mengalami peningkatan dari variasi LTM1

hingga LTM5 dengan kisaran kadar sukrosa 8,5815%-10,6401%. Peningkatan kadar sukrosa sejalan dengan peningkatan rasio penambahan gula *xylitol* pada produk *fruit leather*.

Pada SNI 01-1718-1996 diatur syarat mutu jumlah gula (sukrosa) pada manisan kering adalah minimal sebesar 40%. Pada setiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* belum memenuhi syarat mutu tersebut secara banyaknya persentase jumlah gula (sukrosa). Namun, pada LTM 4 dan LTM5 rasa manis pada gula terasa dengan jelas seperti menggunakan gula biasa karena menggunakan gula alkohol yaitu *xylitol*. *Xylitol* diketahui memiliki rasa yang 80% mirip dengan gula biasa.

Produk *leather* temu mangga dan *xylitol* terutama variasi LTM 4 dan 5 dapat direkomendasikan pada penderita diabetes karena memiliki kadar jumlah gula yang rendah namun dengan rasa yang manis. *Xylitol* dapat membantu menstabilkan kadar gula darah dan mengurangi penyimpanan lipid di mana ini juga berpengaruh pada penurunan berat badan dan secara tidak langsung mencegah timbulnya penyakit kardiovaskular. Saat dikonsumsi, *xylitol* dicerna menjadi karbon dioksida dan air, tidak memerlukan insulin untuk metabolisme dan tidak berpengaruh pada kadar gula darah [16].

### **Pemanis Buatan**

Pada seluruh proses pembuatan variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* tidak dilakukan penambahan pemanis buatan. Pemanis yang digunakan yaitu *xylitol* yang merupakan gula alkohol yang memiliki rasa manis mirip seperti gula biasa. Perlakuan ini sudah sesuai dengan SNI 01-1718-1996 di mana syarat mutu manisan kering adalah tidak menggunakan pemanis buatan.

### **Zat Warna**

Produk *leather* temu mangga dan *xylitol* pada keadaan dasar sebelum dioven memiliki warna kuning muda. Warna kuning ini berasal dari bagian dalam rimpang temu mangga yang berwarna kuning. Setelah dioven, variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* yang memiliki perbandingan gula lebih tinggi berubah warnanya menjadi coklat. Warna coklat tersebut disebabkan oleh reaksi karamelisasi yang terjadi karena adanya interaksi antar gula pada suhu tinggi atau di atas titik cairnya [17]. Dalam SNI 01-1718-1996 penggunaan zat warna diperbolehkan namun hanya untuk zat warna yang diizinkan untuk makanan. Pada setiap variasi produk *leather* temu mangga

dan *xylitol* tidak menggunakan zat warna karena untuk mempertahankan warna alami hasil pengolahan dan sudah memenuhi syarat mutu manisan kering pada SNI 01-1718-1996.

### **Benda Asing**

Benda asing yang dimaksud pada SNI 01-1718-1996 adalah daun, tangkai, pasir dan lainnya. Pada proses pembuatan variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* karena menggunakan rimpang segar, maka bahan utama yaitu temu mangga telah dikupas bagian kulitnya dan dicuci sehingga tanah yang masih menempel bersih. Pembersihan menggunakan air mengalir agar kotoran terbuang secara sempurna. Pada tiap variasi yang sudah menjadi permen tidak ditemukan adanya pengotor. Sehingga, tiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* telah memenuhi syarat mutu.

### **Bahan Pengawet**

Pada pembuatan seluruh variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* tidak ditambahkan bahan pengawet. Keawetan produk bergantung pada kadar air dan gula yang digunakan. Di mana, semakin rendah kadar air dan semakin banyak gula yang ditambahkan maka masa simpan akan semakin panjang. Gula akan menyerap kadar air pada sampel, dan semakin rendah kadar air maka semakin rendah peluang mikroorganisme untuk tumbuh dan menimbulkan kerusakan [18]. Sampel LTM5, LTM4, LTM3, LTM2, LTM1 secara berurutan memiliki masa simpan lebih panjang. Pada SNI 01-1718-1996 diatur bahan pengawet yang digunakan maksimal sebanyak 50 mg/kg. Pada tiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* tidak ditambahkan bahan pengawet yang berarti telah memenuhi syarat mutu SNI 01-1718-1996.

### **Cemaran Logam**

**Tabel 2** Kadar cemaran logam Cu dan Zn

Variasi	Cu (mg/kg)	Zn (mg/kg)
LTM1	0,0123	0,2837
LTM2	0,0061	0,3167
LTM3	0,0232	0,8735
LTM4	0,0999	0,1594
LTM5	0,0278	0,2216
SNI (maks)	50	40

Pada **Tabel 2** di atas menunjukkan adanya perbedaan cemaran logam Cu dan Zn dari setiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol*. Logam Cu

dan Zn yang terdapat pada *leather* berbahan dasar temu mangga dan *xylitol* kemungkinan besar berasal dari temu mangga yang digunakan. Temu mangga, utamanya rimpangnya hidup di dalam tanah dimana diketahui bahwa cemaran logam dapat masuk melalui media berupa tanah. Berikut juga cemaran logam berasal dari air yang digunakan pada saat penyiraman. Perbedaan kadar yang sangat terlihat jelas pun disebabkan karena perbedaan lokasi penanaman temu mangga yang digunakan. Adanya cemaran logam yang terdapat pada seluruh sampel juga disebabkan pada proses pembuatan sampel menggunakan oven tungku kompor berbahan dasar logam.

Meskipun mengandung cemaran logam Cu dan Zn, sampel masih dikatakan aman dikonsumsi karena kandungannya sangat jauh dari batas maksimal cemaran. Logam Cu dan Zn sendiri merupakan mineral mikro yang memiliki fungsi dan kegunaan yang penting bagi tubuh, sehingga dalam jumlah yang sedikit pasti dibutuhkan dan bermanfaat [19].

### Organoleptik

Uji organoleptik merupakan pengujian yang menggunakan indera manusia sebagai alat utama untuk pengukuran daya terima suatu produk untuk mengamati beberapa parameter yang ditentukan. Pada penelitian ini dilakukan pengujian organoleptik terhadap lima variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* untuk mengamati parameter warna, tekstur, rasa dan aroma. Uji organoleptik dilakukan kepada 35 panelis non ahli.

Data yang dihasilkan dari uji organoleptik dianalisis menggunakan metode *One Way ANOVA* kemudian dilanjutkan dengan uji lanjutan *Duncan* yang dapat dilihat pada **Tabel 3**.

#### Warna

Nilai rata-rata variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* yang paling banyak disukai, yaitu variasi LTM2 dengan nilai 3,48 (mendekati suka) sedangkan nilai rata-rata yang paling tidak disukai adalah variasi LTM4 dengan nilai 2,82 (mendekati cukup suka). Hasil pengamatan warna variasi LTM2 memiliki warna kuning tua sedangkan variasi LTM4 cenderung memiliki warna coklat. Warna pada LTM4 cenderung lebih muda daripada LTM5 yang cenderung coklat gelap membuatnya kurang menarik, sedangkan pada LTM2 warna kuning tua dirasa pas antara perpaduan temu

dengan gula. Pengaruh perbedaan warna pada produk *fruit leather* ini akibat perbedaan rasio penambahan rimpang temu mangga yang berbeda serta adanya proses karamelisasi gula, serta reaksi pencoklatan yang terkandung dalam produk *fruit leather*.

#### Tekstur

Nilai rata-rata variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* yang paling banyak disukai, yaitu variasi LTM5 dengan nilai 3,14 (melebihi cukup suka) sedangkan nilai rata-rata yang paling tidak disukai yaitu LTM3 dengan nilai 2,60 (mendekati cukup suka). Hasil pengamatan bahwa semakin banyak komposisi gula pada *fruit leather* membuat teksturnya menjadi lebih keras dan lebih mudah digigit. Sehingga, variasi LTM5 cenderung lebih disukai daripada variasi lainnya. Untuk variasi LTM3 kurang disukai karena pada komposisi tersebut rasio penambahan gula dengan temu sama dimana teksturnya tidak sekeras LTM5 maupun selentur pada LTM1.

#### Rasa

Nilai rata-rata variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* yang paling banyak disukai, yaitu variasi LTM5 dengan 3,74 (mendekati suka) sedangkan nilai rata-rata yang paling tidak disukai yaitu LTM1 dengan nilai 2,97 (mendekati cukup suka). Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi LTM5 memiliki rasa yang lebih manis dibandingkan variasi lainnya. Dimana, berdasarkan hasil penelitian semakin banyak rasio penambahan *xylitol* maka rasa manis yang dihasilkan pada *fruit leather* akan semakin meningkat.

#### Aroma

Nilai rata-rata variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* yang paling banyak disukai, yaitu variasi LTM5 dengan 3,28 (melebihi cukup suka) sedangkan nilai rata-rata yang paling tidak disukai yaitu LTM1 dengan nilai 2,71 (mendekati cukup suka). Hasil pengamatan menunjukkan bahwa semakin banyak rasio penambahan *xylitol* menghasilkan *fruit leather* dengan aroma yang lebih sedap. Sehingga variasi LTM5 cenderung lebih disukai daripada variasi lainnya.

**Tabel 3** Hasil uji organoleptik leather temu mangga dan xylitol

Parameter	Nilai Mean Uji Hedonik Sampel <i>Leather</i> Temu Mangga dan <i>Xylitol</i>				
	LTM1	LTM2	LTM3	LTM4	LTM5
Warna	3,45 ± 0,98 <sup>b</sup>	3,48 ± 1,14 <sup>b</sup>	3,31 ± 1,07 <sup>ab</sup>	2,82 ± 0,85 <sup>a</sup>	2,94 ± 0,87 <sup>a</sup>
Tekstur	2,91 ± 0,95 <sup>ab</sup>	2,91 ± 1,01 <sup>ab</sup>	2,60 ± 1,14 <sup>a</sup>	3,00 ± 0,93 <sup>ab</sup>	3,14 ± 0,87 <sup>b</sup>
Rasa	2,97 ± 1,22 <sup>a</sup>	3,11 ± 1,13 <sup>a</sup>	3,31 ± 1,10 <sup>ab</sup>	3,45 ± 1,01 <sup>ab</sup>	3,74 ± 1,03 <sup>b</sup>
Aroma	2,71 ± 1,01 <sup>a</sup>	2,85 ± 0,91 <sup>ab</sup>	3,00 ± 0,90 <sup>ab</sup>	3,17 ± 1,17 <sup>ab</sup>	3,28 ± 1,27 <sup>b</sup>

Keterangan: a, ab, b, bc, dan c = notasi huruf serupa menunjukkan tidak berbeda signifikan

### Uji Aktivitas Antibakteri

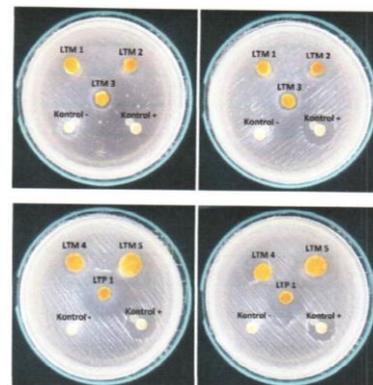
Uji aktivitas antibakteri dilakukan untuk menganalisis aktivitas antibakteri pada setiap variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* terhadap bakteri *Streptococcus mutans* ATCC 25175. Metode yang digunakan yaitu difusi cakram yang pada pengerjaannya dilakukan secara duplo. Metode ini dipilih karena prosesnya yang sederhana, cenderung memakan waktu yang lebih singkat saat preparasi, dan umum digunakan dalam pengujian aktivitas antibakteri.

Pada pengujian aktivitas antibakteri sampel tidak memiliki variasi konsentrasi karena sudah berbentuk makanan ringan siap saji. Kemudian, pada pengujian ini juga digunakan kontrol positif serta kontrol negatif. Kontrol positif yang digunakan adalah *chlorhexidine*. *Chlorhexidine* merupakan obat kumur yang digunakan untuk mengurangi pembentukan plak, mencegah karies gigi dan mencegah terjadinya penyakit periodontal. *Chlorhexidine* memiliki sifat bakterisid dan bakteriostatik terhadap berbagai macam bakteri, termasuk bakteri yang terdapat di dalam mulut seperti *Streptococcus mutans* [20]. Kontrol negatif yang digunakan yaitu aquades, dimana aquades merupakan pelarut yang netral dan tidak akan membentuk zona hambat serta tidak mempengaruhi pertumbuhan bakteri [21].

Dalam pengujian ini digunakan media Mueller Hinton Agar (MHA) sebagai media pertumbuhan karena media ini merupakan media yang selektif dan semua bakteri dapat tumbuh di dalamnya. MHA mengandung pati yang fungsinya dapat menyerap racun yang dikeluarkan oleh bakteri sehingga tidak mengganggu sifat antibiotiknya [22]. Hasil zona hambat seluruh variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* dapat dilihat pada **Gambar 4**.

Hasil pengujian aktivitas antibakteri dapat dilihat melalui adanya zona bening yaitu zona hambat pada area cakram. Terlihat bahwa pada seluruh variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* terbentuk zona bening namun kurang jelas.

Selanjutnya, diameter zona hambat diukur menggunakan jangka sorong. Pada **Tabel 4** terangkum diameter zona hambat seluruh variasi *leather* temu mangga dan *xylitol*.



**Gambar 4** Uji aktivitas antibakteri terhadap bakteri *Streptococcus mutans*

Berdasarkan **Tabel 4** di atas, seluruh variasi *leather* temu mangga dan *xylitol* aktif sebagai antibakteri dan memiliki zona hambat dengan klasifikasi yang berbeda. Menurut Daviz dan Stout (1971) dalam Mahmudah dan Atun (2017) menyatakan zona hambat diklasifikasikan menjadi empat kelompok dalam bentuk diameter yaitu lemah ( $\leq 5$  mm), sedang (5-10 mm), kuat (10-20mm), dan sangat kuat ( $\geq 20$  mm) [23]. Variasi LTM1-LTM3 termasuk ke dalam kelompok sedang, sedangkan LTM4 dan LTM5 termasuk ke dalam kelompok rendah. Semakin tinggi komposisi temu mangga semakin meningkat diameter zona hambat atau aktivitas antibakterinya. Berdasarkan hasil tersebut dapat disimpulkan bahwa semakin banyak komposisi temu mangga maka semakin tinggi pula aktivitas antibakterinya. Aktivitas antibakteri yang ada pada temu mangga ini erat hubungannya dengan senyawa fitokimia yang terkandung pada rimpang temu mangga yaitu kurkumin.

**Tabel 4** zona hambat antibakteri terhadap bakteri *streptococcus mutans*

Variasi	Diameter (mm)	Keterangan
LTL 1	7,10	Aktif
LTL 2	6,08	Aktif
LTL 3	5,15	Aktif
LTL 4	4,85	Aktif
LTL 5	4,45	Aktif
<i>Chlorhexidine</i>	14,50	Aktif
Aquades	0,00	Tidak Aktif

Kurkumin merupakan senyawa yang sifatnya asam dan mampu merusak membran sel bakteri. Kurkumin dapat menghambat kerja enzim di dalam sel bakteri oleh keadaan yang sangat asam. Kerusakan dinding sel pada bakteri kemudian menyebabkan permeabilitas membran sel menjadi terganggu yang berakibat pada molekul-molekulnya menjadi sulit dikontrol, sehingga mempengaruhi aktivitas dan metabolisme bakteri [24]. Kurkumin merupakan senyawa polifenol yang diketahui memiliki gugus fungsi hidroksil yang diketahui dapat menghambat aktivitas antibakteri.

Mekanisme fenol menghambat aktivitas bakteri yaitu dengan cara mengganggu komponen peptidoglikan pada dinding sel bakteri dengan cara mencegah bergabungnya ikatan asam N-asetilmuramat ke dalam mukopeptida sehingga sintesis dinding sel bakteri tidak terbentuk secara sempurna. Hal ini menyebabkan bakteri kehilangan dinding sel yang kaku dan menyisakan membran sel yang rentan rusak serta bocor. Senyawa fenol ini juga dapat menyebabkan denaturasi protein melalui proses adsorpsi yang melibatkan ikatan hidrogen yang dimilikinya [25].

Pada senyawa kurkumin dan kontrol positif *chlorhexidine* keduanya berperan sebagai antibakteri dengan cara merusak permeabilitas membran sel pada bakteri. *Chlorhexidine* memiliki muatan positif sedangkan kebanyakan bakteri memiliki muatan molekul negatif. Perbedaan muatan tersebut kemudian menyebabkan perlekatan yang kuat pada membran bakteri. *Chlorhexidine* akan menyebabkan perubahan pada permeabilitas membran sel bakteri sehingga sitoplasma yang berada di dalamnya keluar dan komponen dengan berat molekul rendah dari dalam sel menembus membran sel dan menyebabkan kematian pada bakteri [24].

Aktivitas antibakteri pada setiap variasi *leather* berbahan dasar temu mangga dan *xylitol* juga disebabkan karena adanya *xylitol* yang digunakan sebagai bahan dasar. *Xylitol* dapat memicu penurunan jumlah bakteri *Streptococcus*

*mutans* karena tidak dapat dimetabolisme oleh bakteri *Streptococcus mutans* untuk menghasilkan energi. Jika *xylitol* masuk ke dalam mulut, bakteri *Streptococcus mutans* akan mencoba memetabolisir *xylitol* namun tidak menghasilkan energi sehingga bakteri kehabisan energi dan kemudian mengalami kematian sehingga jumlahnya akan menurun [26]. Semakin tinggi rasio penambahan *xylitol*, nilai aktivitas antibakteri semakin turun. Ini disebabkan karena reaksi pencoklatan yang membuat *xylitol* kemudian tidak efektif menghambat bakteri dan senyawa pada temu mangga yaitu kurkumin memiliki daya hambat pada bakteri *Streptococcus mutans* lebih baik.

## SIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini dapat disimpulkan bahwa:

1. Karakteristik *leather* berbahan dasar temu mangga (*Curcuma amada*) dan *xylitol* yaitu memiliki keadaan normal, memiliki kadar air 1,79-9,40%, memiliki jumlah gula (sukrosa) 8,58-10,64%, tidak menggunakan pemanis buatan dan zat warna, tidak terdapat benda asing, dan tidak menggunakan bahan pengawet serta memiliki cemaran logam kurang dari 1 mg/kg.
2. Pembuatan *leather* berbahan dasar temu mangga (*Curcuma amada*) dan *xylitol* dengan variasi penambahan temu mangga dan *xylitol* memberikan pengaruh terhadap karakteristik sensoris yang berbeda-beda, pada parameter warna dengan nilai tertinggi 3,48 (mendekati suka), tekstur dengan nilai 3,14 (melebihi cukup suka), rasa dengan nilai 3,74 (mendekati suka) dan aroma dengan nilai 3,28 (melebihi cukup suka).
3. Nilai aktivitas antibakteri *leather* berbahan dasar temu mangga (*Curcuma amada*) dan *xylitol* adalah sebesar 4,45-7,10 mm.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada semua pihak yang telah membantu dan membimbing proses penelitian dan penyusunan artikel ini hingga selesai.

## REFERENSI

- [1] L. T. Marthinu and M. Bidjuni, "Penyakit Karies Gigi Pada Personil Detasemen Gegana Satuan Brimob Polda Sulawesi Utara Tahun 2019," *JIGIM (Jurnal Ilm. Gigi dan Mulut)*, vol. 3, no. 2, pp. 58–64, 2020, doi: 10.47718/jgm.v3i2.1436.
- [2] W. H. O. (WHO), "Oral Health," 2022. <https://www.who.int/news-room/fact-sheets/detail/oral-health>.
- [3] M. R. Sibarani, "Karies: Etiologi, Karakteristik Klinis dan Tatalaksana," *Maj. Kedokt. Univ. Kristen Indones.*, vol. XXX, no. 1, pp. 14–22, 2014.
- [4] A. Hamsar and E. S. Ramadhan, "Penggunaan Chlorhexidine Kumur dalam Perbaikan Indeks Kebersihan Gigi Pegawai Poltekkes Kemenkes RI Medan," *J. Kesehat. Gigi*, vol. 6, no. 2, pp. 99–103, 2019, doi: 10.31983/jkg.v6i2.5482.
- [5] R. Mahadewi and R. Kavitha, "Phytochemical and Pharmacological Properties of Curcuma amada: A Review," *Int. J. Res. Pharm. Sci.*, vol. 11, no. 3, pp. 3546–3555, 2020, doi: <https://doi.org/10.26452/ijrps.v11i3.2510>.
- [6] A. Tedjo, D. Sajuthi, and L. K. Darusman, "Aktivitas Kemoprevensi Ekstrak Temu Mangga," *Makara Kesehat.*, vol. 9, no. 2, pp. 57–62, 2005.
- [7] R. S. Policegoudra, S. M. Aradhya, and L. Singh, "Mango Ginger (Curcuma amada Roxb.) - A Promising Spice for Phytochemicals and Biological Activities," *J. Biosci.*, vol. 36, no. 4, pp. 739–748, 2011, doi: 10.1007/s12038-011-9106-1.
- [8] A. D. Marzelly, T. Lindriati, and S. Yuwanti, "Karakteristik Fisik, Kimia, dan Sensoris Fruit Leather Pisang Ambon (*Musa paradisiaca* S.) dengan Penambahan Gula dan Karagenan," *J. Agroteknologi*, vol. 11, no. 02, p. 172, 2018, doi: 10.19184/j-agt.v11i02.6526.
- [9] M. Zhaki, N. Harun, and F. Hamzah, "Penambahan Berbagai Konsentrasi Karagenan terhadap Karakteristik Fruit Leather Pepaya," *JOM UR*, vol. 5, no. 2, 2018.
- [10] B. Saksono, "Rare Sugars, Karunia yang Belum Terekplorasi," *BioTrends*, vol. I, no. 02, pp. 35–37, 2006.
- [11] M. Yunita and R. Rahmawati, "Pengaruh Lama Pengeringan Terhadap Mutu Manisan Kering Buah Carica (*Carica candamarcensis*)," *KONVERSI*, vol. 4, no. 2, pp. 17–28, 2015.
- [12] W. Luketsi, R. Wibowo, and R. BAG, "Pengaruh Pengeringan Terhadap Kuat Tarik dan Elastisitas Fruit Leather Dari Buah Nanas (*Ananas cosmosus* L.) Subgrade," *Pros. SNST Ke-11 Fak. Tek. Univ. Wahid Hasyim Semarang*, pp. 11–16, 2021.
- [13] H. Herlina, M. Belgis, and L. Wirantika, "Karakteristik Fisikokimia dan Organoleptik Fruit Leather Kenitu (*Chrysophyllum cainito* L.) dengan Penambahan CMC dan Karagenan," *J. Agroteknologi*, vol. 14, no. 02, p. 103, 2020, doi: 10.19184/j-agt.v14i02.12938.
- [14] H. Herawati, "Penentuan Umur Simpan Pada Produk Pangan," *J. Litbang Pertan.*, vol. 27, no. 4, pp. 124–130, 2008.
- [15] S. . Montolalu, N. . Lontaan, S. . Sakul, and A. D. Mirah, "Sifat Fisiko Kimia dan Mutu Organoleptik Bakso Broiler dengan Menggunakan Tepung Ubi Jalar (*Ipomoea batatas* L.)," *Zootec*, vol. 32, no. 5, 2017, doi: 10.35792/zot.32.5.2013.986.
- [16] D. Umair, R. Kayalvizhi, V. Kumar, and S. Jacob, "Xylitol: Bioproduction and Applications-A Review," *Front. Sustain.*, vol. 3, no. February, pp. 1–16, 2022, doi: 10.3389/frsus.2022.826190.
- [17] M. Adna Ridhani and N. Aini, "Potensi Penambahan Berbagai Jenis Gula Terhadap Sifat Sensori Dan Fisikokimia Roti Manis:

- Review,” *Pas. Food Technol. J.*, vol. 8, no. 3, pp. 61–68, 2021, doi: 10.23969/pftj.v8i3.4106.
- [18] C. Windyastari, Wignyanto, and W. I. Putri, “Pengembangan Belimbing Wuluh (*Averrhoa bilimbi*) Sebagai Manisan Kering dengan Kajian Konsentrasi Perendaman Air Kapur ( $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ) dan Lama Waktu Pengeringan,” *J. Ind.*, vol. 1, no. 3, pp. 195–203, 2021.
- [19] S. D. Widhyari, “Peran dan Dampak Defisiensi Zinc (Zn) Terhadap Sistem Tanggap Kebal,” *Wartazoa*, vol. 22, no. 3, pp. 141–148, 2012.
- [20] B. R. Sinaredi, S. Pradopo, and T. B. Wibowo, “Daya Antibakteri Obat Kumur Chlorhexidine, Povidone Iodine, Fluoride Suplementasi Zinc Terhadap *Streptococcus mutans* dan *Porphyromonas gingivalis*,” *Maj. Kedokt. Gigi*, vol. 47, no. 4, p. 211, 2014.
- [21] N. D. Anggraini, K. M. Kartika, and E. P. Sari Tambunan, “Uji Efektivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Bunga Kecombrang (*Etilingera elatior*) Terhadap Pertumbuhan *Klebsiella pneumoniae*,” *KLOROFIL J. Ilmu Biol. dan Terap.*, vol. 6, no. 1, p. 38, 2022, doi: 10.30821/kfl:jibt.v6i1.11648.
- [22] M. Yunus, M. Abbas, and Z. Bakri, “Uji Daya Hambat Madu Hutan Murni (*Mei Depuratum*) Terhadap Pertumbuhan Bakteri *Staphylococcus Aureus*,” *Maj. Farm. Nas.*, vol. 16, no. 01, pp. 6–12, 2019.
- [23] F. L. Mahmudah and S. Atun, “Uji Aktivitas Antibakteri dan Ekstrak Etanol Temu Kunci (*Boesenbergia pandurata*) Terhadap Bakteri *Streptococcus mutans*,” *J. Penelit. Saintek*, vol. 22, no. 1, 2017.
- [24] N. Zubaidah, D. E. Juniarti, and F. Basalamah, “Perbedaan Daya Antibakteri Ekstrak Temulawak (*Curcuma xanthorrhiza* Roxb.) 3,125% dan Chlorhexidine 0,2% terhadap *Lactobacillus acidophilus*,” *Conserv. Dent. J.*, vol. 8, no. 1, p. 11, 2019, doi: 10.20473/cdj.v8i1.2018.11-19.
- [25] N. Hidayah, D. Mustikaningtyas, and S. H. Bintari, “Aktivitas Antibakteri Infusa Simplisia *Sargassum muticum* terhadap Pertumbuhan *Staphylococcus aureus*,” *Life Sci.*, vol. 6, no. 2, pp. 49–54, 2017.
- [26] B. Saputera, D. A. Wicaksono, and J. A. Khoman, “Efektivitas Permen Karet Xylitol dalam Menurunkan Plak,” *e-GiGi*, vol. 9, no. 2, p. 139, 2021, doi: 10.35790/eg.9.2.2021.33896.

## Sintesis dan Karakterisasi ZnO dari Limbah Baterai dengan Templat *Carboxymethyl Cellulose* (CMC)

AYU ANDINI<sup>1\*</sup>, EKO PRABOWO HADISANTOSO<sup>1</sup>, DAN SONI SETIADJI<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, UIN Sunan Gunung Djati Bandung

\* alamat email korespondensi: ayuandini2101@gmail.com

Informasi Artikel	Abstrak/Abstract
<p><b>Kata Kunci:</b> Karboksimetil Selulosa; Limbah Baterai; Patikel Nano; Seng Oksida; Templat.</p>	<p>Zink oksida (ZnO) merupakan material semikonduktor yang memiliki nilai band gap yang tinggi dan memiliki energi ikatan elektron yang kuat, dengan energi ikatan elektron yang tinggi membuat ZnO stabil pada suhu ruang. Material ZnO diperoleh melalui sintesis dari lempeng Zn yang berada di dalam limbah baterai, menjadikan limbah baterai sebagai bahan baku yang bermanfaat untuk pembuatan material ZnO dan sekaligus untuk mengurangi pencemaran lingkungan. Sintesis ZnO dilakukan dengan menggunakan templat <i>Carboxymethyl Cellulose</i> (CMC) yang berfungsi untuk mendesain ukuran pori pada suatu nanopartikel yang sedang disintesis. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh penggunaan templat CMC pada sintesis material ZnO yang berasal dari limbah baterai menggunakan metode ko-presipitasi yang dianalisis lebih lanjut menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) dan Scanning Electron Microscope (SEM). Hasil karakterisasi menggunakan XRD menunjukkan pola difraksi ZnO yang disintesis telah sesuai dengan standar ZnO dengan fasa yang diperoleh untuk keduanya yaitu zincite. Berdasarkan perhitungan menggunakan persamaan Debye-Scherrer, ukuran kristal rata-rata ZnO diperoleh sebesar 20,5199 nm, sementara ZnO CMC memiliki ukuran kristal rata-rata 9,6831 nm. Selain itu, persentase kristalinitas ZnO diperoleh sebesar 66,32%, sementara ZnO CMC memiliki persentase kristalinitas sebesar 81,04%. Data dari SEM menunjukkan bahwa ZnO memiliki morfologi berbentuk batang (Rod-like Morphology), sedangkan ZnO CMC memiliki morfologi berbentuk bola (Sphere Morphology). Selain itu, ukuran partikel ZnO diperoleh sebesar <math>38.54247 \pm 0.14981</math> nm, sementara ZnO CMC memiliki ukuran partikel sebesar <math>24.45382 \pm 0.11078</math> nm.</p>
<p><b>Keywords:</b> Battery Waste; <i>Carboxymethyl Cellulose</i>; Nano Particles; Template; Zinc Oxide.</p>	<p><i>Zinc oxide (ZnO) is a semiconductor material with a high band gap value and strong electron binding energy, which makes ZnO stable at room temperature. ZnO material is obtained through the synthesis of zinc plates found in battery waste, turning battery waste into a useful raw material for ZnO production and simultaneously reducing environmental pollution. ZnO is synthesized using Carboxymethyl Cellulose (CMC) templates to design pore size in the synthesized nanoparticles. This research aims to investigate the effect of using CMC templates in the synthesis of ZnO materials derived from battery waste using the co-precipitation method, which is further analyzed using X-Ray Diffraction (XRD) and Scanning Electron Microscope (SEM). The XRD characterization results indicate that the synthesized ZnO materials have a consistent diffraction pattern with standard ZnO, resulting in the zincite phase for both samples. Based on calculations using the Debye-Scherrer equation, the average crystal size of ZnO is determined to be 20.5199 nm, while ZnO CMC has an average crystal size of 9.6831 nm. Additionally, the percentage of crystallinity is found to be 66.32% for ZnO and 81.04% for ZnO CMC. SEM data reveals that ZnO has a rod-like morphology, while ZnO CMC exhibits a sphere morphology. Moreover, the particle size of ZnO is measured at <math>38.54247 \pm 0.14981</math> nm, whereas ZnO CMC has a particle size of <math>24.45382 \pm 0.11078</math> nm.</i></p>

## PENDAHULUAN

Zink oksida (ZnO) merupakan material semikonduktor yang berada pada golongan II-VI, memiliki nilai band gap yang tinggi sekitar 3,3 eV pada temperatur ruang dan memiliki energi ikatan elektron yang kuat yaitu sebesar 60 meV, dengan energi ikatan elektron yang tinggi membuat ZnO stabil pada suhu ruang [1]. ZnO mampu menyerap energi foto dari matahari dengan jumlah yang banyak karena nilai band gap-Nya yang besar. Selain itu, nilai band gap tersebut berhubungan dengan rentang cahaya yang dapat diserap oleh material semikonduktor untuk fotokatalisis pengolahan limbah [2]. Senyawa ZnO dapat diperoleh dari lempeng Zn yang berada di dalam limbah baterai. Dalam hal ini limbah baterai bermanfaat sebagai bahan baku untuk pembuatan material ZnO maupun untuk mengurangi pencemaran lingkungan. Namun, lempeng Zn dari limbah baterai perlu disintesis terlebih dahulu untuk menghasilkan material ZnO. Metode sintesis yang banyak digunakan adalah metode kopresipitasi, yaitu metode yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Kelebihan dari metode ini adalah dapat dilakukan di suhu kamar dan mudah mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Sintesis ZnO bisa dilakukan dengan templat maupun tanpa templat [3] [4].

Templat atau bisa juga disebut dengan cetakan, biasanya digunakan untuk mendesain ukuran pori pada suatu nanopartikel [3]. Nanopartikel yang terbentuk pada proses sintesis akan menjadi tidak berpori karena templat menutupi pori kristalnya. Metode yang sering digunakan untuk menghilangkan templat yaitu dengan kalsinasi. Kalsinasi pada suhu tinggi dapat memperkecil ukuran pori akibat dari deposit karbon yang ditinggalkan sebagai kontaminan bahan berpori yang akan memblokir pori-pori [5]. Templat organik sering digunakan karena harganya yang relatif murah seperti carboxymethyl cellulose (CMC).

Senyawa CMC merupakan senyawa anion yang memiliki sifat biodegradable, berwarna putih atau sedikit kekuningan, tidak berbau, berbentuk granula halus atau bubuk. CMC berasal dari turunan selulosa dengan gugus karboksimetil (-

CH<sub>2</sub>-COOH) yang mampu larut di dalam air, tidak beracun dan harga bahan yang murah. CMC dan pati memiliki kerangka makromolekul yang mirip, selain itu CMC juga merupakan polisakarida yang dapat digunakan sebagai templat organik [1]. Beberapa penelitian menggunakan senyawa organik sebagai templat seperti pada penelitian Manoj et.al (2014) mengenai sintesis nanopartikel ZnO menggunakan Carboxymethyl Cellulose Hydrogel menunjukkan bahwa ZnO berhasil disintesis dengan metode hidrogel, menghasilkan nilai band gap yang lebih kecil yaitu sebesar 3,14 eV, dan menunjukkan bahwa nanopartikel memiliki morfologi bola [11]. Selain itu, penelitian Dhanalakshmi et.al (2018) mengenai sintesis ZnO menggunakan bio-template sakarida (glukosa, sukrosa dan pati) menunjukkan bahwa kualitas nanopartikel ZnO dapat ditingkatkan dengan penggunaan bio-template sakarida [12]. Sakarida memainkan peran templat melalui pembentukan sintesis nanopartikel ZnO, yang membuat nanopartikel ZnO memiliki permukaan yang lebih seragam dan halus. Selain itu hasil SEM menunjukkan bahwa bio-template dari pati (polisakarida) menghasilkan permukaan yang lebih seragam daripada sampel yang lainnya [13] [14].

Pada penelitian ini, dilakukan sintesis ZnO menggunakan templat CMC. Nanopartikel yang dihasilkan dikarakterisasi menggunakan instrumen XRD untuk menentukan fasa dan kristalinitas, UV-DRS untuk mengukur energi celah pita, dan SEM untuk mengetahui morfologi permukaan dan ukuran partikelnya.

## EKSPERIMEN

Pada penelitian ini meliputi dua tahap pengerjaan, yaitu 1) Sintesis ZnO dengan templat CMC dengan metode kopresipitasi dan 2) Karakterisasi XRD dan SEM.

### *Material*

Bahan-bahan yang digunakan terdiri dari HCl pekat 37% teknis, NaOH p.a (Himedia), kertas saring (Whatman No. 42), akuades, *carboxymethyl cellulose*, dan limbah baterai.

## Instrumentasi

Instrumen yang digunakan terdiri dari *X-Ray Diffraction (XRD) PANalytical X'Pert High Score* dengan radiasi Cu-K $\alpha$  untuk mengetahui ukuran kristalnya dan *Scanning Electron Microscope (SEM) JEOL JSM 6360* untuk mengetahui morfologi senyawa hasil sintesis.

## Prosedur

### Sintesis ZnO

Limbah baterai dibongkar dan lempeng Zn dipisahkan. Lempeng Zn dibersihkan, dipotong kecil dan ditimbang sebanyak 60,2607 gram. Lempeng Zn dilarutkan dengan larutan HCl 37% sebanyak 350 mL dan diaduk dengan kecepatan 700 rpm pada suhu 80°C selama 6 jam. Filtrat disaring dan dipipet sebanyak 100 mL. Dilakukan perbandingan sintesis ZnO tanpa templat dan ZnO dengan templat 2 gram (ZnO CMC 2). Filtrat tersebut diendapkan dengan NaOH sampai pH 10. Endapan disaring dan dicuci dengan akuades hingga bebas klorida. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C selama 3 jam, dan dilanjutkan dengan kalsinasi pada suhu 400 °C selama 3 jam.

### Karakterisasi ZnO

Subbab untuk prosedur jika terdiri dari beberapa perlakuan atau metode. Karakterisasi yang dilakukan pada ZnO meliputi *X-Ray Diffraction (XRD)* untuk menganalisis fasa, ukuran kristal dan kristalinitas. Selanjutnya *Scanning Electron Microscopy (SEM)* digunakan untuk memeriksa morfologi permukaan dan ukuran partikel ZnO.

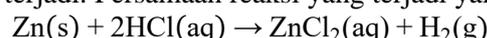
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Sintesis ZnO

Seng oksida (ZnO) adalah senyawa anorganik yang tidak dapat larut dalam air, memiliki peran sebagai aplikasi penting di berbagai bidang fotokatalisis, elektronika, optoelektronika, dan pengolahan air [14]. ZnO ini disintesis dari limbah baterai yang perlu dipreparasi terlebih dahulu untuk memisahkan

lempeng Zn dengan komponen lain, lempeng Zn yang digunakan berada pada lapisan kedua baterai. Lempeng Zn yang sudah bersih dipotong kecil-kecil untuk memudahkan pelarutan, agar semakin banyak tumbukan yang terjadi antar partikel reaktan sehingga akan semakin banyak pula produk yang dihasilkan. Lempeng Zn sebelum dan setelah dilakukan preparasi dapat dilihat pada **Gambar 1**.

Proses pelarutan lempeng Zn dilakukan dalam gelas kimia 600 mL agar reaksi yang terjadi tidak meluap keluar. Larutan HCl pekat 37% digunakan karena Zn akan mudah larut pada asam pekat. Proses pelarutan tersebut memakan waktu yang lama karena digunakan jumlah lempeng Zn yang cukup banyak, sehingga proses pelarutannya menjadi terhambat. Selain itu, pemanasan pada larutan digunakan agar meningkatkan terjadinya tumbukan antara larutan HCl dengan partikel Zn sehingga dapat mempercepat laju reaksi yang terjadi. Persamaan reaksi yang terjadi yaitu:



**Gambar 1** (a) Baterai primer AA 1,5 V; (b) Lapisan kedua baterai: lempeng Zn; (c) lempeng Zn setelah dibersihkan; (d) Potongan Zn hasil preparasi

Setelah semua Zn larut dalam HCl menjadi larutan ZnCl<sub>2</sub>, dilakukan penyaringan untuk memisahkan larutan ZnCl<sub>2</sub> dengan partikel-partikel berwarna hitam yang berupa Mn berasal dari pasta baterai. Hal tersebut disebabkan karena preparasi baterai yang tidak sempurna. Larutan ZnCl<sub>2</sub> yang didapatkan berwarna kuning cerah dan memiliki pH=1. Larutan stok ZnCl<sub>2</sub> yang dihasilkan sekitar 350 mL, namun dalam satu kali

sintesis hanya digunakan 100 mL larutan  $ZnCl_2$ . Volume yang berlebih pada larutan stok  $ZnCl_2$  dilakukan untuk menghindari kekurangan larutan selama proses sintesis, sehingga dapat dipastikan bahwa larutan  $ZnCl_2$  yang terbentuk mencukupi proses sintesis.

Pada proses pencampuran larutan  $ZnCl_2$  dengan larutan CMC dilakukan dengan menyiapkan dua buah gelas kimia yang diisi dengan larutan  $ZnCl_2$  sebanyak 100 mL. Kemudian, pada larutan ZnO tidak ditambahkan campuran CMC karena sebagai standar ZnO tanpa templat, pada larutan ZnO CMC 2 ditambahkan 100 mL akuades yang sudah dicampurkan CMC 2 gram. Kedua larutan diaduk dengan magnetic stirrer pada kecepatan 700 rpm selama 5 menit. Kedua larutan tersebut tidak memiliki perbedaan warna dan masih berwarna kuning cerah. Selanjutnya, ketiga larutan ZnO dan ZnO CMC 2 dilakukan proses pengendapan dengan NaOH hingga larutan memiliki pH 10.

Pada proses pengendapan, NaOH yang digunakan berupa padatan agar mempercepat kenaikan pH, pada saat pH sudah mendekati angka 10 (pH 8-9) digunakan NaOH yang berupa larutan dengan konsentrasi 6M. Hal ini dilakukan agar menghindari kelebihan pH, karena jika pH-nya lebih dari 10 endapan yang sudah terbentuk akan larut kembali menjadi  $[Zn(OH)_4]^{2-}$  sehingga endapan yang dihasilkan tidak maksimal. Pada saat penambahan NaOH dilakukan pengadukan agar homogen dan proses pengendapan semakin cepat. Endapan yang dihasilkan pada ketiga larutan tersebut berwarna putih sedikit kekuningan yang berarti sudah terbentuk endapan  $Zn(OH)_2$  dan NaCl yang larut dalam air. Endapan yang dihasilkan disaring dan dicuci dengan akuades hingga bebas klorida. Filtrat hasil pencucian endapan ditetaskan dengan larutan  $AgNO_3$  untuk menguji bebas klorida. Jika saat ditetaskan sudah tidak terbentuk endapan putih/larutan putih, artinya endapan sudah bebas klorida.

Endapan yang sudah bebas  $Cl^-$  dikeringkan dalam oven pada suhu  $100^\circ C$  selama 3 jam, agar kandungan air yang ada pada endapan hilang. Setelah proses pengeringan selanjutnya dilakukan proses kalsinasi pada suhu  $400^\circ C$  selama 3 jam. Pada proses kalsinasi, terjadi perubahan dari  $Zn(OH)_2$  menjadi ZnO. Selain itu, kandungan

CMC yang sebelumnya terdapat dalam  $Zn(OH)_2$  akan menghilang karena proses kalsinasi, dimana CMC akan mulai menghilang pada suhu kalsinasi sekitar  $200-250^\circ C$  [7]. Pada suhu ini, ikatan kimia dalam struktur CMC mulai terurai dan komponen organiknya terbakar atau menguap.

### **Karakterisasi ZnO**

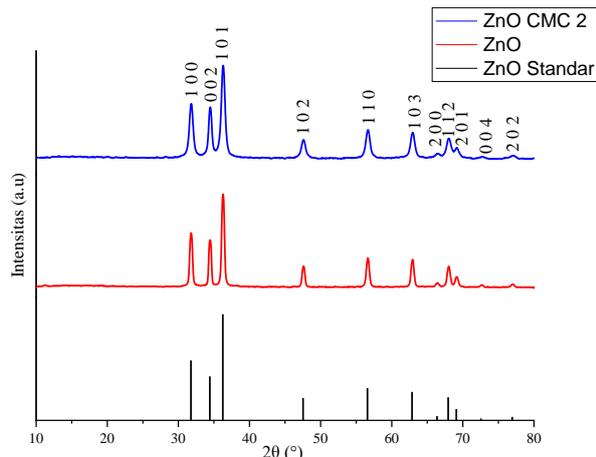
Pengukuran XRD dilakukan untuk membandingkan intensitas puncak dalam difraktogram data dari ZnO dan ZnO CMC 2 yang diperoleh melalui aplikasi X'Pert High Score seperti pada Gambar 2. Analisis menunjukkan puncak tajam pada kedua sampel mengindikasikan pembentukan fasa zincite yang berbentuk kristal heksagonal dan bersifat kristalin. Perbandingan puncak dengan referensi ICDD No. 01-079-2205 mengevaluasi kesesuaian sampel sintesis dengan standar.

Hasil perbandingan menunjukkan bahwa difraktogram ZnO dan ZnO CMC 2 memiliki sudut  $2\theta$  yang serupa dengan ZnO standar, meskipun perbedaan intensitas mengindikasikan kurangnya kemurnian sampel. Namun, hal ini sudah cukup menunjukkan bahwa sintesis ZnO dan ZnO CMC 2 yang berbahan dasar limbah baterai telah berhasil dilakukan.

Berdasarkan perhitungan, ukuran kristal ZnO adalah 18.35 nm dan ZnO CMC 2 adalah 13.81 nm, menunjukkan struktur nanokristal pada kedua sampel. ZnO dengan templat memiliki ukuran kristal lebih kecil, menunjukkan pengaruh positif templat dalam menciptakan ukuran nanopartikel optimal. Selain itu, terdapat perbedaan tingkat kristalinitas yang signifikan di mana ZnO CMC 2 memiliki kristalinitas lebih tinggi, menunjukkan bahwa penggunaan templat dapat menghasilkan struktur kristal yang lebih teratur. Penggunaan templat efektif menghindari fasa amorf atau defek kristal, meningkatkan kristalinitas material yang disintesis.

Pengukuran SEM pada material ZnO yang disintesis tanpa templat dan ZnO CMC 2 diamati pada pembesaran 50.000x, dapat dilihat pada **Gambar 3**. Hasil analisis menunjukkan bahwa ZnO tanpa templat memiliki morfologi berbentuk batang, sedangkan ZnO CMC 2 dengan templat memiliki morfologi bola. Kedua material ini mengalami aglomerasi partikel dengan

penyebaran tidak merata, mungkin dipengaruhi oleh karakterisasi yang kurang optimal.

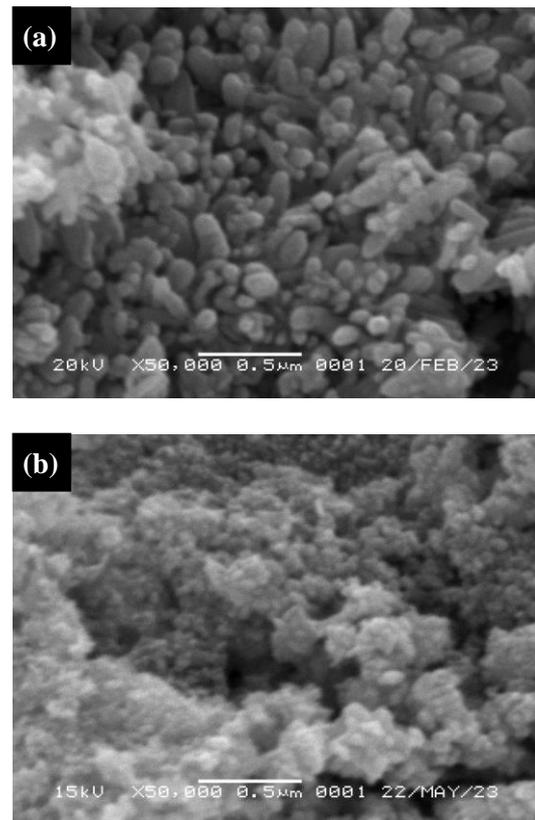


**Gambar 2** Pola Difraksi Sinar-X

Ukuran kristal diukur menggunakan ImageJ dengan 150 sampel acak, dianalisis secara statistik melalui Microsoft Excel, kemudian diolah menjadi tabel dan grafik. Berdasarkan analisis, partikel ZnO CMC 2 memiliki ukuran lebih seragam dengan frekuensi yang tinggi pada setiap diameter, sedangkan ZnO memiliki distribusi ukuran yang lebih bervariasi dan frekuensi rendah. Penggunaan templat juga mempengaruhi struktur morfologi ZnO, di mana ZnO dengan templat memiliki morfologi lebih teratur dan seragam, sementara ZnO tanpa templat cenderung acak.

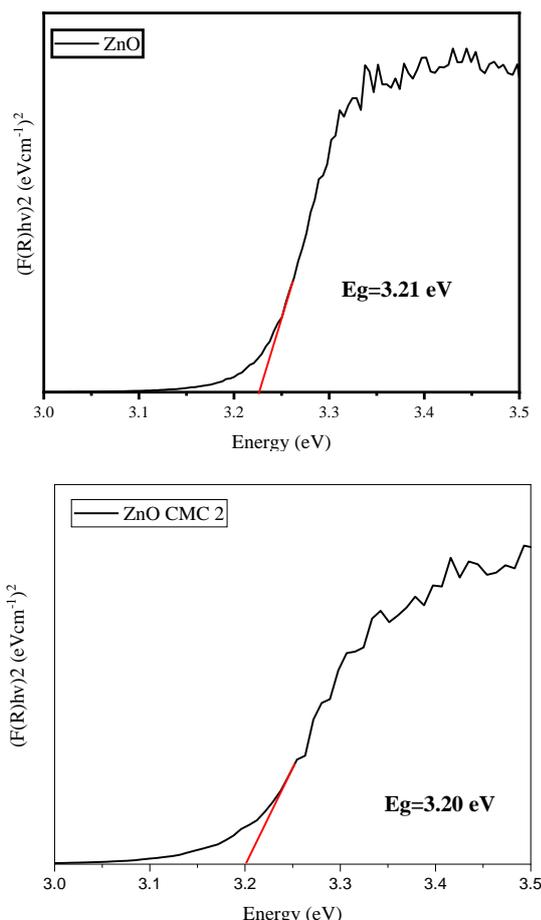
Struktur morfologi yang teratur pada ZnO CMC 2 dapat meningkatkan efisiensi penyerapan cahaya, yang berdampak pada aktivitas fotokatalisis. Dengan demikian, templat tidak hanya memengaruhi efektivitas fotokatalisis, tetapi juga membantu mencapai struktur morfologi yang diinginkan pada sintesis ZnO. Ukuran rata-rata partikel ZnO adalah  $38.54247 \pm 0.14981$  nm, sedangkan ZnO CMC 2 adalah  $24.45382 \pm 0.11078$  nm berdasarkan perhitungan hasil.

Karakterisasi UV-DRS dilakukan untuk menentukan celah pita material ZnO dan ZnO CMC 2 hasil sintesis. Dalam karakterisasi UV-DRS, data yang dihasilkan berupa panjang gelombang (nm) dan persentase reflektansi, sehingga data tersebut diproses dengan metode Kubelka-Munk untuk mendapatkan informasi mengenai energi celah pita dari material yang disintesis.



**Gambar 3** Morfologi Material (a) ZnO dan (b) ZnO CMC 2

Nilai energi celah pita ini diperlukan agar elektron dapat berpindah dari tingkat energi valensi ke energi konduksi. Energi celah pita ini memiliki pengaruh yang signifikan terhadap kinerja fotokatalisis. Persentase reflektansi diamati pada berbagai panjang gelombang dari 200 hingga 800 nm pada setiap sampel. Energi celah pita ZnO dan ZnO CMC 2 dihitung melalui analisis grafik  $F(R)$  terhadap  $h\nu$ , dan nilai ini adalah 3,21 eV dan 3,20 eV, sesuai dengan nilai band gap umum ZnO. Hasil spektrum reflektansi UV-DRS dapat dilihat pada **Gambar 4**.



**Gambar 4** Spektrum Hasil Pengolahan Data UV DRS

## SIMPULAN

Material ZnO dan ZnO CMC 2 telah berhasil disintesis dari limbah baterai melalui metode kopresipitasi dengan pengendap NaOH, sesuai dengan data ICSD No. 01-079-2205 yang dikonfirmasi melalui analisis XRD. Hasil analisis XRD menunjukkan bahwa keduanya memiliki ukuran kristal nanokristal, dengan ZnO memiliki ukuran kristal 20,5199 nm dan ZnO CMC 2 sebesar 9,6831 nm. % Kristalinitas ZnO dan ZnO CMC 2 masing-masing adalah 66,32% dan 81,04%. Morfologi ZnO adalah batang (Rod-like) dan ZnO CMC 2 berbentuk bola (Sphere), dengan ukuran partikel berturut-turut sekitar  $38,54247 \pm 0,14981$  nm dan  $24,45382 \pm 0,11078$  nm. Nilai band gap ZnO adalah 3,21 eV dan ZnO CMC 2 memiliki nilai 3,20 eV.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada seluruh Dosen Kimia dan Laboratorium UIN Sunan Gunung Djati Bandung.

## REFERENSI

- [1] R. Futeri, S. D. Samanah dan R. P. Putra, "Pembuatan CMC (Carboxy Methyl Cellulose) dari Limbah Ampas Tebu Menggunakan Reaktor Semi Continue," ACE Conference, pp. 1047-1057, 2019.
- [2] C. Kusumawardani, "Perubahan Ukuran Rongga Pada Modifikasi Molekul Zeloit A dengan Variasi Rasio Si/Al dan Variasi Kation Menggunakan Metode Mekanika Molekuler," Skripsi, no. Universitas Gajah Mada, 1999.
- [3] M. Dash, F. Chiellini, R. M. Ottenbrite dan E. Chiellini, "Poly (ethylene glycol) hydrogels: characterization and biomedical applications," CRC Press, 2011.
- [4] F. Zhang, Z. Wu, B. Cai dan H. Xu, "Synthesis and characterization of PVP protected platinum nanoparticles with enhanced electrocatalytic activity," Journal of Colloid and Interface Science, pp. 402-407, 2008.
- [5] N. A. Peppas dan A. Khademhosseini, "Hydrogels in biology and medicine: from molecular principles to bionanotechnology," Springer, 2016.
- [6] International Agency for Research on Cancer, "Methylene Blue," IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans, 2016.
- [7] L. Geng, X. Li, G. Chen dan H. Xie, "Thermal degradation of sodium carboxymethyl cellulose," Carbohydrate Polymers, pp. 163-169, 2012.
- [8] W. Trisunaryanti, Material Katalis dan Karakterisasinya, Gajah Mada University Press, 2015.
- [9] R. Chang, Konsep-konsep inti, Jakarta: Erlangga, 2004.

- [10] Z. Rizqi, "Sintesis Komposit ZnO/AC untuk Aplikasi Penanganan Metilen Biru secara Fotokatalisis," Skripsi, no. Universitas Islam Negeri Sunan Gunung Djati Bandung, 2021.
- [11] J.-M. Herrmann, "Heterogeneous photocatalysis: fundamentals and applications to the removal of various types of aqueous pollutants," Elsevier B.V, no. ScienceDirect, pp. 115-129, 1999.
- [12] C. Kurniawan, Pengenalan Analisis Kristal: XRD dan SEM, Semarang: UNNES, 2009.
- [13] e. Didik Prastyoko, Karakterisasi Struktur Padatan, Yogyakarta: Deepublisher, 2015.
- [14] S. Bismo, Teknologi Radiasi Sinar Ultra-Ungu (UV) dalam Rancangan Bangun Proses Oksidasi Lanjut untuk Pencegahan Pencemaran Air dan Fasa Gas, Jakarta: Departemen Teknik Kimia Universitas Indonesia, 2006.

## Penapisan Senyawa Polifenol sebagai Inhibitor $\beta$ -Laktamase dengan Penambatan Molekuler

POPI ASRI KURNIATIN<sup>1\*</sup>, AKIMDO RULI SIMANJUNTAK<sup>1</sup>, DAN UKHRADIYA MAGHARANIQ SAFIRA PURWANTO<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Departemen Biokimia, Fakultas MIPA, IPB University, Jl Tanjung Kampus-IPB Darmaga, Bogor 16680

\* alamat email korespondensi: popi\_asri@apps.ipb.ac.id

### Informasi Artikel

### Abstrak/Abstract

Kata Kunci: : enzim  $\beta$ -laktamase; resistensi antibiotik;  $\beta$ -laktam, polifenol, penambatan molekuler, *drug-likeness*.

$\beta$ -laktamase adalah enzim yang mengkatalisis hidrolisis antibiotik  $\beta$ -laktam sehingga dapat menyebabkan resistensi antibiotik. Bakteri yang dilaporkan dapat menghasilkan enzim  $\beta$ -laktamase antara lain *Klebsiella pneumoniae*, *Escherichia coli*, *Enterobacter sp.*, *Salmonella sp.*, *Proteus sp.*, *Serratia marcescens*, *Shigella dysenteriae*, *Pseudomonas aeruginosa*, dan *Burkholderia cepacia*. Saat ini resistensi terhadap antibiotik golongan  $\beta$ -laktam semakin meluas. Penggunaan antibiotik ini seringkali dikombinasikan dengan inhibitor  $\beta$ -laktamase seperti asam klavulanat, sulbaktam, dan tazobaktam untuk meningkatkan efisiensi terapi. Antibiotik betalaktam adalah antibiotik spektrum luas yang banyak menjadi pilihan untuk terapi. Oleh karena itu, pencarian kandidat inhibitor  $\beta$ -laktamase untuk mencegah resistensi perlu dilakukan. Pada penelitian ini dilakukan penapisan senyawa polifenol sebagai inhibitor enzim  $\beta$ -laktamase dengan metode penambatan molekuler. Penapisan terhadap 112 senyawa polifenol dari *database* menghasilkan 27 senyawa yang memiliki energi bebas ikatan yang lebih baik dari ligan alami. Prediksi *drug-likeness* berdasarkan aturan Lipinski terhadap 27 senyawa tersebut menghasilkan 6 senyawa yang berpotensi, yaitu *trans-resveratrol 3-O-glucuronide*, *apigenin-7-O-glucoside*, *cis-resveratrol 4'-sulfate*, *sulfuretin*, dan *apigenin*. Berdasarkan visualisasi interaksi ligan-reseptor, keenam senyawa tersebut berinteraksi dengan residu katalitik enzim betalaktamase. Energi bebas ikatan terbaik ditunjukkan oleh *trans-resveratrol 3-O-glucuronide* sebesar -8,1 kkal/mol dan prediksi  $K_i$  sebesar 1,137  $\mu$ M. Berdasarkan studi penambatan molekuler dan prediksi *drug-likeness*, 6 senyawa polifenol yang berpotensi tersebut dapat dilanjutkan untuk penelitian lebih lanjut.

Keywords: :  $\beta$ -laktamase; antibiotic resistance;  $\beta$ -laktam, polyphenol, molecular docking, *drug-likeness*.

*$\beta$ -lactamase is an enzyme that catalyzes the hydrolysis of  $\beta$ -lactam antibiotics so that it can cause antibiotic resistance. Bacteria reported to produce  $\beta$ -lactamase include *Klebsiella pneumoniae*, *Escherichia coli*, *Enterobacter sp.*, *Salmonella sp.*, *Proteus sp.*, *Serratia marcescens*, *Shigella dysenteriae*, *Pseudomonas aeruginosa*, and *Burkholderia cepacia*. Currently,  $\beta$ -lactam antibiotics resistance is increasingly widespread. The use of these antibiotics is often combined with  $\beta$ -lactamase inhibitors such as clavulanic acid, sulbactam, and tazobactam to increase the efficiency of therapy.  $\beta$ -lactam are broad-spectrum antibiotics that are widely used for therapy. Therefore, it is necessary to search for  $\beta$ -lactamase inhibitor candidates to prevent resistance. In this study, screening of polyphenolic compounds as inhibitors of  $\beta$ -lactamase enzyme was carried out using molecular docking methods. Screening of 112 polyphenolic compounds from the database yielded 27 compounds which had binding free energies that were better than the natural ligand. Drug-likeness prediction based on the Lipinski rules of these 27 compounds yielded 6 potential compounds, namely *trans-resveratrol 3-O-glucuronide*, *apigenin-7-O-glucoside*, *cis-resveratrol 4'-sulfate*, *sulfuretin*, and *apigenin*. Based on the visualization of the ligand-receptor interactions, the six compounds interact with the catalytic residues of the beta-lactamase enzyme. The best binding free energy was shown by *trans-resveratrol 3-O-glucuronide* of -8.1 kcal/mol and its  $K_i$  prediction of 1,137  $\mu$ M. Based on molecular docking studies and prediction of drug-likeness, the 6 potential polyphenolic compounds can be continued for further research.*

## PENDAHULUAN

Enzim  $\beta$ -laktamase adalah enzim yang mengkatalisis pemutusan ikatan C-N pada cincin beta-laktam dan mengakibatkan antibiotik tidak dapat berikatan dengan protein transpeptidase sehingga terjadi kehilangan kemampuan untuk menghambat pembentukan dinding sel bakteri [1]. CTX-M beta-laktamase merupakan enzim *extended-spectrum beta-lactamase* yang umum pada manusia [2]. ESBL adalah enzim yang diproduksi dalam plasmid bakteri Gram negatif dari kelompok *Enterobacteriaceae* yang sudah memiliki resistensi terhadap antibiotik beta-laktam [3]. Bakteri penghasil ESBL yang paling umum dikenal adalah *Escherichia coli* dan *Klebsiella pneumoniae*, kedua bakteri tersebut sering dianggap sebagai penyebab utama infeksi saluran kemih, pneumonia, dan sepsis [4].

Polifenol merupakan senyawa metabolit sekunder yang berperan sebagai toksin dalam protoplasma, mampu merusak dan menembus dinding sel, serta mengendapkan protein sel bakteri. Senyawa fenolik bermolekul besar mampu menginaktivkan enzim penting di dalam sel bakteri meskipun dalam konsentrasi yang sangat rendah. Polifenol dapat menyebabkan kerusakan pada sel bakteri, denaturasi protein, menginaktivkan enzim, dan menyebabkan kebocoran sel. Beberapa jenis polifenol yang memiliki aktifitas penghambatan beta-laktamase seperti epicatechin, asam tanat, epigallocatechin gallate, quercetin, rutin, dan eugenol adalah yang terbaik di antara semua senyawa fenolik yang diuji [5].

Beta-laktamase terbukti menurunkan efektivitas dari beta-laktam sehingga menyebabkan resistensi pada bakteri. Beberapa jenis polifenol diketahui dapat menghambat enzim beta-laktamase. Oleh karena itu, perlu dilakukan penapisan senyawa polifenol dari berbagai sumber alami yang dapat menghambat enzim beta-laktamase untuk mengatasi resistensi terhadap antibiotik beta-laktam.

Penelitian yang dilakukan bertujuan menyaring secara virtual senyawa polifenol alami di *data bank* molekul yang memiliki potensi terbaik sebagai inhibitor beta-laktamase menggunakan Teknik penambatan molekuler serta prediksi *druglikeness*.

## EKSPERIMEN

Penelitian dilakukan secara *in silico* menggunakan berbagai perangkat lunak dan pangkalan data.

### Material

Bahan-bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini yaitu struktur 3D reseptor 3G31 yang diunduh melalui RSCB *protein database* <https://www.rcsb.org/> dalam format \*.pdb, serta struktur 3D senyawa polifenol sebagai ligan uji yang dipilih secara acak sebanyak 112 ligan, serta epigallocatechin gallate sebagai ligan pembanding diunduh melalui *database* molekul virtual ZINC (<https://zinc.docking.org/>) dan Pubchem (<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/>) dalam format \*.sdf.

### Instrumentasi

Alat yang digunakan adalah laptop Asus Vivobook S14 dengan sistem operasi Windows 10 64-Bit, serta perangkat lunak (software) MarvinView, Discovery Studio Visualizer 2017 Client, PyRx virtual screening tools, AutoDock Vina Tools (The Scripps Research Institute, USA), dan Ligplot+ 1.5.4.

### Prosedur

#### Preparasi struktur ligan

Seluruh ligan diunduh dari pangkalan data dalam struktur dua dimensi (2D) yang kemudian ditransformasikan menjadi struktur tiga dimensi (3D) menggunakan perangkat lunak Marvinview dan disimpan dalam bentuk format PDB. Hasil preparasi tersebut kemudian dioptimasi dengan menghilangkan molekul air dan menambahkan ion hidrogen dan disimpan ke dalam format PDBQT (Modifikasi [6] dan [7]).

#### Preparasi struktur reseptor

Struktur protein beta-laktamase diunduh pada situs [www.rcsb.org/pdb](http://www.rcsb.org/pdb) dengan kode 3G31. Reseptor yang digunakan dalam penambatan molekuler harus memiliki syarat resolusi kristalogi kurang atau sama besar dengan 2.5 Å dan stabil dalam bentuk struktur 3D. Protein reseptor kemudian dibersihkan dari molekul air dan ligan yang masih menempel pada strukturnya dan ditambahkan ion hidrogen menggunakan

perangkat lunak Discovery Studio Visualizer. Struktur tersebut kemudian disimpan dalam bentuk format PDB. Hasil preparasi tersebut kemudian diubah ke dalam format PDBQT menggunakan perangkat lunak AutoDock Tools 1.5.6 (Modifikasi [6]).

#### Validasi metode penambatan molekuler

Struktur reseptor dan ligan alami yang telah dipreparasi dibuka pada aplikasi AutoDock Tools 1.5.6 untuk membuat *gridbox* dengan menentukan *center point* serta ukuran dimensi (x, y, dan z). Hasil pengaturan *gridbox* diatur dengan *redocking* ligan alami sebanyak 10 kali menggunakan parameter validasi metode penambatan molekuler yaitu nilai *Root Mean Deviation* (RMSD) (Modifikasi [8] dan [9]).

#### Penapisan virtual ligan

Ligan uji, ligan pembanding, dan reseptor hasil preparasi dibuka pada aplikasi PyRx-Virtual Screening Tool untuk dilakukan penapisan virtual. Program dijalankan dengan mengatur *center point*  $x=28.889$ ,  $y=91.553$ , dan  $z=-8.101$ . Hasil penapisan virtual berupa nilai afinitas pengikatan dan RMSD diunduh dengan format \*.csv (Modifikasi [10]).

#### Prediksi druglikeness dan farmakokinetik

Ligan-ligan yang lolos pada penapisan virtual kemudian dianalisis *druglikeness* berdasarkan aturan Lipinski melalui laman <http://www.scfbio-itt.res.in/software/drugdesign/lipinski.jsp>. (Modifikasi [11]).

#### Penambatan molekuler

Penambatan molekuler dilakukan menggunakan AutoDock Tools 1.5.6 dan AutoDock Vina (Scripps Research Institute, USA). Folder Vina diletakkan pada drive C. File reseptor dan seluruh ligan hasil preparasi dengan format \*.pdbqt kemudian dimasukkan ke dalam folder Vina. Dokumen *configuration* dibuat menggunakan notepad dengan memasukkan data berupa nama reseptor dan ligan yang digunakan, nama dokumen hasil penambatan molekuler (output), dan *center point* serta dimensi seperti yang diatur pada tahap validasi metode. Penambatan molekuler dilakukan menggunakan program command prompt "cmd", lalu perintah pemrograman dilakukan hingga berada difolder Vina. Perintah pemrograman

untuk menjalankan program penambatan molekuler yaitu "C:\vina --config config.txt --log log.txt". Hasil penambatan molekuler didapatkan dokumen output dengan format \*.pdbqt dan log dengan format \*.txt. Dokumen output dibuka menggunakan aplikasi Discovery Studio Visualizer. Dokumen log yang berisi data nilai perubahan energi bebas ikatan ( $\Delta G$ ) dan RMSD (Modifikasi [8] dan [7]).

#### Visualisasi hasil docking dan analisis konstanta inhibisi

Visualisasi hasil penambatan molekuler dilakukan dalam bentuk 2D dan 3D. Berdasarkan hasil penambatan molekuler, model penambatan ligan dengan reseptor yang memiliki afinitas pengikatan tertinggi dan visualisasi 3D yang paling mendekati daerah reseptor dipilih. Model ligan terpilih digabungkan dengan reseptor menggunakan *software* Discovery Studio 2016 Client menggunakan aplikasi Discovery Studio 2016 Client ke dalam format \*.pdb dan simpan dalam folder C:\tmp. Hasil *docking* \*.pdb dibuka menggunakan *software* Ligplot+ versi 2.2 dan dilakukan visualisasi 2D serta visualisasi 3D dilakukan menggunakan *software* PyMOL. Nilai *binding affinity* dari hasil penambatan molekuler digunakan untuk menghitung nilai konstanta inhibisi ( $K_i$ ) berdasarkan persamaan berikut:

$$\Delta G = -RT \ln K_i$$

Keterangan:

$\Delta G$  = Energi bebas ikatan

R = Konstanta ideal gas (1,986 kal/molK)

T = Suhu (298 K)

$K_i$  = Konstanta inhibisi

(Modifikasi [12])

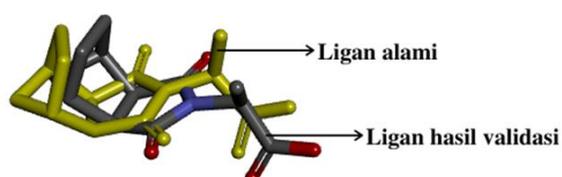
## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Validasi Metode Penambatan Molekuler

Validasi metode penambatan molekuler dilakukan dengan menambatkan kembali (*redocking*) ligan alami ((2S)-2-[(3aR,4R,7S,7aS)-1,3-dioxooctahydro-2H-4,7-methanoisindol-2-yl]propanoic acid atau GF1) pada sisi aktif reseptor. Redocking dilakukan sebanyak dua puluh kali. Daerah penambatan (*grid box*) pada enzim beta-laktamase memiliki ukuran dimensi  $x=15$ ,  $y=15$ , dan  $z=15$  serta *center point* (pusat) yaitu  $x=28.889$ ,  $y=91.553$ , dan  $z=-8.101$ .

Hasil validasi menunjukkan konformasi yang dekat antara ligan alami hasil docking dengan hasil kristalografi (**Gambar 1**). Nilai *Root*

Mean Square Deviation (RMSD) yang dihasilkan sebesar 1.1290 Å. RMSD digunakan untuk mengukur perbedaan *backbones* protein untuk mengetahui kesesuaian proses penambatan dengan membandingkan perubahan konformasi ligan alami sebelum dan sesudah validasi [13]. Nilai RMSD yang dapat diterima (*valid*) pada proses validasi metode penambatan molekuler yaitu kurang dari 2 Å, karena semakin kecil nilai RMSD maka semakin dekat (mirip) posisi ligan alami hasil docking dengan ligan alami hasil kristalografi [14]. Hasil validasi tersebut menunjukkan *grid box* dan *center point* (pusat) dapat digunakan sebagai metode penambatan molekuler pada ligan uji.



Gambar 1 Pose ligan hasil validasi

### Penapisan Virtual

Penapisan virtual dilakukan terhadap 112 ligan uji polifenol yang berasal dari sumber alami dan ligan pembanding menggunakan perangkat lunak PyRx. Pemilihan ligan pada penapisan virtual dilakukan berdasarkan nilai energi bebas ikatan yang lebih tinggi dari ligan alami (GF1) yaitu -6,4 kkal/mol. *Epigallocatechin Gallate* sebagai ligan pembanding memiliki nilai energi bebas ikatan sebesar -7,8 kkal/mol. Penapisan menghasilkan 27 ligan uji yang memiliki nilai energi bebas ikatan lebih tinggi dari ligan alami (Tabel 1).

Tabel 1 Ligan uji hasil penapisan virtual

Senyawa	$\Delta G$ (kkal/mol)
<i>Epigallocatechin 3,3',-di-O-gallate</i>	-8,8
<i>Hemlock tannin</i>	-8,7
<i>Tannin-isocyanate</i>	-8,1
<i>Dihydro-tannin</i>	-8,1
<i>Epigallocatechin 3,5-digallate</i>	-8,1
<i>Tannin Sulfat</i>	-8,1
<i>Vinyl-tannin</i>	-8,0
<i>Sulfomethyl tannin</i>	-8,0
<i>Diosmin</i>	-7,8

<i>Epigallocatechin</i>		-7,8
<i>Epigallocatechin (Ligan Pembanding)</i>	<i>Gallate</i>	-7,8
<i>Sulfuretin</i>		-7,7
<i>Sulfurein</i>		-7,7
<i>Diosmetin</i>		-7,6
<i>Tannin urethane</i>		-7,6
<i>cis-Resveratrol glucuronide</i>	<i>3-O-</i>	-7,6
<i>Leptosin</i>		-7,5
<i>Whiskey tannin A</i>		-7,5
<i>trans-Resveratrol glucuronide</i>	<i>3-O-</i>	-7,3
<i>Resveratrol-3-O-sulfate</i>		-7,2
<i>Resveratrol-3-O-sulfate D4</i>		-7,2
<i>cis-Resveratrol 3-sulfate</i>		-7,1
<i>Tristin</i>		-6,9
<i>Kaempferol 7-O-glucoside</i>		-6,8
<i>cis-Resveratrol 4'-sulfate</i>		-6,8
<i>Apigenin</i>		-6,8
<i>Apigenin-7-O-Glucoside</i>		-6,8
<i>Desamin</i>		-6,7

Penapisan yang dilakukan pada penelitian ini adalah dengan pendekatan *Structure-Based Virtual Screening* (SBVS). SBVS lebih banyak digunakan dalam penemuan ligan baru secara struktural ketika struktur protein telah berhasil dikarakterisasi [15]

### Prediksi Druglikeness Ligan

Sebanyak 27 ligan hasil penapisan virtual dianalisis *druglikeness* berdasarkan aturan Lipinski hingga didapatkan 6 ligan yang akan divisualisasikan berdasarkan nilai energi bebas ikatan yang lebih negatif dari epigallocatechin gallate sebagai ligan pembanding dan aturan Lipinski. Epigallocatechin gallate menyimpang terhadap dua aturan lipinski, sedangkan 6 ligan uji terpilih memenuhi seluruh Aturan Lipinski (Tabel 2). Aturan Lipinski merupakan analisis tentang sifat senyawa yang aktif secara oral dan parameter yang digunakan untuk menentukan sifat fisikokimianya [16]. Aturan Lipinski meliputi massa atom relatif, nilai koefisien partisi (logP), jumlah donor dan akseptor ikatan hidrogen [17].

**Tabel 2** Nilai Druglikeness dari ligan terpilih

Ligan	Energi afinitas (kkal/ mol)	Aturan Lipinski				
		BM (g/mol)	$\sum$ DIH	$\sum$ AIH	LogP	$\sum$ penyimpangan
Epigallocatechin gallate	-7,6	458,375	8	11	2,332	2
trans-Resveratrol 3-O-glucuronide	-8,1	404,371	6	8	3,744	1
Apigenin-7-O-Glucoside	-7,9	432,381	6	10	0,3465	1
cis-Resveratrol 4'-sulfate	-7,8	308,311	3	5	2,4498	0
Resveratrol-3-O-sulfate D4	-7,8	308,311	3	5	2,4498	0
Sulfuretin	-7,8	270,24	3	5	2,4196	0
Apigenin	-7,8	270,24	3	5	2,5768	0

Keterangan:   = Tidak memenuhi aturan Lipinski  
 $\sum$ DIH = Jumlah Donor Ikatan Hidrogen  
 $\sum$ AIH = Jumlah Akseptor Ikatan Hidrogen

Massa atom relatif ligan terpilih berada pada rentang 270-458 g/mol. Massa atom relatif berkaitan berkaitan dengan kemampuan suatu senyawa dalam proses distribusinya untuk menembus membran biologis [18]. Nilai massa atom relatif harus kurang dari 500 Da, karena nilai massa atom relatif lebih dari 500 Da tidak dapat berdifusi melintasi membran sel [19]. Nilai massa molekul relatif yang semakin rendah menunjukkan semakin baik nilai bioavailabilitas dan kemudahan untuk melintasi membran sel [20].

Berdasarkan hasil penelitian (**Tabel 2**), seluruh ligan uji telah memenuhi parameter jumlah akseptor ikatan hidrogen, kecuali dua ligan uji, yaitu *sulfurein* dan *cis-Resveratrol 3-O-glucuronide* yang memiliki jumlah donor ikatan lebih dari 5. Berdasarkan Aturan Lipinski, jumlah donor ikatan hidrogen harus kurang dari 5, sedangkan akseptor ikatan hidrogen harus kurang dari 10 [17]. Donor dan akseptor hidrogen berperan dalam memengaruhi penyerapan suatu obat, sehingga parameter tersebut penting dalam desain obat [21]. Jumlah donor dan akseptor ikatan hidrogen menunjukkan kapasitas ikatan hidrogen tersebut, sehingga energi yang dibutuhkan untuk melakukan proses absorpsi semakin tinggi [19].

Seluruh ligan uji terpilih (**Tabel 2**) memiliki nilai koefisien partisi (logP) kurang dari 5, kecuali *sulfurein* memiliki nilai logP negatif. Berdasarkan aturan Lipinski, logP harus memiliki nilai kurang dari 5 [17]. Koefisien partisi (logP) menyatakan koefisien kelarutan dalam lemak atau air [19].

Nilai logP berhubungan dengan hidrofobisitas suatu molekul, semakin besar nilai logP maka molekul tersebut semakin hidrofobik. Saat proses transportasi, suatu obat dalam tubuh tidak boleh bersifat terlalu hidrofobik karena dapat tertahan lebih lama pada membran lipid bilayer dan terdistribusi luas di dalam tubuh sehingga selektivitas ikatan terhadap enzim target berkurang [22].

### ***Penambatan Molekuler dan Visualisasi Interaksi Ligan-Reseptor***

Berdasarkan hasil penelitian (**Tabel 3**), ligan alami (GF1) memiliki nilai energi bebas ikatan sebesar -6,4 kkal/mol dan membentuk tiga ikatan hidrogen serta empat interaksi hidrofobik. Tiga residu berikatan hidrogen pada sisi aktif reseptor dan dua residu berinteraksi hidrofobik pada sisi katalitik reseptor. Ligan pembanding memiliki nilai energi bebas ikatan lebih tinggi dari ligan alami, yaitu -7,8 kkal/mol dan membentuk tujuh ikatan hidrogen serta tiga interaksi hidrofobik. Tiga residu berikatan hidrogen pada sisi katalitik dan satu residu pada sisi aktif, serta satu residu berinteraksi hidrofobik pada sisi aktif reseptor.

**Tabel 3** Energi bebas ikat dan interaksi molekul ligan-reseptor

Ligan	Energi Bebas Ikatan (kkal/mol)	Jarak Ikatan Hidrogen (Å)	Residu Asam Amino Berikatan Hidrogen	Atom pada Ligan	Residu Asam Amino Berikatan Hidrofobik
Ligan Alami	-6,4	2.87	Asn 104	O16	Ser70, Tyr105, Ser130, Asn170
		2.91	Asn 132	O15	
		3.21	Ser237	O11	
Ligan Pembanding	-7,8	2.83	Ser70	O5	Tyr105, Ser237, Gly238
		3.04		O7	
		2.92	Ser130	O7	
		2.81	Asn132	O5	
		2.79		O7	
		3.11	Glu166	O5	
		3.25	Asn170	C16	
		3.03	Asp240	O3	
<b>Ligan Uji</b>					
trans-Resveratrol 3-O-glucuronide	-8.1	2.84	Ser70	O8	Tyr105, Thr216, Gly238, Arg276
		3.05	Asn104	O1	
		2.85	Ser130	O8	
		3.02		O8	
		2.81	Asn132	O8	
		2.80	Asn170	O6	
		3.24	Pro167	O6	
		3.12	Ser237	O5	
Apigenin-7-O-Glucoside	-7.9	2.80	Asp240	O4	Tyr105, Ser130, Asn132, Thr216, Thr235, Gly236, Ser237
		3.14	Arg276	O30	
		2.92	Ser70	O5	
cis-Resveratrol 4'-sulfate	-7.8	2.86	Asn132	O2	Tyr105, Ser130, Thr235, Gly236, Ser237, Arg276
		2.98		O5	
		2.98	Glu166	O5	
		3.14		O5	
		3.00	Asn170	O5	
Resveratrol-3-O-sulfate D4	-7,8	2.88	Ser70	O6	Tyr105, Ser237
		2.93		O5	
		2.81	Asn132	O2	
		2.97		O5	
		2.95	Glu166	O5	
		3.12		O5	
Sulfuretin	-7.8	2.99	Asn170	O5	Tyr105, Asn132, Thr216, Thr235, Ser237, Arg276
		3.15	Thr216	O4	
		3.07	Arg276	O4	
		2.95	Ser70	O19	
		3.26	Asn170	O19	
Apigenin	-7.8	3.14	Arg276	O30	Tyr105, Ser130, Asn132, Thr216, Thr235, Gly236, Ser237

Keterangan :

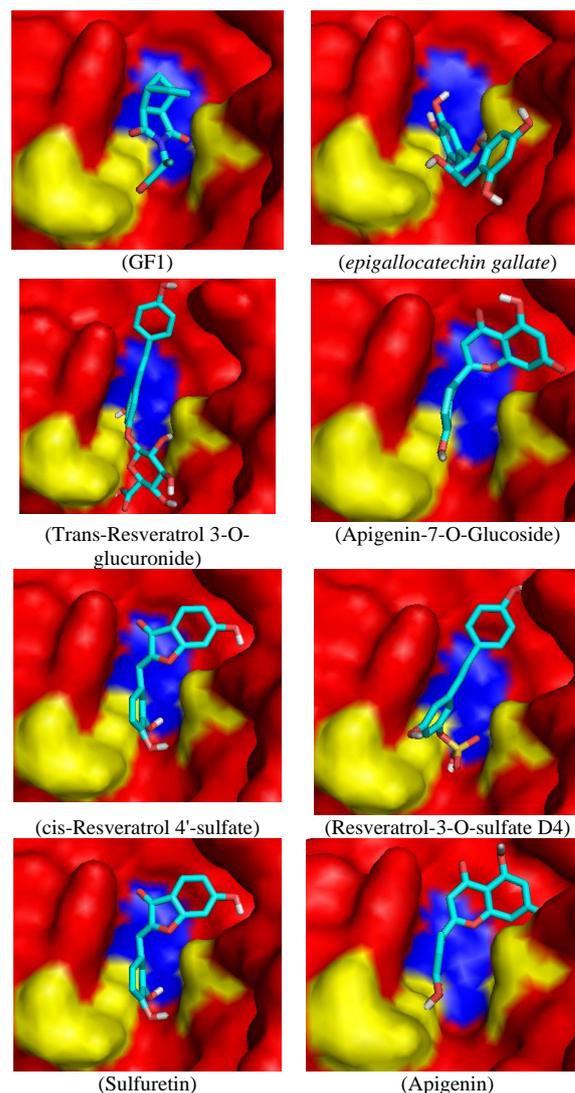
- = Residu asam amino sisi katalitik
- = Residu asam amino sisi aktif

Ligan *trans-resveratrol 3-O-glucuronide* memiliki nilai energi bebas ikatan tertinggi, yaitu -8,1 kkal/mol dan membentuk delapan ikatan hidrogen serta empat interaksi hidrofobik. Dua residu berikatan hidrogen pada sisi katalitik dan tiga residu pada sisi aktif (**Tabel 3**). *Apigenin-7-O-glucoside* memiliki nilai energi bebas ikatan lebih negatif dari ligan alami, yaitu -7,9 kkal/mol dan membentuk satu ikatan hidrogen serta tujuh interaksi hidrofobik. Satu residu berinteraksi hidrofobik pada sisi katalitik dan dua residu pada sisi aktif reseptor (**Tabel 3**).

Ligan *cis-resveratrol 4'-sulfate* memiliki nilai energi bebas ikatan lebih tinggi dari ligan alami, yaitu -7,8 kkal/mol dan membentuk empat ikatan hidrogen serta enam interaksi hidrofobik. Dua residu berikatan hidrogen pada sisi katalitik dan satu residu pada sisi aktif. Selain itu, terdapat satu residu berinteraksi hidrofobik pada sisi katalitik dan satu residu pada sisi aktif (**Tabel 3**). Resveratrol-3-O-sulfate D4 memiliki nilai energi bebas ikatan lebih tinggi dari ligan alami, yaitu -7,8 kkal/mol dan membentuk enam ikatan hidrogen serta dua interaksi hidrofobik. Dua residu berikatan hidrogen pada sisi katalitik dan satu residu pada sisi aktif, serta satu residu berinteraksi hidrofobik pada sisi aktif reseptor (**Tabel 3**).

Ligan *sulfuretin* memiliki nilai energi bebas ikatan lebih tinggi dari ligan alami, yaitu -7,8 kkal/mol dan membentuk dua ikatan hidrogen serta enam interaksi hidrofobik. Satu residu berikatan hidrogen pada sisi katalitik dan dua residu berinteraksi hidrofobik pada sisi aktif reseptor (**Tabel 3**). *Apigenin* memiliki nilai energi bebas ikatan lebih negatif dari ligan alami, yaitu -7,8 kkal/mol dan membentuk satu ikatan hidrogen serta tujuh interaksi hidrofobik. Satu residu berinteraksi hidrofobik pada sisi katalitik dan dua residu pada sisi aktif reseptor (**Tabel 3**).

Hasil visualisasi 3D menunjukkan seluruh ligan uji tertambat pada daerah penambatan (sisi katalitik dan sisi aktif reseptor) CTX-M beta-laktamase dengan pose pengikatan berbeda-beda. Bagian berwarna merah merupakan permukaan (*surface*) reseptor, bagian berwarna kuning merupakan residu asam amino sisi aktif, dan bagian berwarna biru merupakan sisi katalitik CTX-M beta-laktamase (**Gambar 2**).



**Gambar 2** Visualisasi 3D interaksi ligan-reseptor

Berdasarkan analisis interaksi dari hasil visualisasi (**Tabel 3**), ligan alami (GF1) berikatan hidrogen dengan seluruh residu sisi aktif Asn104, Asn132, dan Ser237, serta berinteraksi hidrofobik dengan residu sisi katalitik Ser70 dan Ser130 (**Gambar 2**). Ligan pembanding (*epigallocatechin gallate*) berikatan hidrogen dengan residu sisi katalitik Ser70, Ser130, Glu166, dan residu sisi aktif Asn132, serta berinteraksi hidrofobik dengan residu sisi aktif Ser237. Residu Ser130 berperan sebagai transport proton antara Lys73 dan nitrogen. Oksigen hidroksil pada residu Ser70 berfungsi sebagai nukleofil untuk menyerang karbon karbonil dari ikatan amida. Gugus NH pada rantai utama Ser70 bertindak sebagai lubang oxyanion dan membentuk interaksi ikatan hidrogen untuk menstabilkan muatan negatif. Residu Glu166 merupakan anion yang berperan dalam transport proton ke air katalitik.

Ketika Glu166 bermuatan negatif, Lys73 berinteraksi dengan Glu166 dan Ser70, namun saat Glu166 terprotonasi, Lys73 bergerak menjauh dari Glu166 dan mendekat ke Ser130 [23].

Seluruh ligan uji berikatan hidrogen maupun berinteraksi hidrofobik dengan residu Asn132 dan Ser237. Residu Asn104 dan Asn132 berperan dalam membentuk ikatan hidrogen dengan gugus asil-amida pada rantai samping serta penentuan substrat. Residu Ser237 berperan dalam interaksi dengan rantai samping oxyimino dan penting untuk aktivitas CTX-M beta-laktamase [23]. Ligan uji *trans-resveratrol 3-O-glucuronide* berikatan hidrogen dengan seluruh residu asam amino sisi katalitik dan sisi aktif, CTX-M beta-laktamase yaitu Ser70, Asn104, Ser130, Asn132, dan Ser237 (**Tabel 3, Gambar 2**). Hal tersebut menunjukkan kompleks ligan-protein yang terbentuk sangat stabil. Ligan tersebut juga memiliki kesamaan sehingga ligan tersebut dikatakan dapat menjadi kandidat potensial inhibitor CTX-M beta-laktamase.

### Prediksi Daya Inhibisi

**Tabel 4** Prediksi nilai konstanta inhibisi (Ki)

Ligan	Energi Bebas Ikatan (kkal/mol)	Konstanta inhibisi ( $\mu\text{M}$ )
Epigallocatechin Gallate (Pembanding)	-7,8	1,888
Ligan Alami	-6,4	20,116
<i>trans</i> -Resveratrol 3-O-glucuronide	-8,1	1,137
Apigenin-7-O-Glucoside	-7,9	1,595
<i>cis</i> -Resveratrol 4'-sulfate	-7,8	1,888
Resveratrol-3-O-sulfate D4	-7,8	1,888
Sulfuretin	-7,8	1,888
Apigenin	-7,8	1,888

Prediksi daya inhibisi ligan ditentukan dari nilai konstanta inhibisi (Ki) yang dihitung dari nilai energi bebas ikat [24]. Semakin kecil nilai Ki maka konsentrasi senyawa yang diperlukan untuk menghasilkan efek inhibisi terhadap reseptor juga semakin kecil [25]. Nilai Ki kurang dari 50  $\mu\text{M}$  menunjukkan hambatan kuat terhadap reseptor [26]. Berdasarkan hasil penelitian (**Tabel 4**), seluruh ligan uji memiliki nilai Ki kurang dari 50  $\mu\text{M}$ , artinya seluruh ligan berpotensi menjadi

inhibitor enzim beta-laktamase. Inhibisi terbaik ditunjukkan oleh ligan *trans-Resveratrol 3-O-glucuronide* dengan nilai Ki sebesar 1,137  $\mu\text{M}$ . *Apigenin-7-O-glucoside* memiliki nilai Ki sebesar 1,595  $\mu\text{M}$ , sedangkan *cis-resveratrol 4'-sulfate*, *resveratrol-3-O-sulfate D4*, *sulfuretin*, dan *apigenin* memiliki nilai Ki yang sama, yaitu sebesar 1,888  $\mu\text{M}$ .

*Trans-Resveratrol 3-O-glucuronide* dapat ditemukan pada tanaman anggur, kacang tanah, kubis merah, bayam, dan buah-buahan beri [27]. *Resveratrol-3-O-sulfate D4* dan *cis-Resveratrol 4'-sulfate* ditemukan pada buah yang sama dengan *Trans-Resveratrol 3-O-glucuronide* namun cara memperoleh senyawanya berbeda, yaitu dengan ekstraksi sulfat [28]. Apigenin merupakan subkelas flavon non-toksik dan non-mutagenik yang banyak ditemukan pada buah-buahan dan sayuran, seperti seledri, peterseli, artichoke (tunas bunga thistle), Cardoon (*Cynara cardunculus*). Apigenin-7-O-glucoside merupakan turunan apigenin golongan flavonoid alami yang stabil dengan kelarutan yang terbaik dari jenis flavonoid lainnya [29]. Senyawa ini dapat ditemukan pada tanaman *Elsholtzia splendens* Nakai (*Lamiaceae*) [30], bunga krisan (*Chrysanthemum morifolium*) [29], dan mint (*Mentha longifolia* (L.)) [31]. Sulfuretin adalah flavonoid alami yang ditemukan pada tanaman mimir kamus (*Rhus verniciflua* Stokes) [32].

### SIMPULAN

Penapisan 112 senyawa polifenol dengan penambatan molekuler menghasilkan 6 senyawa potensial berdasarkan nilai energi bebas ikatan dan prediksi druglikeness, yaitu *trans-resveratrol 3-O-glucuronide*, *apigenin-7-O-glucoside*, *cis-resveratrol 4'-sulfate*, *sulfuretin*, dan *apigenin*. Keenam senyawa tersebut berinteraksi dengan residu katalitik enzim betalaktamase. Energi bebas ikatan terbaik ditunjukkan oleh *trans-resveratrol 3-O-glucuronide* sebesar -8,1 kkal/mol dan prediksi Ki sebesar 1,137  $\mu\text{M}$ .

### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih diberikan kepada Dr. Laksmi Ambarsari dan Rini Kurniasih, MSi atas bantuan dalam penggunaan software.

### REFERENSI

- [1] R. Y. Corvianindiya and S. Brotsotoetarno, "Resistensi bakteri oral biofilm terhadap antibiotik golongan beta-laktam," *IJD*, vol. 11, no. 2, pp. 1499-1504, 2004.
- [2] A. Widodo, M. H. Effendi and R. A. Khairullah, "Extended-spectrum beta-laktamase (ESBL) - producing *Escherichia coli* from livestock," *Sys Rev Pharm*, vol. 11, no. 7, pp. 382-392, 2008.
- [3] Y. Chong, Y. Ito and T. Kamimura, "Genetic evolution and clinical impact in extended-spectrum beta-laktamase producing *Escherichia coli* and *Klebsiella pneumoniae*," *Infect Genet Evol*, vol. 11, no. 7, pp. 1499-1504, 2011.
- [4] C. Ewers, A. Bethe, T. Semmler, S. Guenther and L. H. Wieler, "Extended-spectrum beta-lactamase producing and AmpC producing *Escherichia coli* from livestock and companion animals, and their putative impact on public health: a global perspective," *Clin Microbiol Infect*, vol. 18, no. 7, pp. 646-655, 2012.
- [5] S. M. Mandal, R. O. Dias and O. L. Franco, "Phenolic compounds in antimicrobial therapy," *J Med Food*, pp. 1-8, 2017.
- [6] M. Farhan, *Penambatan molekuler senyawa aktif okra (*Abelmoschus esculentus L.*) pada enzim alfa-glukosidase sebagai kandidat obat antidiabetes melitus*, Bogor: Institut Pertanian Bogor, 2019.
- [7] A. Putri, *Potensi inhibisi senyawa fenolik buah stroberi terhadap aktivitas enzim aldosa reduktase dengan simulasi penambatan molekuler*, Bogor: Institut Pertanian Bogor, 2019.
- [8] J. A. Jeniosa, *Penambatan molekuler senyawa kurkuminoid, xanthorizol, beta-elemenon, zedoaron terhadap aktivitas inhibisi enzim dipeptidil peptidase IV*, Bogor: Institut Pertanian Bogor, 2018.
- [9] M. B. Rastini, N. Giantri, K. Adnayani and N. Laksminai, "Molecular docking aktivitas antioksidan dari kuersetin terhadap kanker payudara secara in silico," *Jurnal Kimia*, vol. 13, no. 2, pp. 180-184, 2019.
- [10] D. Ernanda, *Penapisan virtual senyawa aktif tumbuhan manggis, meniran, dan klabet sebagai obat kanker ovarium*, Bogor: Institut Pertanian Bogor, 2019.
- [11] Frengki, D. P. Putra, F. S. Wahyuni, D. Khambri, H. Vanda and V. Sofia, "Potential antiviral of catechins and their derivatives ton inhibit SARS Cov-2 receptors of Mpro protein and spike glycoprotein in Covid-19 through the in silico approach," *Jurnal Kedokteran Hewan*, vol. 14, no. 3, pp. 59-65, 2020.
- [12] R. Pratama, L. Ambarsari and T. I. Sumaryada, "Molecular interaction analysis of COX-2 against curcuminoid and xanthorizol ligand as anti breast cancer using meolecular docking," *Current Biochemistry*, vol. 2, no. 3, pp. 139-149, 2015.
- [13] I. Aier, P. K. Varadwaj and U. Raj, "Structural insight into conformational stability of both wild-type and mutant EZH2 receptor," *Scientific Reports*, vol. 6, no. 1, pp. 1-10, 2016.
- [14] F. Z. Muttaqin, M. F. Pratama and F. Kurniawan, "Molecular docking and molecular dynamic studies of stilbene derivatives compounds as srtuin-3 (sirt-3) histone deacetylase inhibitor on melanoma skin cancer and their toxicities prediction," *Journal of Pharmacopolium*, vol. 2, no. 2, pp. 112-121, 2019.
- [15] A. J. Banegas-Luna, J. Carrasco and H. P. Sanchez, "A review of ligand-based virtual screening web tools and screening algorithms in large molecular databases in the age of big data," *Future Med Chem*, vol. 10, no. 22, pp. 2641-2658, 2018.
- [16] M. S. Zubair, S. Maulana and A. Mukaddas, "Penambatan molekuler dan simulasi dinamika molekuler senyawa dari genus *Nigela* terhadap penambatan aktivitas enzim protease HIV-1," *Jurnal Farmasi Galenika*, vol. 6, no. 1, pp. 132-140, 2020.
- [17] C. Lipinski, F. Lombardo, B. W. Dominy and P. J. Feeney, "Experimental and computational approaches to estimate solubility and permeability in drug

- discovery and development setting," *Advanced Drug Delivery Review*, vol. 23, no. 1, pp. 3-25, 1997.
- [18] T. Narko, B. Permana, R. Prasetiawati, D. Soni and F. Khairiyah, "Molecular docking study of bulb of bawang dayak (*Eleutherine palmifolia* (L) Merr) compound as anti cervical cancer," *Farmako Bahari*, vol. 8, no. 2, pp. 1-14, 2017.
- [19] G. Syahputra, L. Ambarsari and T. Sumaryada, "Simulasi docking kurkumin enol, bisdetoksikurkumin dan analognya sebagai inhibitor enzim 12-lipoksigenase," *Jurnal Biofisika*, vol. 10, no. 1, pp. 55-67, 2014.
- [20] R. A. Rachmania, Supandi and O. A. Larasati, "Analisis in silico senyawa diterpenoid lakton herba sambiloto (*Andrographis paniculata* Nees) pada reseptor alfa-glukosidase sebagai antidiabetes tipe II," *Pharmacy*, vol. 12, no. 2, pp. 210-222, 2015.
- [21] R. Hanachi, S. Belaidi, A. Kerassa and S. Boughdiri, "Structure activity/property relationships of pyrazole derivates by MPO and QSAR methods for drug design," *Res J Pharm Biol Chem Sci*, vol. 6, no. 4, pp. 923-935, 2015.
- [22] A. Suhadi, Rizarullah and Feriyani, "Simulasi docking senyawa aktif daun binahong sebagai inhibitor enzim aldosa reduktase," *Jurnal Penelitian Kesehatan*, vol. 6, no. 2, pp. 45-65, 2019.
- [23] T. Palzkill, "Structural and mechanistic basis for extended-spectrum drug-resistance mutations in altering the specificity of TEM, STX-M and KPC betalaktamase," *Front Mol Biosci*, vol. 5, no. 16, pp. 1-19, 2018.
- [24] F. J. Kelutur, R. Mustarichie and A. K. Umar, "Virtual screening kandungan senyawa kipas laut (*Gorgonia mariae*) sebagai antiasma," *Alchemy*, vol. 16, no. 2, pp. 199-210, 2020.
- [25] D. Dermawan, R. Sumirtanurdin and D. Dewantisari, "Molecular dynamics simulation of estrogen receptor alpha against andrografolid as anti breast cancer," *IJPST*, vol. 6, no. 2, pp. 65-76, 2019.
- [26] L. J. Haupt, F. Kazmi, B. W. Ogilvie, D. B. Buckley, B. D. Smith, S. Leatherman, B. Paris, O. Parkinson and A. Parkinson, "The Reliability of estimating Ki values for direct, reversible inhibition of cytochrome p450 enzymes from corresponding IC50 values: a retrospective analysis of 343 experiment," *Drug Metab Dispos*, vol. 43, no. 11, pp. 1-27, 2015.
- [27] R. Ruotolo, L. Calani, E. Fietta, F. Brighenti, A. Crozier, C. Meda, A. Maggi, S. Ottonello and D. Del Rio, "Anti-estrogenic activity of a human resveratrol metabolite," *Nutr Metab Cardiovasc Dis*, vol. 23, no. 11, pp. 1086-92, 2013.
- [28] L. Svilar, J.-C. Martin, C. Defoort, C. Paut, F. Tourniaire and A. Brochot, "Quantification of trans-resveratrol and its metabolites in human plasma using ultra-high performance liquid chromatography tandem quadrupole-orbitrap mass spectrometry," *J Chromatogr B Analyt Technol Biomed Life Sci*, vol. 1, no. 1104, pp. 119-129, 2019.
- [29] M. Smiljkovic, D. Stanisavljevic, D. Stojkovic, I. Petrovic, J. M. Vicentic, J. Popovic, S. G. Grdadolnik, D. Markovic, S. Sankovic-Babice, J. Glamoclija, M. Stevanovic and M. Sokovic, "Apigenin-7-O-glucoside versus apigenin: Insight into the modes of anticandidal and cytotoxic actions," *EXCLI J.*, vol. 23, no. 16, pp. 795-807, 2017.
- [30] H. Peng, X. Zhang and J. Xu, "Apigenin-7-O- $\beta$ -D-glycoside isolation from the highly copper-tolerant plant *Elsholtzia splendens*," *J Zhejiang Univ Sci B*, vol. 17, no. 6, pp. 447-54, 2016.
- [31] M. Gulluce, F. Orhan, D. Yanmis, T. Arasoglu, Z. Guvenalp and L. O. Demirezer, "Isolation of a flavonoid, apigenin 7-O-glucoside, from *Mentha longifolia* (L.) Hudson subspecies *longifolia* and its genotoxic potency," *Toxicol Ind Health*, vol. 31, no. 9, pp. 831-40, 2015.
- [32] D. Lee, G. Jeong, B. Li, H. Park and Y. Kim, "Anti-inflammatory effects of sulfuretin from *Rhus verniciflua* Stokes via the

- induction of heme oxygenase-1 expression in murine macrophages," *Int Immunopharmacol*, vol. 10, no. 8, pp. 850-8, 2010.
- [33] G. Syahputra, "Peran Bioinformatika dalam desain kandidat molekul obat," *BioTrends*, vol. 1, no. 1, pp. 26-27, 2015.
- [34] X. Chen, H. Li, L. Tian, Q. Li, J. Luo and Y. Zhang, "Analysis of the physicochemical properties of acaricides based on Lipinski's rule of five," *Journal of Computational Biology*, vol. 27, no. 9, pp. 1-10, 2020.