

PORTAL

Media Ilmiah Bidang Kimia dan Kemasan

Vol. 4 No. 1 Desember 2017

bbkk.kemiperin.go.id



KEMENTERIAN PERINDUSTRIAN
BADAN PENELITIAN DAN PENGEMBANGAN INDUSTRI
BALAI BESAR KIMIA DAN KEMASAN

| | | | | | |
|---------------------------|--------|------|-------------------|--------------------------|---------------------|
| PORTAL Kimia & Kemasan | Vol. 4 | No.1 | Hal. 150 - 185 | Jakarta Desember 2017 | ISSN 2443 - 1869 |
|---------------------------|--------|------|-------------------|--------------------------|---------------------|

PORTAL

MEDIA ILMIAH BIDANG KIMIA DAN KEMASAN

ISSN 2443-1869

Volume 4. No. 1, Desember 2017

Penanggung Jawab:

Kepala Balai Besar Kimia dan Kemasan

Ketua Redaksi:

Evana Yuanita, ST, MT

Redaktur:

Ir. Sri Pudji Rahayu, MSi
Dr. Rahyani Ermawati, MSC
Ir. Emmy Ratnawati
Ir. Wiwik Pudjiastuti, MSi
Ir. Radison Silalahi, MM
Dra. Rofienda
Dr. Sidik Herman, MSi
Nur Hidayati, ST, MT

Editor:

Bumiarto Nugroho Jati, ST, MT
Eva Oktarina, SSI
Anna Fitriana, ST
Aufar Haris Munandar

Alamat Redaksi:

Balai Besar Kimia dan Kemasan
Jl. Balai Kimia No. 1, Pekayon-Pasar Rebo
Jakarta Timur
Telp. (021) 8717438
Fax. (021) 8714928
Email: jurnal.portal.bbkk@gmail.com

DAFTAR ISI

| | Halaman |
|---|---------|
| 1. Aplikasi Biokomposit Sereh Wangi Sebagai Anti Serangga..... Siti Agustina | 150-154 |
| 2. Validasi Metode Analisis Sulfat Pada Asam Formiat Teknis Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis..... Auliyah Ariani | 155-160 |
| 3. Pengaruh Aktivasi Resin Dowex Dan Pemanasan <i>Sodium Triphosphate Pentabasic</i> Sebagai Kalibrator Alat Spektrofotometer <i>Continuous Flow</i> Pada Pengujian Kadar Sodium Tripolifosfat..... Ristika Andrieti | 161-167 |
| 4. Analisis Cepat <i>Database</i> Paten Esp@Cenet Untuk Penelusuran Bahan Baku Potensial Stigmasterol..... Chicha Nuraeni | 168-173 |
| 5. Sintesa Nano Karbon Cangkang Kelapa Sawit..... Siti Agustina dan Anna Fitriana | 174-178 |
| 6. Kestabilan Zat Warna Alam Secang Terhadap Perubahan pH Dengan Kopigmentasi Menggunakan Ekstrak Teh Hijau..... Agustina Arianita C. dan Retno Yunilawati | 179-185 |

Portal Kimia dan Kemasan memuat hasil litbang, aplikasi hasil litbang dan telaah ilmiah yang meliputi bahan, teknologi, produk, mutu, limbah, rancang bangun, dan perекayasaan serta penerapan kebijakan di bidang kimia dan kemasan sebagai media komunikasi antar ilmuwan, praktisi dan masyarakat industri. Portal Kimia dan Kemasan terbit sekali dalam setahun. Isi Portal Kimia dan Kemasan dapat dikutip dengan menyebutkan sumbernya.

PORTAL

Media Ilmiah Bidang Kimia dan Kemasan

KATA PENGANTAR

Majalah ilmiah Portal Volume 4 Nomor 1 Desember 2017 merupakan terbitan keempat dengan enam karya tulis ilmiah berupa metode pengujian, hasil litbang, aplikasi hasil litbang, dan telaah ilmiah di bidang kimia dan kemasan. Aplikasi hasil litbang dengan memanfaatkan bahan alam Indonesia terdapat pada naskah Aplikasi Biokomposit Sereh Wangi Sebagai Anti Serangga. Sedangkan metode pengujian disajikan dalam bentuk naskah Validasi Metode Analisis Sulfat Pada Asam Formiat Teknis Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis dan Pengaruh Aktivasi Resin Dowex Dan Pemanasan Sodium Triphosphate Pentabasic Sebagai Kalibrator Alat Spektrofotometer *Continous Flow* Pada Pengujian Kadar Sodium Tripolifosfat. Selanjutnya telaah ilmiah dengan memanfaatkan teknologi informasi dapat diperoleh dari naskah Analisis Cepat *Database* Paten Esp@Cenet Untuk Penelusuran Bahan Baku Potensial Stigmasterol. Hasil litbang dengan menggunakan bahan alam yang dapat diperoleh secara melimpah di Indonesia terdapat pada dua naskah yaitu Sintesa Nano Karbon Cangkang Kelapa Sawit dan Kestabilan Zat Warna Alam Secang Terhadap Perubahan pH Dengan Kopigmentasi Menggunakan Ekstrak Teh Hijau. Berbagai topik bahasan yang disajikan, semoga dapat memperkaya wawasan ilmu pengetahuan dan teknologi para pembaca. Akhir kata, kritik dan saran untuk peningkatan kualitas penerbitan majalah Portal Kimia dan Kemasan ini sangat kami harapkan.

Dewan Redaksi

APLIKASI BIKOMPOSIT SEREH WANGI SEBAGAI ANTI SERANGGA

(APPLICATION OF CITRONELLA BICOMPOSITE AS INSECT REPELLENT)

Siti Agustina

Balai Besar Kimia dan Kemasan, Kementerian Perindustrian RI
Jl. Balai Kimia I Pekayon, Pasar Rebo, Jakarta Timur

Email: tinaratujaya@yahoo.com

Received: 12 Oktober 2017; revised: 16 Desember 2017; accepted: 18 Desember 2017

ABSTRAK

Indonesia berpotensi menghasilkan minyak atsiri, diantaranya adalah minyak serih wangi. Minyak ini diperoleh dari metode proses destilasi uap dari daun serih wangi. Kandungan di dalam minyak serih wangi adalah geraniol dan sitronelal. Kegunaannya adalah untuk industri kosmetik, farmasi dan dapat juga digunakan sebagai anti serangga. Meningkatnya kesadaran masyarakat akan keamanan kesehatan dan lingkungan, maka dibutuhkan bahan anti serangga yang ramah lingkungan. Pada penelitian ini bertujuan membuat biokomposit minyak serih wangi sebagai anti serangga. Bahan yang digunakan adalah tepung glukomanan sebagai matriks, karagenan sebagai penguat dan minyak serih wangi serta propilen glikol sebagai aditif. Metoda yang digunakan pada pembuatan biokomposit adalah metoda pemanasan pada suhu 90 °C, dan penambahan minyak serih wangi pada suhu 45 °C. Minyak serih wangi akan terenkapsulasi di dalam biokomposit. Produk hasil penelitian diaplikasikan ke serangga jenis kecoa. Selanjutnya dianalisa organoleptik, bobot sisa, sineresis, efektifitas pada serangga kecoa dan analisa *biodegradable*. Hasil menunjukkan waktu yang efektif untuk aplikasi biokomposit minyak serih wangi pada serangga kecoa adalah selama 6 minggu, bobot sisa sebesar 6,67%, sineresis 93,33% dan pemendaman selama 2 bulan akan menjadikan biokomposit hancur didalam tanah.

Kata kunci : minyak serih wangi, biokomposit, anti serangga

ABSTRACT

Indonesia potentially produces essential oils, such as citronella oil. This oil is obtained by method of distillation vapor-water process from leaves of Lemograss. The content in oil is geraniol and citronella. It can be applied on cosmetic industry, pharmaceutical, and an insect repellent. The improvement of awareness on health and environmental security were encouraging the environmental friendly material of insect repellent. This research aims is to make citronella biocomposite as an insect repellent. The material used was glucomannan flour as matrix, carrageenan as amplifier and citronella as well as propilen glikol as additives. The method for biocomposite process was heating method on 90 °C and the addition of citronella at temperature 45 °C. Citronella will encapsulate in biocomposite. Research product will be applied on insect cockroach. Furthermore, product was analyzed for organoleptic, residual weight, sineresis, effect on insect cockroach and biodegradability. The results show the effective time of application citronella biocomposite on the insect cockroaches is 6 week, the residual weight is 6.67%, sineresis is 93.33% and soaking for 2 months will make biocomposite destroyed in the soil.

Key words: citronella oil, biocomposite, insect repellent

PENDAHULUAN

Indonesia memiliki sumber daya alam yang beraneka ragam, diantaranya adalah tumbuh-tumbuhan sebagai bahan baku minyak atsiri, yaitu: serih wangi, nilam, cengkeh, akar wangi, gaharu, pala, dan lain-lain. Minyak serih wangi merupakan atsiri yang diperoleh dengan

cara distilasi uap dari daun tanaman serih wangi (Lestari 2013). Dalam perdagangan dikenal dua tipe minyak serih wangi, yaitu tipe Ceylon dan tipe Jawa (Indonesia). Minyak serih wangi tipe Ceylon diperoleh dari distilasi daun *Cymbipogon nardus*, Rendle atau Lenabatu,

sedangkan minyak serih wangi tipe Jawa diperoleh dari *Cymbopogon winterianus*, Jowitt atau Mahapengiri. Daerah penghasil minyak serih wangi di Indonesia terutama di Jawa, khususnya Jawa Barat dan Jawa Tengah. Negara yang membeli minyak serih wangi Indonesia adalah: Singapura, Jepang, Amerika Serikat, Australia, Italia, Belanda, Jerman, India dan Taiwan (Wijayanti 2015). Minyak serih wangi mengandung 94% sitronelal, 4% geraniol/nerol, 1,2% dimetil oktanol, 0,2% sitronelol dan 0,4% komponen bertitik didih rendah (Agustian *et al.* 2007). Geraniol dan sitronelal ini dapat digunakan sebagai bahan baku untuk ekstraksi beberapa isolat yang sangat penting yang dapat diubah menjadi senyawa-senyawa aromatik yang banyak digunakan pada berbagai industri kosmetik dan farmasi. Sitronelal, sitronelol dan geraniol merupakan komponen utama penyusun minyak serih wangi. Ketiga komponen ini menentukan intensitas aroma, nilai dan harga minyak serih wangi.

Penelitian terdahulu menunjukkan minyak serih wangi dapat digunakan sebagai antibakteri (Bota *et al.* 2015), bioadditive (Astuti dan Putra 2014), pembasmi nyamuk, terutama nyamuk jenis *Aedes aegypti* (Sofian *et al.* 2016; Nurarifin 2014; Budiasih 2011; Wardani 2009), dan *skin lotion* penolak nyamuk (Setyaningsih *et al.* 2007).

Meningkatnya kesadaran masyarakat untuk menjaga kesehatan dan lingkungan, maka dibutuhkan bahan yang bersifat ramah lingkungan. Pada saat ini metoda yang digunakan dalam membasmi serangga adalah dengan membunuh serangga menggunakan bahan-bahan kimia sintetis dan bersifat racun bagi manusia. Sementara itu, aroma minyak serih mempunyai kemampuan untuk digunakan sebagai anti serangga dan bersifat alami serta tidak mengandung racun bagi manusia. Salah satu metoda penggunaan minyak serih wangi adalah sebagai lotion, bahan pembersih, dan obat gosok. Berdasarkan karakteristiknya, minyak serih wangi dapat juga digunakan sebagai aditif pada komposit. Menurut Agustina (2015), komposit adalah suatu material yang terbentuk dari kombinasi dua atau lebih material, dimana sifat mekanik dari material pembentuknya berbeda-beda. Maka akan dihasilkan material baru yang mempunyai sifat mekanis dan karakteristik berbeda dengan material pembentuknya. Pada umumnya komposit terdiri dari matriks, penguat dan aditif. Komposit yang terdiri dari bahan alami dan dapat terurai disebut dengan biokomposit.

Pada penelitian ini adalah biokomposit serih wangi akan diaplikasikan sebagai anti

serangga dan bertujuan untuk mendapatkan bahan anti serangga yang ramah lingkungan. Sehingga diharapkan dapat mensubstitusi bahan anti serangga yang menggunakan bahan kimia, bersifat karsinogen dan membahayakan kesehatan manusia serta tidak ramah lingkungan.

BAHAN DAN METODE

Bahan Penelitian

Bahan yang dibutuhkan dalam penelitian ini antara lain tepung glukomanan (PT. Forisa Nusantari), karagenan (PT. Bintang tiga swallow), propilen glikol [Brataco], natrium benzoate [Brataco], minyak serih wangi [PT. Djasula wangi] dan akuades. Serangga, khususnya kecoa.

Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: oven [Memmert], kertas saring Whatman, peralatan gelas [Pyrex], pemanas [Multimatic-5N], termometer, pengaduk [IKA 20 RW digital] dan neraca analitis [Kern AEJ].

Metode Penelitian

Penelitian pembuatan biokomposit: Tepung glukomanan dicampur dengan karagenan dengan ratio 1:1, lalu ditambahkan natrium benzoate 0,1% diaduk sampai rata kemudian ditambahkan akuades sebanyak 100 ml. Selanjutnya dipanaskan sampai suhu 90 °C, sampai proses degelatinisasi. Dinginkan sampai suhu 50 °C, lalu ditambahkan minyak serih wangi sebanyak 2% dan propilen glikol sebanyak 5% sambil terus diaduk. Setelah dingin, dicetak dan ditutup dengan aluminium foil. Selanjutnya, dидiamkan pada suhu ruang selama 8 jam.

Penelitian biokomposit minyak serih diaplikasikan pada serangga kecoa. Pembungkus aluminium foil biokomposit dibuka, lalu diletakkan pada tempat yang sering didatangi kecoa. Pengamatan dan analisa organoleptik, berat sisa, sineresis dan efektifitas dengan serangga dilakukan setiap minggu selama 6 minggu. Sifat biodegradabilitas biokomposit dianalisa dengan metode pembedaman selama dua bulan.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada proses pembuatan biokomposit serih wangi, bahan yang digunakan adalah tepung glukomanan, karagenan, etilen glikol dan minyak serih wangi. Bahan tersebut telah

diproduksi di Indonesia. Senyawa glukomanan merupakan pati dari tanaman iles-iles, yang mempunyai sifat sebagai berikut: larut dalam air, membentuk gel dan merekat. Senyawa glukomanan dapat dipisahkan dari pati iles-iles dengan metode pengendapan, ekstraksi dengan pelarut dan enzimatik (Wardhani *et al.* 2016). Iles-iles mengandung senyawa glukomanan sebanyak 25% - 55% (Rahayu 2013). Aplikasi penggunaan glukomanan sangat luas baik dibidang pangan maupun non pangan, pada bidang pangan digunakan sebagai emulsifier dan stabilizer. Pada bidang non pangan digunakan pada farmasi dan kosmetik (Zhang *et al.* 2014).

Karagenan diperoleh dari hasil ekstraksi rumput laut merah dengan menggunakan air panas atau larutan alkali pada suhu tinggi. Mengandung natrium, magnesium dan kalsium yang dapat terikat pada gugus ester sulfat dari galaktosa (Irawan *et al.* 2012). Propilen glikol adalah propane 1-2 diol dengan rumus molekul $C_3H_8O_2$, dan berat molekul 76,10, berupa cairan kental, jernih, tidak berwarna, tidak berbau, rasa agak manis, dan higroskopik, dapat bercampur dengan air, etanol dan kloroform, eter dan lemak. Propilen glikol berfungsi sebagai antimikroba, disinfektan, solven dan stabilizer untuk vitamin. Dalam bidang farmasi propilen glikol berfungsi sebagai pelarut, pengekstrak dan pengawet (Rowe *et al.* 2003). Potensi bahan-bahan pembuatan biokomposit sereh wangi, cukup banyak di pasaran lokal, sehingga dapat meningkatkan nilai tambah pada bahan tersebut.

Proses pembuatan biokomposit menggunakan suhu 90 °C, ini dikarenakan pada suhu tersebut terjadi pemecahan rantai pada senyawa glukomanan dan dapat berikatan dengan senyawa karagenan, sehingga akan terjadi proses gelatinisasi. Pada penambahan minyak sereh wangi dilakukan pada suhu 45 °C, ini bertujuan agar minyak sereh wangi tidak menguap, sehingga minyak sereh wangi terenkapsulasi di dalam gel. Minyak sereh wangi agar lebih stabil di dalam biokomposit, maka biokomposit dilapisi dengan aluminium foil selama 8 jam, sampai aroma sereh wangi dapat terserap dengan baik. Pada saat diaplikasikan pada serangga, pembungkus aluminium foil dibuka dari biokomposit, agar aroma sereh wangi dapat tersebar secara merata pada tempat yang sering terdapat serangga, sehingga kecoa tidak ada.

Analisa organoleptik biokomposit

Pada analisa organoleptik, yaitu terdiri dari warna biokomposit, aroma sereh wangi dan

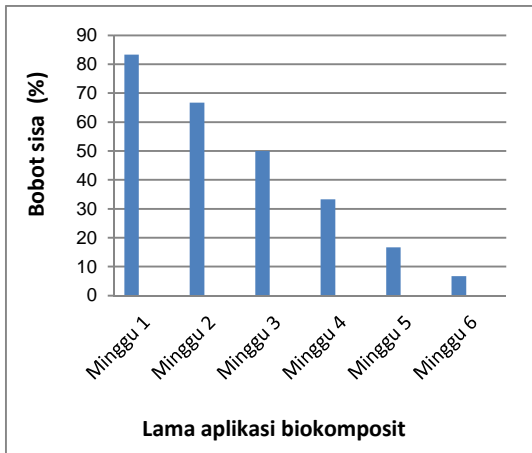
tekstur biokomposit. Warna biokomposit pada awalnya berwarna hijau muda, dimana banyak kandungan akuades, makin lama akuades akan menguap. Pada minggu kelima dan keenam warna biokomposit cenderung ke warna hijau tua, ini dikarenakan kandungan air semakin sedikit. Sereh wangi yang ditambahkan di dalam biokomposit, akan menimbulkan aroma sereh wangi. Berdasarkan pengamatan aroma sereh wangi dapat stabil selama empat minggu, selanjutnya mengalami penurunan aroma sereh wangi, pada minggu kelima, aromanya sangat tipis dan pada minggu keenam, aroma sereh wangi semakin menipis. Pada tekstur biokomposit menunjukkan bentuknya gel lunak stabil sampai minggu ketiga dan minggu keempat sampai keenam mengalami perubahan menjadi gel lebih keras. Untuk lebih jelas dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Analisa organoleptik biokomposit

| Lama aplikasi | Warna biokomposit | Aroma biokomposit | Tekstur biokomposit |
|---------------|-------------------|---------------------|---------------------|
| Minggu ke 0 | Hijau muda | Sereh wangi ++++ | Gel lunak |
| Minggu ke 1 | Hijau muda | Sereh wangi ++++ | Gel lunak |
| Minggu ke 2 | Hijau muda | Sereh wangi ++++ | Gel lunak |
| Minggu ke 3 | Hijau muda | Sereh wangi +++ | Gel lunak |
| Minggu ke 4 | Hijau muda | Sereh wangi +++ | Gel sedikit keras |
| Minggu ke 5 | Hijau tua | Sereh wangi ++ | Gel banyak keras |
| Minggu ke 6 | Hijau tua | Sereh wangi + | Gel keras sekali. |

Analisa berat sisa

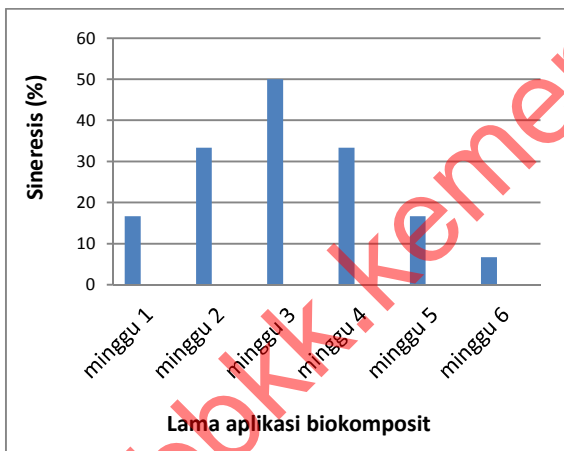
Biokomposit sereh wangi terdiri dari minyak sereh wangi, glukomanan, karagenan, etilen glikol dan akuades. Berat sisa bertujuan untuk mengetahui berat biokomposit setelah akuades dan minyak menguap. Analisa dan pengamatan berat sisa dilakukan setiap minggu selama 6 minggu. Data menunjukkan bahwa pada setiap minggu terjadi penurunan berat dan ukuran biokomposit, hal tersebut terjadi karena penguapan akuades dan minyak sereh wangi. Pada minggu ke enam, sisa berat biokomposit sebesar 6,67%. Untuk lebih jelas dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Bobot sisa biokomposit serah wangi

Analisa sineresis biokomposit

Analisa sineresis ini bertujuan untuk mengetahui jumlah banyaknya bahan yang menguap pada setiap minggu, sampai minggu keenam. Berdasarkan data menunjukkan bahwa makin lama waktu maka makin banyak bahan yang menguap. Pada minggu keenam banyaknya bahan menguap sebesar 93,33%. Untuk lebih jelas dapat dilihat pada gambar 2 di bawah ini.



Gambar 2. Sineresis biokomposit serah wangi

Gambar diatas menunjukkan bahwa aroma serah wangi dapat stabil selama 4 minggu. Pada minggu kelima dan keenam masih mempunyai aroma serah wangi, tetapi sedikit.

Analisa efektifitas pada serangga.

Analisa efektifitas biokomposit serah wangi pada serangga kecoa menunjukkan bahwa aroma serah wangi dapat menghilangkan kecoa pada daerah yang mempunyai aroma serah wangi. Tempat yang biasanya banyak terdapat serangga kecoa, setelah diletakkan biokomposit serah wangi akan menyebabkan

kecoa pergi dan selama masih ada aroma serah wangi, maka tempat tersebut tidak ada kecoa.

Tabel 2. Analisa efektifitas pada serangga

| Lokasi sampling | Jumlah Kecoa (awal) | Jumlah Kecoa (akhir) | Efektifitas |
|-------------------|---------------------|----------------------|-------------|
| Tanpa komposit | 15 ekor | 15 ekor | 0% |
| Komposit 1 minggu | 15 ekor | 0 | 100% |
| Komposit 2 minggu | 15 ekor | 0 | 100% |
| Komposit 3 minggu | 15 ekor | 0 | 100% |
| Komposit 4 minggu | 15 ekor | 0 | 100% |
| Komposit 5 minggu | 15 ekor | 0 | 100% |
| Komposit 6 minggu | 15 ekor | 0 | 100% |
| Komposit 7 minggu | 15 ekor | 5 ekor | 33,3% |

Analisa biodegradable biokomposit.

Biokomposit dapat dikategorikan sebagai bahan ramah lingkungan, apabila dapat terdegradasi di alam. Degradasi biokomposit dapat dilakukan dengan metoda pemendaman (*burial test*) (Agustina *et al.* 2015; Waryat *et al.* 2013). Analisa degradasi biokomposit dilakukan dengan menggunakan metoda pemendaman. Pada metoda pemendaman biokomposit di dalam tanah, akan terjadi proses aerobik-anaerobik sebanyak 50%-60%, selebihnya adalah faktor lain, yaitu sinar matahari, air hujan, makroorganisme, dan tanah (Bastioli 2005). Biokomposit yang sudah tidak mengandung aroma serah wangi dipendam di dalam tanah dan setiap minggu diamati perkembangannya. Setelah pemendaman selama 2 bulan menunjukkan bawah biokomposit tersebut terurai selanjutnya hancur dan bercampur dengan tanah.

KESIMPULAN

Aplikasi biokomposit serah wangi dapat dilakukan selama 6 minggu. Aroma serah wangi dalam biokomposit stabil selama 4 minggu dan minggu kelima serta keenam aromanya sedikit. Setelah enam minggu, analisa bobot sisa biokomposit serah wangi menunjukkan sebesar 6,67%, analisa sineresis menunjukkan sebanyak 93,33% dan efektifitas aplikasi biokomposit serah wangi adalah 6 minggu, serta analisa biodegradabilitas selama 2 bulan. Biokomposit serah wangi dapat meningkatkan nilai tambah minyak serah wangi, karagenan dan glukomanan. Ketiga tanaman tersebut banyak tumbuh di daerah pertanian di Indonesia, sehingga potensi untuk dikembangkan.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Kepala BBKK yang telah memfasilitasi

pelaksanaan penelitian di laboratorium riset kimia BBKK .

DAFTAR PUSTAKA

- Agustian, E., A. Sulaswaty, Tasrif, J.A. Laksmono, dan I.B. Adilika. 2007. *Jurnal teknologi industri pertanian*, 17(2).
- Agustina, S., N.S. Indrasti, Suprihatin, and N.T. Rohman. 2015. The effect of nano zinc oxide on characteristic bionanocomposite. *Prosiding the 3rd International Conference on Adaptive and Intelligent agroindustry*. IPB. Bogor.
- Astuti, W. dan N.N. Putra. 2015. Peningkatan kadar geraniol dalam minyak sereh wangi dan aplikasinya sebagai bioadditive gasoline. *Jurnal bahan alam terbarukan*. 13(1).
- Bastioli C. 2005. *Handbook of biodegradable polymer*. Rapa technology. London.
- Bota, W., M. Martosuponi, dan F.S. Rendoniuwu. 2015. *Potensi senyawa minyak sereh wangi (Citronella oil) dari tumbuhan Cymbopogon nardus L, sebagai agen antibakteri*. Jurnal Universitas Muhammadiyah Jakarta.
- Budiasih K.S. 2011. *Pemanfaatan beberapa tanaman yang berpotensi sebagai anti nyamuk*. Skripsi. FMIPA. Universitas Negeri . Jogjakarta.
- Irawan, S. dan G. Supeni. 2012. Karakterisasi edible film berbasis bahan baku lokal. *Prosiding workshop hasil litbang BBKK*. Jakarta.
- Lestari, R.S.E. 2013. *Perancangan proses isolasi sitronelal dan rhodinol dari minyak sereh wangi serta kajian finansial untuk penerapan di Industri*. Disertasi. Program pasca sarjana. IPB.Bogor.
- Nurarifin, M. 2014. *Pengaruh ekstrak n-heksan serai wangi Cymbopogon nardus (L) Rendle pada berbagai konsentrasi terhadap periode menghisap darah dari nyamuk aedes aegypti*. Skripsi. FMIPA Biologi. UNHAS. Makasar.
- Rahayu, L.H. 2013. *Peningkatan kadar glukomanan dari tepung porong (Amorphophallus Onophyllus) melalui metode pencucian menggunakan larutan isopropyl alcohol berbantu ultrasonikasi*. Tesis. Program pasca sarjana. Undip. Semarang.
- Rowe, R., C. Sheskey, and P.J. Weller. 2003. *Handbook of Pharmaceutical Excipients*. Edisi IV. London: Publisher - Science and Practice Royal Pharmaceutical Society of Great Britain.
- Setyaningsih, D.E, E. Hambali, dan M. Nasution. 2007. Aplikasi minyak sereh wangi (Citronella oil) dan geraniol dalam pembuatan skin lotion penolak nyamuk. *Jurnal teknologi industri pertanian*. IPB. 17(3): 97-103.
- Sofian, F.F., B.D. Runadi, A. Tjitraresmi, Arwa, G. Pratama, P.A.P. Mentari, Sriwidodo, dan Z.M. Rhamadhania. 2016. Aktivitas repelen kombinasi minyak atsiri rimpang bangle (*Zingiber cassumunar roxb*), dan daun sereh wangi (*Cymbopogon nardus (L) Rendle*) terhadap nyamuk *Aedes aegypti*. *Jurnal Farmaka*, 14(2): 1-12.
- Wardhani, D.H., N. Aryanti, F. Murvianto, dan K.D. Yogananda. 2016. Peningkatan kualitas glukomanan dari *Amorphophallus oncophallus* secara enzimatis dengan alpha amylase. *Jurnal inovasi teknik kimia*, 1(1): 71-77.
- Wardhani, S. 2009. *Uji aktivitas minyak atsiri dan batang serai sebagai obat nyamuk elektrik terhadap nyamuk Aedes agypti*. Skripsi, Farmasi. Universitas Muhammadiyah. Surakarta.
- Wijayanti, L.W. 2015. Isolasi sitronelal dari minyak sereh wangi (*Cymbopogon winterianus jowitz*) dengan destilasi fraksinasi pengurangan tekanan. *Jurnal Farmasi, Sains dan Komunitas*, 12(1): 22-29.
- Waryat, M. Romli, A. Suryani, I. Yuliasi, dan S. Johan. 2013. Karakteristik morfologi termal, fisik-mekanik, dan barrier plastik biodegradable berbahan baku komposit pati termoplastik- LLDPE/HDPE. *Jurnal Teknologi Pertanian Agritech*. 3(2): 197-207.
- Zhang, C.D., Chen, and F. Yang. 2014. Konjac glucomannan a promising polysaccharida for OCDDS. *Carbohydrate polymers*. 104: 175-18.

VALIDASI METODE ANALISIS SULFAT PADA ASAM FORMIAT TEKNIS MENGGUNAKAN SPEKTROFOTOMETER UV-Vis

(METHOD VALIDATION FOR SULFATE IN TECHNICAL FORMIC ACID USING UV-Vis SPECTROPHOTOMETER)

Auliyah Ariani

Balai Besar Kimia dan Kemasan, Kementerian Perindustrian RI
Jl. Balai Kimia I Pekayon, Pasar Rebo, Jakarta Timur

Email: aul_rn@yahoo.com

Received: 10 Juli 2017; revised: 7 September 2017; accepted: 14 Desember 2017

ABSTRAK

Kadar sulfat (SO_4^{2-}) dipersyaratkan untuk diukur pada komoditi asam formiat teknis, hal ini tercantum pada SNI 2128:2013 (Standar Nasional Indonesia) yaitu maksimum 10 mg/kg. SNI tersebut menyatakan bahwa pengujian kadar sulfat ditentukan dengan berdasarkan prinsip kekeruhan dan pengukuran dilakukan secara visual. Hal ini menyulitkan laboratorium dikarenakan konsep kekeruhan tidak memberikan warna sehingga kesulitan dalam pengamatan. Berdasarkan hal tersebut maka laboratorium melakukan pengembangan metode pengujian dengan metode spektrofotometri UV-Vis berdasarkan prinsip kekeruhan. Hasil menunjukkan bahwa ketelitian metode dilihat dari nilai RSD dan 2/3 CV, dimana nilai RSD yang diperoleh sebesar 2,73% dan nilai 2/3CV sebesar 4,25%. Nilai tersebut telah memenuhi persyaratan ketelitian metode yaitu %RSD harus lebih kecil daripada 2/3 %CVH. Nilai perolehan kembali dilakukan dengan cara menambahkan standar sulfat dan diperoleh sebesar 101,44%. Nilai tersebut telah memenuhi persyaratan nilai perolehan kembali yaitu sebesar 80% - 120%. Dari hasil yang ditunjukkan oleh nilai ketelitian (presisi) dan nilai perolehan kembali (*recovery*) maka pengujian kadar sulfat dalam komoditi asam formiat teknis dapat dilakukan dengan metode spektrofotometri UV-Vis dengan berdasar pada prinsip kekeruhan.

Kata kunci : Asam formiat teknis, Sulfat, Spektrofotometer UV-Vis

ABSTRACT

Sulfate content is required to be measured at a commodity of technical formic acid, which is listed in the SNI 2128:2013 (Indonesian National Standard) on maximum value 10 mg/kg. Those SNI stated that the sulfate content is determined by the test based on the principle of turbidity and the measurements were performed visually. These become the problem in laboratory, because the concept of turbidity does not provide the color for observation. Under these conditions, laboratory was developing test methods with UV-Vis spectrophotometry method based on the principle of turbidity. Result show that the precision of the method seen from the value of RSD and 2/3 CV were 2.73% and 4.25% respectively. The value has to meet the requirements of accuracy methods, % RSD should be less than 2/3% CVH. Value recovery is done by adding sulfate standard and obtained by 101.44%. The value meets the requirements reacquisition value that is equal to 80%-120%. From the results shown by the value of precision and value recovery then testing sulfates content in technical formic acid can be achieved by UV-Vis spectrophotometry under the principles of turbidity.

Key words : *Technical formic acid, Sulfate, UV-Vis spectrophotometry*

PENDAHULUAN

Asam formiat memiliki rumus kimia HCOOH atau CH_2O_2 , asam formiat ini sering disebut juga sebagai asam semut. Asam formiat disebut juga asam semut karena secara alami terdapat pada sengat semut dan lebah. Asam

formiat banyak digunakan sebagai bahan kimia penggumpal pada getah karet.

Indonesia memiliki Standar Nasional Indonesia (SNI) untuk komoditi Asam formiat teknis yaitu SNI 2128:2013. SNI tersebut menyebutkan perlu untuk melakukan pengujian

parameter sulfat. Cara uji kadar sulfat dalam SNI dilakukan dengan cara pengamatan kekeruhan secara visual. Cara uji ini menimbulkan kendala dalam proses pengujian di laboratorium uji dikarenakan kemampuan mata tiap-tiap analis yang berbeda dan persyaratan kadar sulfat (SO_4^{2-}) dalam Asam formiat teknis sesuai dengan SNI 2028:2013 yang kecil yaitu maksimal 10 mg/kg menyebabkan tidak dapat diamati secara visual. Penggunaan metode lain diperlukan untuk mengatasi kendala tersebut.

Penelitian ini bertujuan untuk mendapatkan metode analisis yang valid untuk uji kadar sulfat pada asam formiat teknis dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis.

BAHAN DAN METODE

Bahan dan Alat Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan adalah contoh asam formiat teknis, larutan standar sulfat 1000 mg/L (Na_2SO_4 Merck Batch AM0742049505 katalog 106649), larutan natrium karbonat (Na_2CO_3) 1 N, larutan asam klorida (HCl) 5 N, larutan barium klorida ($\text{BaCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) 0,5 M, dan air suling.

Alat-alat yang digunakan dalam penentuan kadar sulfat adalah Spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV 2450 dan alat-alat gelas yang diperlukan.

Metode Penelitian

Pembuatan kurva kalibrasi larutan standar

Memipet (2, 4, 6, 8, 10, 20 dan 30) mL larutan standar sulfat 100 mg/L ke dalam labu ukur 100 mL ditambahkan air suling 30 mL. Menambahkan 2 mL larutan HCl dan 2 mL larutan barium klorida ke dalam masing-masing labu ukur. Kemudian ditera dengan air suling hingga 100 mL dan homogenkan. Larutan standar didiamkan selama 60 detik kemudian diukur dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 420 nm.

Penentuan kadar sulfat pada contoh asam formiat teknis

Contoh asam formiat teknis ditimbang sebanyak 100 g ke dalam cawan penguap, menambahkan 0,2 mL larutan natrium karbonat dan diuapkan sampai kering pada penangas air yang mendidih. Melarutkan residu dengan air suling kemudian memindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 250 mL, diencerkan sampai tanda tera dan dihomogenkan. Selanjutnya memipet larutan contoh 4 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Menambahkan 2 mL larutan HCl dan 2 mL larutan barium klorida ke dalam masing-masing labu ukur. Kemudian ditera dengan air

suling hingga 100 mL dan homogenkan. Larutan didiamkan selama 60 detik kemudian diukur dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 420 nm. Panjang gelombang 420 nm digunakan pada pengukuran kadar sulfat (SO_4^{2-}) ini berdasarkan pada SNI 6989.20:2009.

Penentuan kadar sulfat pada contoh asam formiat teknis dengan penambahan standar (spike)

Contoh asam formiat teknis ditimbang sebanyak 100 g ke dalam cawan penguap, menambahkan 0,0148 gram natrium sulfat sebagai penambahan standar sulfat 100 mg/kg, kemudian menambahkan 0,2 mL larutan natrium karbonat dan diuapkan sampai kering pada penangas air yang mendidih. Melarutkan residu dengan air suling kemudian memindahkan larutan tersebut ke dalam labu ukur 250 mL, diencerkan sampai tanda tera dan dihomogenkan. Selanjutnya memipet larutan contoh 4 mL ke dalam labu ukur 100 mL. Menambahkan 2 mL larutan HCl dan 2 mL larutan barium klorida ke dalam masing-masing labu ukur. Kemudian ditera dengan air suling hingga 100 mL dan homogenkan. Larutan didiamkan selama 60 detik kemudian diukur dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang 420 nm.

Uji linearitas

Uji linearitas didapat dari kurva kalibrasi yang menghubungkan antara konsentrasi larutan sebagai sumbu x dan sinyal analitik absorbansi sebagai sumbu y dari hasil pengukuran menggunakan spektrofotometer Uv-Vis. Hasil dari uji tersebut menunjukkan kemampuan metode analisa yang memberikan respon secara langsung, proposional terhadap konsentrasi analit dalam sampel (Harmita 2004).

Uji ketelitian (Presisi)

Uji presisi dilakukan dengan melakukan replika analisa pada sampel minimal sebanyak tujuh kali. Data analisa diolah untuk dihitung nilai rata-rata, simpangan baku (SD), persen simpangan baku relatif (% RSD) dan persen simpangan baku relatif Horwitz (% RSD Horwitz). Uji presisi ini untuk menunjukkan kemampuan suatu metode analisis untuk menunjukkan kedekatan dari suatu seri pengukuran yang diperoleh dari sampel yang homogen.

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (1)$$

$$SD = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \quad (2)$$

$$\%RSD = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\% \quad (3)$$

$$\%CV_{Horwitz} = 2^{(1-0,5 \log C)} \quad (4)$$

Keterangan:

- \bar{X} adalah nilai rata-rata
- SD adalah standar deviasi
- n adalah jumlah ulangan
- %RSD adalah persen simpangan baku relatif
- C adalah kadar analit yang dinyatakan dalam bentuk fraksi

Nilai %RSD yang didapat dibandingkan dengan nilai 2/3 %CV Horwitz. Metode dikatakan memiliki ketelitian yang baik jika %RSD < 2/3 %CV Horwitz.

Uji perolehan kembali (Recovery)

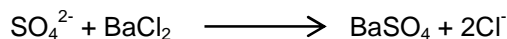
Uji perolehan kembali dilakukan untuk mengetahui kecermatan dari proses analisa melalui metode yang digunakan dengan kadar analit yang sebenarnya. Uji ini dilakukan proses penambahan (adisi) standar yang telah diketahui kadarnya pada sampel uji. Persentase perolehan kembali dapat ditentukan dengan rumus berikut.

$$\%R = \frac{n}{n} \frac{t}{t} \times 100\% \quad (5)$$

HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengujian kadar sulfat

Analisa penentuan kadar sulfat pada asam formiat teknis menggunakan metode spektrofotometri dengan prinsip kekeruhan atau turbiditi. Dimana sulfat diendapkan dengan barium klorida ($BaCl_2$) untuk membentuk barium sulfat ($BaSO_4$) seperti yang terjadi pada persamaan reaksi berikut:



Barium sulfat yang terbentuk merupakan endapan putih dengan sifat sulit larut dalam air. Penambahan HCl berfungsi untuk memberikan

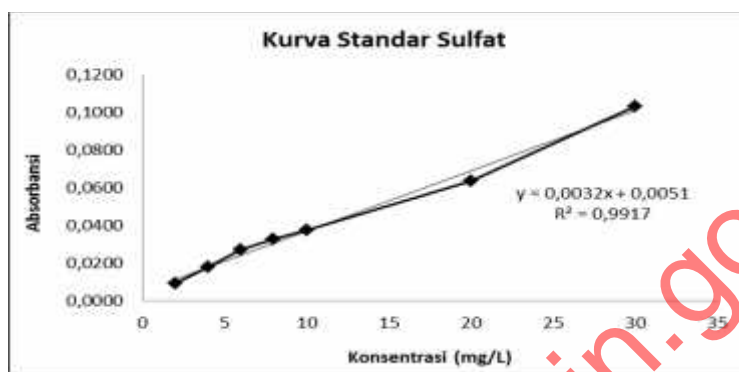
suasana asam agar dapat memperbesar kelarutan terbentuknya $BaSO_4$ dan mencegah terbentuknya endapan lain seperti CO_3^{2-} , PO_4^{3-} terhadap Ba^{2+} . Setelah itu diukur absorbansinya untuk didapatkan konsentrasi sulfat. Panjang gelombang yang digunakan adalah sebesar 420 nm, karena sulfat akan optimal terbaca pada panjang gelombang 420 nm.

Uji linearitas

Larutan standar dengan konsentrasi (2, 4, 6, 8, 10, 20, 30) mg/L; dan blanko diukur absorbansinya pada panjang gelombang 420 nm. Hasil yang didapat dari kurva kalibrasi larutan standar adalah koefisien regresi linear (R^2) sebesar 0,9917 dengan persamaan garis $y = 0,0032x + 0,0051$. Koefisien regresi linear menunjukkan hubungan proporsional antara sumbu x dan y. Nilai koefisien linear dikatakan baik apabila nilai $R^2 = +1$ atau $R^2 = -1$ (Walpole 1995). Nilai koefisien regresi linear yang dihasilkan baik karena mendekati 1. Koefisien korelasi menunjukkan adanya hubungan proporsional antara konsentrasi dan absorbansi larutan. Tanda positif pada koefisien korelasi linier menunjukkan bahwa konsentrasi dan absorbansi larutan memiliki korelasi yang berbanding lurus pada rentang konsentrasi larutan standar tersebut. Artinya, semakin tinggi konsentrasi larutan maka absorbansi juga akan semakin tinggi. Nilai intersep (a) dari persamaan garis dapat menunjukkan adanya pengaruh matriks dari larutan. Nilai intersep yang didapat dari persamaan garis larutan standar sebesar 0,005. Nilai intersep yang semakin mendekati nol berarti pengaruh gangguan matriks dari larutan semakin kecil. Sebaliknya, nilai intersep yang semakin jauh dari nol maka akan semakin besar pengaruh dari matriks larutan sehingga dapat mengganggu pengukuran. Nilai kemiringan garis (b) menunjukkan sensitivitas suatu metode. Semakin besar nilai kemiringan garis berarti sensitivitasnya terhadap perubahan konsentrasi akan semakin besar. Artinya, sedikit saja terjadi perubahan konsentrasi akan mampu mengubah sinyal yang dihasilkan detektor. Sebaliknya, nilai kemiringan garis yang semakin kecil maka perubahan konsentrasi yang kecil tidak akan terlalu berpengaruh mengubah sinyal detektor sehingga sensitivitasnya menjadi kurang.

Tabel 2. Data absorbansi standar sulfat

| Standar sulfat (mg/L) | Absorbansi (Serapan) | | | | | | Rata-rata |
|--------------------------|----------------------|--------|--------|--------|--------|--------|-----------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| 2 | 0,0088 | 0,0089 | 0,0090 | 0,0091 | 0,0091 | 0,0091 | 0,0090 |
| 4 | 0,0178 | 0,0177 | 0,0179 | 0,0179 | 0,0178 | 0,0179 | 0,0178 |
| 6 | 0,0271 | 0,0273 | 0,0272 | 0,0272 | 0,0271 | 0,0272 | 0,0272 |
| 8 | 0,0328 | 0,0328 | 0,0326 | 0,0323 | 0,0323 | 0,0322 | 0,0325 |
| 10 | 0,0373 | 0,0377 | 0,0375 | 0,0374 | 0,0373 | 0,0373 | 0,0374 |
| 20 | 0,0641 | 0,0639 | 0,0636 | 0,0636 | 0,0636 | 0,0633 | 0,0637 |
| 30 | 0,1032 | 0,1034 | 0,1032 | 0,1032 | 0,1031 | 0,1028 | 0,1032 |



Gambar 1. Kurva absorbansi larutan standar sulfat.

Uji ketelitian (Presisi)

Pengujian sampel tanpa penambahan standar (*non spike*) dilakukan sebanyak minimal tujuh kali pengujian. Syarat keberterimaan %RSD tidak lebih dari 2/3 CV Horwitz. Menurut Harmita (2004), nilai presisi 2% merupakan syarat seksama suatu metode. Namun, nilai presisi bergantung pada kondisi sampel, konsentrasi analit, sifat-sifat sampel dan kondisi laboratorium. Semakin kecil konsentrasi analit yang terukur maka akan semakin besar nilai presisinya. Pada kadar satu per sejuta nya adalah 16%. Nilai ketelitian dapat menunjukkan kedekatan hasil yang diperoleh

dari sederet sampel yang homogen dengan perlakuan sama. Kadar sulfat pada asam formiat ini diukur pada kadar satu per sejuta. Nilai RSD yang diperoleh sebesar 2,73% yang berarti nilai presisi untuk pengujian kadar sulfat dengan metode spektrofotometer Uv-Vis ini dapat dikatakan teliti. Selain itu, uji presisi ditinjau dari syarat keberterimaannya berdasarkan nilai CV Horwitz, diperoleh persentase presisi (%RSD) sebesar 2,73% dan nilai 2/3 CV Horwitz sebesar 4,25% sehingga dapat dilihat bahwa nilai presisi yang didapat lebih kecil dari 2/3 CV Horwitz dan memenuhi persyaratan.

Tabel 3. Data presisi penentuan kadar sulfat pada sampel asam formiat

| Ulangan | Kadar Sulfat (mg/kg) | $(x_i - \bar{x})^2$ |
|-----------------|----------------------|---------------------|
| 1 | 458,578 | 55,3697 |
| 2 | 434,464 | 277,9853 |
| 3 | 434,955 | 261,8579 |
| 4 | 449,118 | 4,0782 |
| 5 | 465,480 | 205,7046 |
| 6 | 460,588 | 89,3212 |
| 7 | 454,777 | 13,2488 |
| Jumlah | 3157,960 | 907,5657 |
| Rata-rata | 451,137 | 129,6522 |
| Standar deviasi | | 12,2988 |
| Presisi (% RSD) | | 2,73 |

Tabel 4. Penentuan %RSD dengan CV Horwitz

| | |
|--------------------------|-----------|
| Kadar analit (mg/kg) | 451,137 |
| C | 0,0004511 |
| %RSD | 2,73 |
| %CV Horwitz | 6,38 |
| 2/3 %CV Horwitz | 4,25 |
| % RSD < 2/3 % CV Horwitz | |
| 2,73 < 4,25 | |

Uji perolehan kembali (Recovery)

Proses pelaksanaan uji perolehan kembali dilakukan dengan mengukur kadar sulfat dalam contoh asam formiat teknis, kemudian dilanjutkan dengan pengujian asam formiat

teknis dengan adanya penambahan standar sulfat berupa natrium sulfat dalam contoh uji kemudian proses pengujian dilakukan sama dengan proses uji kadar sulfat dan dilakukan sebanyak minimal tujuh kali pengulangan.

Tabel 5. Data persen perolehan kembali penentuan kadar sulfat dalam asam formiat.

| Ulangan | Kadar sulfat contoh (mg/L) | Kadar sulfat spike (mg/kg) | Kadar sulfat contoh+spike (mg/kg) | Persen perolehan kembali (%) |
|--|----------------------------|----------------------------|-----------------------------------|------------------------------|
| 1 | | 100,091 | 521,508 | 128,15 |
| 2 | | 99,415 | 525,567 | 133,11 |
| 3 | | 101,444 | 452,876 | 58,79 |
| 4 | 393,239 | 99,415 | 465,686 | 72,87 |
| 5 | | 100,091 | 489,969 | 96,64 |
| 6 | | 100,767 | 493,229 | 99,23 |
| 7 | | 106,854 | 522,873 | 121,32 |
| Rata-rata persen perolehan kembali (%) | | | | 101,44 |

Uji perolehan kembali dilakukan untuk menentukan jumlah analit yang dapat diperoleh kembali pada contoh yang ditambahkan dengan standar yang telah diketahui nilainya. Penambahan standar (*spike*) sebesar 100 mg/kg dilakukan sebanyak minimal tujuh kali pengujian. Persentase perolehan kembali (*recovery*) yang didapat sebesar 101,44%. Nilai ini masuk dalam rentang syarat keberterimaan pada selang kepercayaan 95% yaitu berkisar antara 80%-120% (Kokasih, 2004). Perolehan kembali menyatakan nilai referensi dengan nilai sebenarnya dari hasil percobaan. Hasil yang diperoleh dari uji perolehan kembali menunjukkan bahwa penentuan kadar sulfat dengan metode spektrofotometri telah memberi ketepatan yang cukup baik pada sampel asam sulfat teknis yang diuji. Perolehan kembali bergantung pada galat sistematis yang mungkin terjadi selama proses analisis. Galat sistematis adalah galat yang berasal dari penyebab yang pasti seperti pengotor dalam alat gelas, pemanasan pada proses penguapan, persiapan larutan contoh uji, sifat fisik contoh uji dan reaksi samping yang timbul dalam proses pengujian. Nilai perolehan kembali akan semakin tinggi jika galat sistematis dapat diperkecil. Penggunaan

pereaksi dan pelarut yang baik, instrumen yang telah dikalibrasi, serta perlakuan prosedur yang cermat akan memperkecil galat sistematis dalam proses analisis (Harmita 2004).

KESIMPULAN

Pengujian kadar sulfat dalam asam formiat teknis dapat diuji dengan menggunakan metode spektrofotometri pada panjang gelombang 420 nm dengan telah dilakukan verifikasi terhadap metode tersebut. Hasil uji ketelitian (presisi) dari verifikasi yang dilakukan sebesar 2,73% sebagai %RSD. Akurasi yang ditunjukkan oleh hasil persentase perolehan kembali (% *recovery*) sebesar 101,44%.

DAFTAR PUSTAKA

- Harjadi W. 1986. *Ilmu Kimia Analitik Dasar*. Jakarta (ID): PT Gramedia.
- Harmita. 2004. Petunjuk pelaksanaan validasi metode dan cara perhitungannya. *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol. 1, No. 3:117-135.
- Harvey, D. 2000. *Modern Analytical Chemistry*. US: Mc Graw-Hill.

- [IUPAC] International Union of Pure and Applied Chemistry. 2002. *Harmonized Guidelines for Single-Laboratory Validation of Methods of Analysis*. (IUPAC Technical Report), London: IUPAC.
- Kokasih, S. 2004. *Asas Pengembangan Prosedur Analisis*. Edisi Pertama. Surabaya (ID): Airlangga University Press.
- Kirk-Othmer. *Encyclopedia of Chemical Technology*. 5th Edition. John Wiley & Sons, Inc.
- Skoog, D.A, F.J. Holler, and T.A. Niemann. 1998. *Principle of Instrumental Analysis*. 5th Ed. Florida: Saunders College.
- [SNI] Standar Nasional Indonesia. 2013. *SN/ 2128:2013 Asam formiat teknis*. Jakarta (ID): SNI.
- [SNI] Standar Nasional Indonesia. 2009. *SN/ 6989.20:2009: Air dan air limbah - Bagian 20: Cara uji sulfat (SO₄) secara turbidimetri*. Jakarta (ID): SNI.
- [SNI] Standar Nasional Indonesia. 2008. *SN/ ISO/IEC 17025:2008: Persyaratan umum kompetensi laboratorium pengujian dan laboratorium kalibrasi*. Jakarta (ID): SNI.
- Wood, R., A. Nilson, and H.Wallin. 1998. *Quality in the food analysis laboratory*. The royal society of chemistry. Science Park, Cambridge, UK: Thomas Graham House.

bbkk.kememperin.go.id

PENGARUH AKTIVASI RESIN DOWEX DAN PEMANASAN SODIUM TRIPHOSPHATE PENTABASIC SEBAGAI KALIBRATOR ALAT SPEKTROFOTOMETER CONTINUOUS FLOW PADA PENGUJIAN KADAR SODIUM TRIPOLIFOSFAT

(DOWEX RESIN ACTIVATION EFFECT AND HEATING OF SODIUM TRIPHOSPHATE PENTABASIC AS CALIBRATOR FOR SPEKTROFOTOMETER CONTINUOUS FLOW ON TESTING OF SODIUM TRIPOLIFOSPHATE)

Ristika Andrieti

Balai Besar Kimia Dan Kemasan, Kementerian Perindustrian
Jl. Balai Kimia No.1 Pekayon Pasar Rebo, Jakarta Timur

Email : randrieti@yahoo.com

Received: 14 Agustus 2017; revised: 16 November 2017; accepted: 14 Desember 2017

ABSTRAK

Sodium Tripolifosfat (STPP) merupakan salah satu bahan kimia yang biasa digunakan dalam bidang industri, baik industri makanan dan selain industri makanan. Berdasarkan SNI 2109-2011, Sodium Tripolifosfat (STPP) Mutu Teknis, kadar sodium tripolifosfat menjadi salah satu parameter uji yang diukur dengan menggunakan alat spektrofotometer *Continuous Flow*. Pada pengujian kadar sodium tripolifosfat, resin dowex yang merupakan fase diam untuk memisahkan sodium tripolifosfat, ortofosfat dan pirofosfat perlu di aktivasi terlebih dahulu untuk mendapatkan pemisahan yang sempurna. Kalibrator untuk alat spektrofotometer *Continuous Flow* pada pengujian sodium tripolifosfat ini adalah sodium *triphosphate pentabasic* dengan kadar sodium tripolifosfat sebesar 99,7%. Sebagai kalibrator alat Spektrofotometer *Continuous Flow*, sodium *triphosphate pentabasic* sebaiknya dipanaskan terlebih dahulu sebelum diuji. Hal ini dilihat dari akurasi yg diperoleh untuk kadar STPP pada sodium *triphosphate pentabasic* tanpa dipanaskan sebesar 95,54% dan kadar STPP pada sodium *triphosphate pentabasic* dengan dipanaskan terlebih dahulu sebesar 99,46%.

Kata kunci: Sodium Tripolifosfat

ABSTRACT

Sodium Tripolyphosphate (STPP) is one of the common chemical used in industry both, food industry and besides food industry. Based on SNI 2109-2011, Technical Quality of Sodium Tripolyphosphate (STPP), sodium tripolyphosphate content became one of the test parameters measured using the Continuous Flow spectrophotometer. In testing of sodium tripolyphosphate content, dowex resin which is a stationary phase for separating sodium tripolyphosphate, orthophosphate and pyrophosphate needs to be activated in advance to obtain complete separation. The calibrator for Continuous Flow spectrophotometer in this sodium tripolyphosphate test is sodium triphosphate pentabasic with sodium tripolyphosphate level of 99.7%. As a Continuous Flow Spectrophotometer calibrator, the pentabasic sodium triphosphate should be preheated before it is tested. This is seen from the accuracy obtained for STPP levels in pentabasic sodium triphosphate without heating of 95.54% and STPP levels in sodium triphosphate pentabasic with preheated of 99.46%.

Keywords: Sodium Tripolyphosphate

PENDAHULUAN

Sodium Tripolifosfat (STPP) merupakan salah satu bahan kimia yang biasa digunakan dalam bidang industri. Penggunaan Sodium Tripolifosfat dalam bidang industri terbilang cukup luas, karena mencakup industri makanan

dan industri selain makanan. Namun demikian, jenis yang digunakan pada masing-masing industri berbeda. Untuk Jenis Sodium Tripolifosfat yang digunakan pada industri makanan adalah Sodium Tripolifosfat *Food*

Grade, sedangkan Sodium Tripolifosfat yang digunakan pada industri selain makanan adalah Sodium Tripolifosfat teknis.

Pada industri makanan, STPP dapat digunakan sebagai pengawet untuk makanan laut, daging, unggas dan pakan ternak. Selain itu, STPP pada makanan dapat digunakan sebagai emulsifier serta untuk mempertahankan kelembaban. Dalam hal ini pemerintah mengatur jumlah penggunaan STPP yang diperbolehkan dalam makanan, kerana secara substansial dapat meningkatkan berat penjualan makanan laut khususnya. Amerika Serikat *Food and Drug Administration* menyatakan bahwa STPP merupakan pengawet makanan yang aman. Selain pada industri makanan, STPP juga banyak digunakan pada cat dan keramik serta sangat banyak ditemui dalam produk pembersih rumah tangga seperti detergen, cairan pencuci piring dan pembersih toilet.

Karena banyaknya penggunaan STPP pada bidang industri, maka diperlukan standar yang dapat menjamin bahwa STPP yang digunakan adalah STPP yang memang berkualitas baik. Standar yang mengatur tentang STPP mutu teknis adalah Standar Nasional Indonesia (SNI) 2109-2011, Sodium Tripolifosfat (STPP) Mutu Teknis.

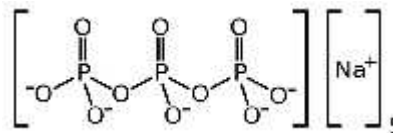
Pada SNI 2109-2011, Sodium Tripolifosfat (STPP) Mutu Teknis ini, mengatur syarat mutu dan cara uji untuk STPP mutu teknis yang dipakai sebagai bahan penolong pada industri detergen, keramik, pelunak air (*water treatment*) dan lain-lain tetapi tidak termasuk STPP untuk bahan tambahan pangan. Salah satu parameter yang dipersyaratkan pada SNI 2109-2011, Sodium Tripolifosfat (STPP) Mutu Teknis ini adalah Kadar dari Sodium Tripolifosfat, yaitu sebesar minimal 92%.

Pada pengujian kadar sodium tripolifosfat ada beberapa hal yang harus diperhatikan, yaitu:

1. Aktivasi resin dowex yang akan digunakan. Pada SNI 2109-2011 tidak dicantumkan cara untuk mengaktivasi resin dowex tersebut. Resin yang belum diaktivasi tersebut akan berpengaruh terhadap hasil uji yang diperoleh.
2. Untuk mengkalibrasi alat spektrofotometer *Continous Flow* digunakan standar Sodium *Triphosphate Pentabasic* yang memiliki kemurnian (98.0%). Standar yang akan diuji harus terlebih dahulu dipanaskan pada suhu 550 °C. Apabila tidak dipanaskan terlebih dahulu, kadar Sodium Tripolifosfat yang diperoleh dari standar Sodium Trifosfat *pentabasic* tidak akan sesuai dengan yang diharapkan (tidak sesuai dengan *Certificate of Analysis*).

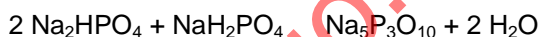
Sodium Tripolifosfat

Sodium Tripolifosfat (STPP) merupakan senyawa anorganik dengan rumus $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$, dan merupakan garam natrium dari senyawa polifosfat.



Gambar 1. Rumus Sodium Tripolifosfat

Sodium Tripolifosfat dapat diperoleh dengan mereaksikan *disodium phosphate* (Na_2HPO_4) dan *monosodium Phosphate* (NaH_2PO_4).



Sodium Tripolifosfat adalah garam tak berwarna yang terdapat baik dalam bentuk anhidrat maupun dalam bentuk heksahidrat, serta sedikit higroskopik. Kelarutan Sodium Tripolifosfat (g/100 mL) pada suhu 25 °C adalah 20 g dan pada suhu 100 °C adalah 86,5 g. Larutan Sodium Tripolifosfat konsentrasi 1% memiliki pH 9,7 – 9,8. Apabila Sodium Tripolifosfat dipanaskan dalam waktu yang panjang, maka senyawa tersebut akan kembali menjadi bentuk ortopospat. Stabilitas senyawa ini lebih tinggi daripada metafosfat, tetapi lebih tidak stabil bila dibandingkan dengan tetrasodium pirofosfat (O'Neil *dkk.* 2006).

Bentuk dari STPP dapat berupa serbuk atau kristal berwarna putih yang tidak berbau dan mudah larut dalam air.



Gambar 2. Serbuk Sodium Tripolifosfat

Akurasi (Ketepatan)

Kemampuan mengukur dengan tepat sesuai dengan nilai benar (*True value*) disebut dengan akurasi (Sukorini *dkk.* 2010). Ketepatan diartikan kesesuaian pemeriksaan laboratorium dengan nilai yang seharusnya (Musyaffa 2008). Menurut Sacher dan McPherson (2004), ketepatan menunjukkan seberapa dekat suatu

hasil pengukuran dengan hasil yang sebenarnya. Nilai akurasi menunjukkan kedekatan hasil terhadap nilai sebenarnya yang telah ditentukan oleh metode standar.

Polimerisasi

Reaksi polimerisasi merupakan suatu reaksi pembentukan polimer dengan cara menggabungkan berbagai monomer-monomer baik yang sejenis maupun yang tidak sejenis. Menurut Cowd (1991), polimerisasi adalah proses pembentukan polimer dari monomernya, reaksi tersebut akan menghasilkan polimer dengan susunan ulang tertentu. Proses pembentukan polimer (polimerisasi) dibagi menjadi dua golongan, yaitu polimerisasi adisi dan polimerisasi kondensasi.

Dekomposisi

Reaksi dekomposisi merupakan suatu jenis reaksi kimia dimana senyawa dipecah menjadi komponen yang lebih sederhana. Reaksi dekomposisi merupakan kebalikan dari sintesis kimia dimana unsur-unsur atau senyawa yang relatif sederhana bergabung untuk menghasilkan satu senyawa yang lebih kompleks.

Resin

Resin adalah senyawa hidrokarbon terpolimerisasi sampai tingkat yang tinggi yang mengandung ikatan-ikatan hubung silang (*cross-linking*) serta gugusan yang mengandung ion-ion yang dapat dipertukarkan. Berdasarkan gugus fungsionalnya, resin penukar ion terbagi menjadi dua yaitu resin penukar kation dan resin penukar anion. Resin penukar kation, mengandung kation yang dapat dipertukarkan. Sedangkan resin penukar anion, mengandung anion yang dapat dipertukarkan (Lestari dan Utomo 2007).

Penukar ion adalah pertukaran ion-ion secara reversible antara cairan dan padatan. Untuk penggunaan resin maka harus diperhatikan kejenuhan dari resin tersebut. Apabila sudah jenuh, maka resin tersebut harus diregenerasi.

Sebelum digunakan resin terlebih dahulu harus diaktivasi. Aktivasi merupakan suatu proses perubahan fisika dimana permukaan karbon aktif menjadi jauh lebih banyak. Karena hidrokarbon yang terkandung dalam karbon disingkirkan. Aktivasi dibagi menjadi dua macam, yaitu aktivasi fisika dan aktivasi kimia.

Aktivasi fisika melibatkan aktifator seperti uap air dan CO₂. Proses aktivasi dilakukan dengan mengalirkan aktifator dalam reaktor pada suhu tinggi aktivasi dengan uap air

dilakukan pada suhu 750 °C - 900 °C dan aktivasi dengan CO₂ dilakukan pada suhu 850 °C - 1.100 °C. Namun aktivasi dengan CO₂ jarang dilakukan karena reaksi yang terjadi adalah reaksi eksotermis sehingga lebih sulit dikontrol (Supranto 2005).

Metode ini dilakukan dengan cara merendam bahan baku pada bahan kimia seperti HCl, HNO₃, H₃PO₄, CN, Ca(OH)₂, CaCl₂, Ca(PO₄)₂, NaOH, KOH, Na₂SO₄, SO₂, ZnCl₂, dan Na₂CO₃.

BAHAN DAN METODE

Bahan

- Larutan induk penyangga natrium asetat 0,2 M
Timbang 16,4 gr natrium asetat anhidrat dalam beaker 1.000 mL, tambahkan air suling 900 mL, larutkan. Tambahkan 6 mL asam asetat *glacial*, tepatkan dengan air suling sampai tanda tera, aduk sampai larut merata.
- Larutan sodium klorida
Timbang (20-25) g sodium klorida dan masukkan ke dalam beaker 1.000 mL, tambahkan (100-110) mL larutan induk penyangga natrium asetat, tepatkan dengan air suling sampai tanda tera, aduk sampai larut merata.
- Larutan garam dodesil sodium sulfat 0,2%
Timbang 4,0 g garam dodesil sodium sulfat dalam gelas beaker, tambahkan air suling 2000 mL, aduk sampai larut.
- Asam Sulfat 4 N
Pada gelas beaker 1.000 mL masukkan air suling 790 mL, tambahkan 100 mL garam dodesil sodium sulfat dan 110 mL asam sulfat 97% secara perlahan-lahan, aduk sampai merata.
- Amonium molibdat
Timbang 5,7 g Amonium molibdat dalam gelas beaker 1.000 mL, tambahkan 110 mL dodesil sulfat, encerkan dengan air suling sampai tanda tera dan aduk sampai larut.
- Asam Askorbat
Timbang 9 g asam askorbat masukkan ke dalam gelas beaker 500 mL, encerkan dengan air suling sampai tanda tera dan aduk sampai larut. Larutan ini tidak stabil dan hanya bisa dipakai selama 3 hari.
- Resin penukar ion
Dowex 1x2, ukuran 200-400 mesh, bentuk ion klorida.

Alat

- Alat *Continuos Flow Analyser* (Skalar)

Terdiri dari; *sampler, tubing pump, glass coil*, penangas air, penangas oli, spektrofotometer (kuvet 1 cm, panjang gelombang 660 nm) dan perekam.

- Kolom kromatografi
- Neraca analitis dengan ketelitian 0,1 g
- Gelas beaker 250 ml
- Pengaduk magnet
- Gelas beaker 1.000 mL

Metode

Pengujian Kadar Sodium Tripolifosfat berdasarkan SNI 2109:2011 Sodium Tripolifosfat (STPP) Mutu Teknis.

1) Persiapan kolom

- Timbang (50-70) gram resin dowex dalam gelas beaker 250 mL, tambahkan air suling 200 mL, aduk sebentar lalu diamkan sampai terbentuk dua lapisan. Lapisan atas dibuang.
- Tambahkan 200 mL larutan NaCl, aduk dengan pengaduk magnet selama setengah jam lalu diamkan sampai terbentuk dua lapisan. Buang lapisan atas.
- Lakukan langkah (b) sebanyak dua kali.
- Pada bagian bawah kolom penukar ion diberi sedikit glass wol lalu masukkan resin dowex

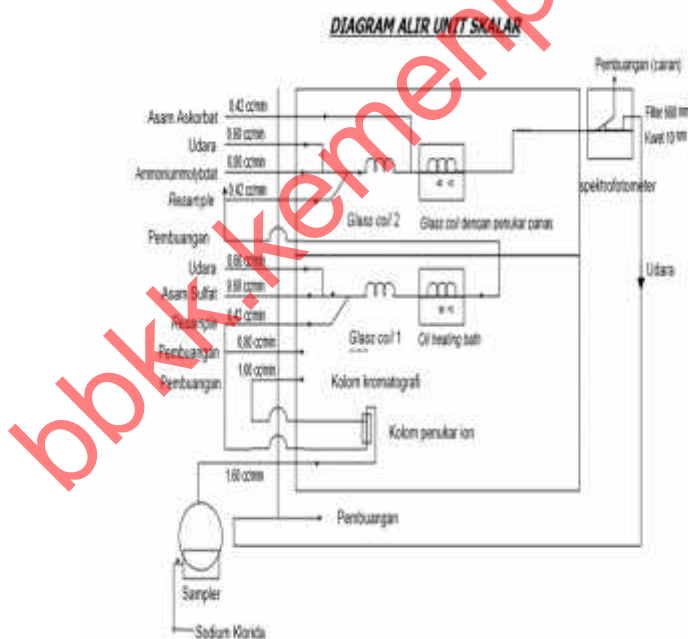
ke dalam kolom tersebut. Ketinggian resin yang dimasukkan ke dalam kolom adalah 1 cm dibawah *line overflow*, lalu beri sedikit lapisan *glass wool* pada resin bagian atas

- Pada kolom penukar ion kondisinya harus selalu terendam NaCl.

2) Penentuan kadar sodium tripolifosfat

- Timbang 1 gram contoh, larutkan dengan air suling 200 mL, lalu siapkan larutan contoh tersebut pada unit sampler
- Siapkan kolom kromatografi, larutan sodium klorida, asam sulfat, ammonium molibdat dan asam askorbat dalam tempat yang sesuai dengan yang ditentukan oleh alat
- Nyalakan alat dan optimalkan sesuai dengan petunjuk penggunaan
- Injeksikan contoh ke dalam kolom pebucar ion melalui unit sampler dimana injeksi contoh diatur 14 - 45 detik

Setelah alarm pada unit sampler dimatikan maka alat ukur akan melakukan pengukuran secara otomatis melalui proses tahapan Analisa sebagai berikut: (lihat Diagram Alir Unit spektrofotometer *Continuous Flow*).



Gambar 3. Diagram Alir Unit spektrofotometer *Continuous Flow*

Cara Kerja

- Larutan sodium klorida dialirkan melalui bagian atas kolom kromatografi
- Efluen yang keluar dari bagian bawah kolom, sebagian dibuang melalui saluran pembuangan, sebagian lagi dialirkan

(sebagai *resample*/cuplikan) menuju *glass coil* 1.

- Udara dan asam sulfat 4 N dialirkan menuju *glass coil* 1 sehingga terbentuk segmen cairan-udara pada *resample* (cuplikan).

- Cuplikan yang keluar *oil heating bath*, sebagian dibuang melalui saluran pembuangan (berupa segmen udara) dan segmen cairannya (sebagai *resample*) dialirkan menuju *glass coil 2*.
- Udara dan ammonium molibdat dialirkan menuju *glass coil 2* sehingga terbentuk segmen cairan-udara pada *resample* (cuplikan)
- Sebelum cuplikan menuju *glass coil* dengan penukar panas maka dialirkan asam askorbat.
- Intensitas warna biru yang terbentuk dibaca secara otomatis dan berkesinambungan pada panjang gelombang 660 nm.
- Perekam akan menghasilkan grafik secara berurutan, atau dimulai dengan grafik ortofosfat, pirofosfat dan polifosfat.
- Matikan perekam apabila grafik polifosfat sudah sempurna.

Perhitungan

$$\text{Sodium ortofosfat (\%)} = \frac{A_1 \times B_1 \times F_1 \times F_p}{C} \quad (1)$$

$$S \quad p \quad (\%) = \frac{A_2 \times B_2 \times F_2 \times F_p}{C} \quad (2)$$

$$S \quad ti \quad (\%) = \frac{A_3 \times B_3 \times F_3 \times F_p}{C} \quad (3)$$

Keterangan :

A₁ = tinggi grafik ortofosfat (mm)

A₂ = tinggi grafik pirofosfat (mm)

A₃ = tinggi grafik polifosfat (mm)

B₁ = lebar grafik ortofosfat pada setengah tinggi grafik (mm)

B₂ = lebar grafik pirofosfat pada setengah tinggi grafik (mm)

B₃ = lebar grafik polifosfat pada setengah tinggi grafik (mm)

F₁ = faktor ortofosfat (4,584)

F₂ = faktor ortofosfat (4,293)

F₃ = faktor ortofosfat (3,959)

F_p = faktor pengali

$$C \text{ (m}^2\text{)} = (A_1 \times B_1 \times F_1) + (A_2 \times B_2 \times F_2) + (A_3 \times B_3 \times F_3)$$

Catatan :

- Faktor pengali (F_p) 100 digunakan apabila grafik ortofosfat dapat dihitung luasnya
- Faktor pengali (F_p) 99,9 digunakan apabila grafik ortofosfat keluar kecil atau sedikit sekali, maka kadar ortofosfat diasumsikan 0,10%

HASIL DAN PEMBAHASAN

Prinsip spektrofotometer Continous Flow

Kadar sodium tripolifosfat dipisahkan dengan menggunakan kolom kromatografi. Contoh dipompa melalui kolom yang berisi resin penukar ion sehingga terjadi pemisahan ion fosfat. Efluen yang keluar kolom dihidrolisis oleh asam sulfat menjadi ion ortofosfat. Dengan

menambahkan ammonium molibdat dari asam askorbat akan membentuk senyawa kompleks fosfomolibdat yang berwarna biru, kemudian dibaca pada spektrofotometer dengan panjang gelombang 660 nm.

Sodium Tripolifosfat

Pengujian Kadar sodium tripolifosfat dilakukan dengan cara kromatografi kolom, yang bertujuan untuk memisahkan tripolifosfat, ortofosfat dan pirofosfat. Setelah dipisahkan, spektrofotometer *Continous Flow* berfungsi untuk membuat komponen polifosfat yang telah dipisahkan oleh kolom menjadi larutan berwarna yang kemudian diukur keterangannya. Tiap komponen dapat dilihat dari *peak* yang dihasilkan.

Setelah melakukan pengujian kadar sodium tripolifosfat, dapat dilihat bahwa dalam melakukan analisa untuk menentukan kadar sodium tripolifosfat, ada beberapa hal yang harus diperhatikan, diantaranya adalah aktivasi resin dowex dan standar sodium *triphosphate pentabasic* sebagai kalibrator alat spektrofotometer *continous flow*.

Aktivasi Resin Dowex

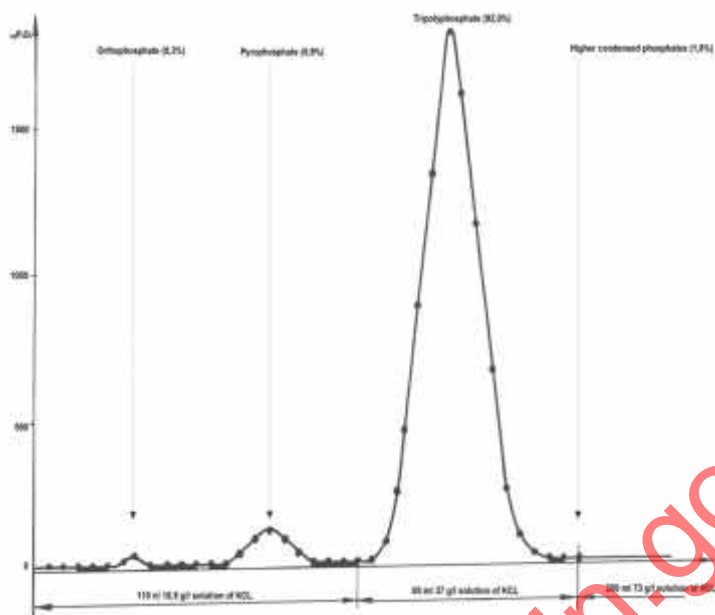
Resin dowex digunakan sebagai fase diam pada kolom yang digunakan untuk memisahkan sodium tripolifosfat, ortofosfat dan pirofosfat. Sebelum digunakan, resin tersebut harus diaktivasi terlebih dahulu. Berdasarkan ISO 3358-1979, resin dowex diaktivasi dengan cara merendamnya dalam 100 mL larutan HCl selama 12 jam. Apabila tidak diaktivasi terlebih dahulu, atau aktivasi tidak dilakukan dengan benar, maka tidak akan diperoleh pemisahan terhadap sodium tripolifosfat yang sempurna. Pemisahan yang tidak sempurna akan terlihat pada *peak* yang kita peroleh. *Peak* pada kromatogram yang diperoleh dapat terlalu lebar atau bahkan tidak muncul sehingga akan sulit untuk menghitung kadar sodium tripolifosfat yang diuji.

Pada penentuan kadar sodium tripolifosfat, selain dari kadar sodium tripolifosfat itu sendiri, diperlukan juga data sodium ortofosfat dan sodium pirofosfat. Data tersebut diperlukan karena kadar sodium tripolifosfat didapat dari perbandingan antara sodium tripolifosfat, sodium ortofosfat dan sodium pirofosfat. Kolom akan memisahkan ketiga fosfat tersebut.

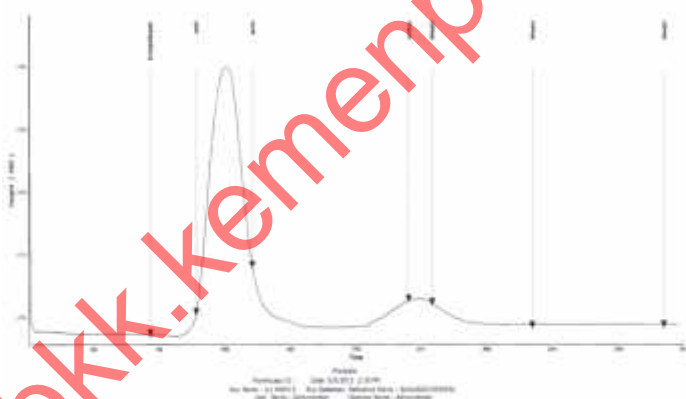
Terlepas dari resin, konsentrasi NaCl yang digunakan juga harus diperhatikan. Konsentrasi NaCl yang terlalu pekat dapat menyebabkan kromatogram pirofosfat dan tripolifosfat yang dihasilkan terlalu dekat,

sedangkan apabila konsentrasi NaCl terlalu encer, dapat menyebabkan kromatogram

pirofosfat dan tripolifosfat yang dihasilkan melebar.



Gambar 4. Pemisahan Sodium Tripolifosfat, Pirofosfat, Ortofosfat dengan melakukan aktivasi resin terlebih dahulu



Gambar 5. Pemisahan Sodium Tripolifosfat, Pirofosfat, Ortofosfat tanpa melakukan aktivasi resin terlebih dahulu

Standar sodium triphosphate pentabasic sebagai kalibrator alat spektrofotometer continous flow.

Pada pengujian kadar sodium tripolifosfat ini, kita dapat menggunakan Sodium *triphosphate pentabasic* sebagai kalibrator alat spektrofotometer *Continous Flow*. Pada saat pengujian, digunakan standar sodium *triphosphate pentabasic* dari Sigma-Aldrich dengan nomor *batch* BCBNO767V sebagai kalibrator, dimana standar ini memiliki kemurnian sebesar 99,7%. Sebelum dianalisa, standar ini terlebih dahulu harus dipanaskan pada suhu 550

°C selama 1 jam. STPP bila disimpan akan terdekomposisi menjadi tetra-sodium pirofosfat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) dan disodium hidrogen fosfat (Na_2HPO_4). Sehingga pemanasan yang dilakukan bertujuan agar tetra-sodium pirofosfat ($\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$) dan disodium hidrogen fosfat (Na_2HPO_4) mengalami proses polimerisasi menjadi sodium tripolifosfat. Diharapkan setelah reaksi polimerisasi sempurna maka kadar sodium tripolifosfat pada standar sodium *triphosphate pentabasic* yang diperoleh 98%.

Teori di atas dapat dibuktikan dengan pengujian kadar sodium tripolifosfat pada

sodium *triphosfat pentabasic* yang dilakukan dengan dua acara, yaitu dengan pemanasan dan tanpa pemanasan. Adapun hasil yang diperoleh adalah sebagai berikut:

Tabel 1. Hasil Analisa Kadar Sodium Tripolifosfat Pada Sodium *Triphosphate Pentabasic* Tanpa Pemanasan

| Ulang-an | Kadar sodium tripolifosfat (% b/b) | CoA Kadar sodium tripolifosfat (% b/b) | Akurasi (%) |
|-------------------|------------------------------------|--|-------------|
| 1 | 95,14 | | 95,43 |
| 2 | 95,24 | | 95,53 |
| 3 | 95,08 | | 95,37 |
| 4 | 95,31 | 99,7 | 95,60 |
| 5 | 95,35 | | 95,64 |
| 6 | 95,29 | | 95,58 |
| 7 | 95,35 | | 95,64 |
| Rata-rata Akurasi | | | 95,54 |

Tabel 2. Hasil Analisa Kadar Sodium Tripolifosfat Pada Sodium *Triphosphate Pentabasic* Dengan Pemanasan

| Ulang-an | Kadar sodium tripolifosfat (% b/b) | CoA Kadar sodium tripolifosfat (% b/b) | Akurasi (%) |
|-------------------|------------------------------------|--|-------------|
| 1 | 99,8 | | 100,10 |
| 2 | 99,8 | | 100,10 |
| 3 | 99,11 | | 99,41 |
| 4 | 99,48 | 99,7 | 99,78 |
| 5 | 98,68 | | 98,98 |
| 6 | 98,71 | | 99,01 |
| 7 | 98,52 | | 98,82 |
| Rata-rata Akurasi | | | 99,46 |

Dari data kadar sodium tripolifosfat, dapat dihitung % Akurasi yang diperoleh. % Akurasi diperoleh dengan rumus :

$$A (\%) = \frac{C_u}{C_c} \times 100\%$$

Setelah dihitung, dapat dilihat bahwa akurasi yang diperoleh pada pengujian kadar sodium tripolifosfat tanpa pemanasan sebesar 95,54% dan akurasi yang diperoleh pada pengujian kadar sodium tripolifosfat dengan pemanasan sebesar 99,46%.

Berdasarkan % Akurasi yang diperoleh, terlihat bahwa pemanasan memang harus dilakukan pada standar Sodium *triphosphate pentabasic* yang akan digunakan sebagai kalibrator.

KESIMPULAN

Berdasarkan percobaan yang telah dilakukan, dapat disimpulkan bahwa :

1. Aktivasi resin dowex harus dilakukan agar sodium tripolifosfat, ortofosfat dan pirofosfat dapat terpisah dengan sempurna.
2. Pemanasan harus dilakukan terlebih dahulu pada Sodium *triphosphate pentabasic* sebagai kalibrator pada alat spektrofotometer *Continous Flow* yang akan diuji kadar sodium tripolifosfat nya.

DAFTAR PUSTAKA

- Cowd, M.A. 1991. *Kimia Polimer*. Bandung: Penerbit ITB
- Lestari, D. E. dan S. B. Utomo. 2007. *Karakteristik Kinerja Resin Penukar Ion Pada Sistem Air Bebas Mineral (GCA01) RSG-GAS*. Pusat Reaktor serba Guna BATAN. Banten.
- Musyaffa, R. 2008. Pemantapan Mutu Labkes.
- O'Neil, M.J., Heckelman, P.E., Koch, C.B. dan Roman, K.J., 2006, *The Merck Index: An Encyclopedia of Chemicals, Drugs, and Biologicals*, Fourteen Ed., Merck & Co. Inc., USA.
- Sacher, R. A. dan R. A. McPherson. 2004. *Tinjauan Klinis Hasil Pemeriksaan Laboratorium*. EGC. Jakarta.
- Sukorini, U., D.K. Nugroho, dan M. Rizki. 2010. *Pemantapan Mutu Internal Laboratorium Klinik*. Kanal medika dan Alfamedia Citra. Yogyakarta.
- SNI 2109:2011. *Sodium Tripolifosfat (STPP) Mutu Teknis*.

ANALISIS CEPAT DATABASE PATEN ESP@CENET UNTUK PENELUSURAN BAHAN BAKU POTENSIAL STIGMASTEROL

(A RAPID ANALYSIS POTENTIAL RAW MATERIAL FOR STIGMASTEROL USING ESP@CENET PATENT DATABASE)

Chicha Nuraeni

Balai Besar Kimia dan Kemasan. Kementerian Perindustrian.
Jl. Balai Kimia No.1 Pekayon. Pasar Rebo. Jakarta Timur

E-mail : chicha.nuraeni@kemenperin.go.id

Received: 12 September 2017; Revised: 20 September 2017; Accepted: 16 November 2017

ABSTRAK

Telah dilakukan analisis cepat untuk menelusuri bahan baku yang umum digunakan untuk produksi stigmasterol. Matheo-patent digunakan untuk menganalisis paten karena menggunakan database Esp@cenet yang luas. Dari penelusuran paten, bahan baku yang dapat digunakan untuk produksi stigmasterol antara lain minyak kedelai, distilat deodorizer minyak kedelai, lilin tebu atau limbah industri pulp dan kertas.

Kata kunci : Stigmasterol, analisis paten, Matheo-Patent

ABSTRACT

A rapid analysis has been conducted to trace the commonly used as raw material for stigmasterol production. Matheo-patent is used to analyze patents because it uses the extensive Esp@cenet database. From patent search, the raw materials that can be utilized for the production of stigmasterol include soybean oil, soybean deodorizer distillate, sugar cane or pulp and paper industry mill effluent.

Keywords : Stigmasterol, patent analysis, Matheo-Patent

PENDAHULUAN

Stigmasterol merupakan salah satu bahan baku progesteron, hidrokortison, prednisolon dan metilprednisolon sebagai obat anti-inflamasi (Lengeler, Drews, dan Schlegel 2009). Selain itu, menurut (Kaur *et al.* 2011) stigmasterol dapat diturunkan menjadi obat lainnya seperti cyasteron, fucosterol dan lain sebagainya karena memiliki kemampuan farmakologisnya.

Sterol terdistribusi luas di alam, dapat ditemukan dalam bentuk bebas atau tergabung sebagai ester atau glikosida. Seringkali muncul dalam bentuk senyawa kompleks yang sukar diuraikan (Ikan 2013). Sterol dapat disintesis dari tanaman maupun hewan. Sterol dan turunannya seperti hormon dan vitamin D₂, dapat melakukan beberapa fungsi penting dalam organisme berdasar strukturnya, sehingga produk sterol dapat disintesis dari beraneka sumber. Menurut Ikan (2013) stigmasterol merupakan salah satu jenis sterol yang melimpah dan belum banyak dimanfaatkan.

Menurut (Svensson dan Brinck 2003) stigmasterol banyak terdapat pada minyak kedelai yakni sebanyak 4,5% dari total kandungan sterol. Stigmasterol biasanya diproduksi dari fitosterol campuran kacang kedelai dan kacang *calabar* (O'Neil 2013), namun dalam perkembangannya tidak dapat dipungkiri adanya bahan baku stigmasterol lainnya. Tulisan ini dimaksudkan untuk menelaah bahan baku sintesis sterol yang telah dipatenkan sebagai pertimbangan untuk mendapatkan bahan baku lokal yang potensial sebagai sumber stigmasterol. Analisis cepat diperlukan untuk memberikan gambaran produksi stigmasterol yang ada di dunia dalam waktu singkat namun menghasilkan eksplorasi informasi yang menyeluruh, mengingat tulisan tentang stigmasterol di Indonesia tidak banyak.

BAHAN DAN METODE

Dalam tulisan ini, Esp@cenet digunakan untuk mengumpulkan paten tentang stigmasterol.

Beberapa peneliti telah menggunakan analisis paten dengan database Esp@cenet antara lain Henri Dou dan Bai (2007), Henri Jean Marie Dou (2004) dan Fabry *et al.* (2006). Mereka menggunakan Matheo selain untuk analisis cepat trend penelitian dan pengembangan (litbang) juga untuk mengetahui peluang bisnis dan standard patokan (*benchmark*) dari suatu litbang.

Esp@cenet tidak berbayar dengan basis data paten lebih dari 95 juta paten dari seluruh dunia. Software Matheo-Patent digunakan untuk menganalisis hasil pencarian paten. Proses pencarian data dilakukan pada 13 Juni 2017. Bibliografi dan dokumen paten diunduh dan dianalisis untuk menunjukkan bahan baku produksi stigmasterol.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari pencarian menggunakan Esp@cenet – Matheo dengan kata kunci “stigmasterol” menghasilkan 464 paten dengan rincian terbanyak pemohon paten dari Korea Selatan (30%), kemudian oleh Amerika Serikat, China (20%) dan Jepang (14%).

Dokumen paten mengandung data terstruktur dan tidak terstruktur. Data terstruktur merupakan data bibliografikal yang meliputi komponen-komponen (*fields*): *Title*; *inventors (IN)*, *patent assignees* atau *applicant (PA)*, *International Patent Classification (IPC)*, *patent number (PN)*, *priority number (PR)*. Sedangkan data tidak terstruktur terkandung dalam judul-judul paten atau abstrak dapat dianalisis melalui teknik *text mining* (Suprijadi 2016).

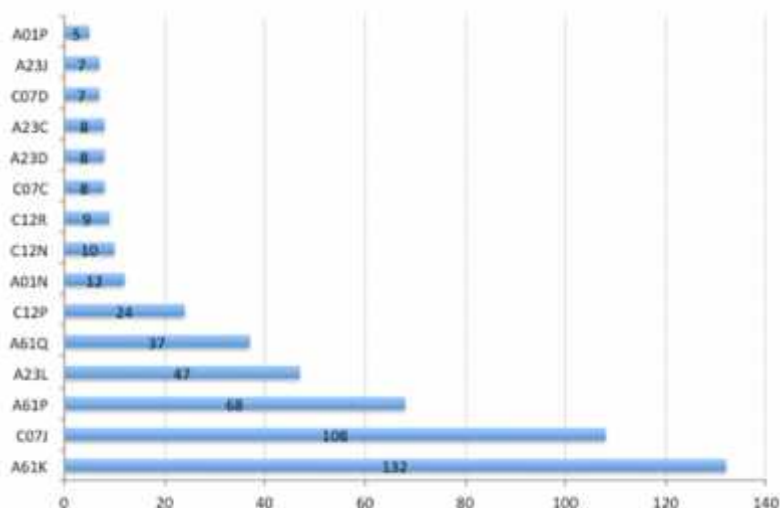
Melalui analisis WIPO secara umum, 278 paten masuk dalam bidang kimia, 7 paten dalam sektor teknik mesin dan 5 paten tentang instrumentasi. Analisis IPC memperlihatkan pengkategorian yang lebih rinci (Gambar 1) yaitu 132 paten masuk dalam grup A61K (*preparations for medical, dental, or toilet purposes*), 108 paten dalam grup C07J (*steroid*), 68 paten grup A61P (*specific therapeutic activity of chemical compounds or medicinal preparations*), 47 paten grup A23L (*foods, foodstuffs, or non-alcoholic beverages*), 37 paten grup A61Q (*specific use of cosmetics or similar toilet preparations*), 24 paten grup C12P (*fermentation or enzyme-using processes to synthesise a desired chemical compound or composition or to separate optical isomers from a racemic mixture*). Deskripsi grup IPC dapat dilihat di halaman WIPO (2017). Dari pengkategorian ini terlihat bahwa aplikasi stigmasterol terbatas untuk obat-obatan, makanan atau suplemen dan kosmetik.

Untuk mendapatkan paten-paten yang menunjukkan bahan baku yang digunakan, digunakan analisis paten Matheo-patent melalui sarana kata kunci judul/ *title keyword*, namun hasil analisis tidak memperlihatkan pembagian yang jelas. Seperti yang terlihat pada analisis paten Gambar 2, muncul kata keterangan “*same*” yang tidak berarti banyak dalam interpretasi paten. Selain itu, dari daftar paten per-grup kata kunci tersebut, paten yang sama dapat muncul beberapa kali di grup yang berbeda. Hal tersebut menyebabkan interpretasi hasil analisis menjadi membingungkan. Untuk mengatasi masalah tersebut, dilakukan pencarian canggih/ *advanced search* terlebih dahulu sebelum dilakukan analisis paten lebih lanjut. Dalam hal ini penulis menggunakan *advanced search* judul sebagai berikut:

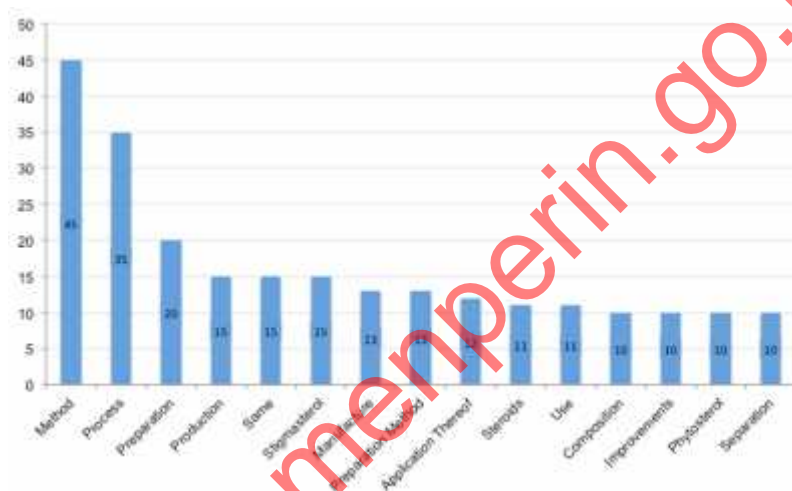
ti: (stigmasterol AND (manufacture OR extracting OR obtaining OR isolation OR separation OR separating OR purifying OR purification OR synthesizing OR enhancement OR recovery)).

Dari hasil analisis dapat diketahui kelompok pemohon paten utama yakni Eastman Kodak Co. (Amerika Serikat), Upjohn Co. (Amerika Serikat), Hunan Kerey Pharmaceutical Co. Ltd (China), Taiyou Efu Dei KK (Jepang), dan Council Scient Ind. Res (India) (Gambar 3 dan Tabel 1). Upjohn Co. (Amerika Serikat) memulai membuat produk sterol di tahun 1947-1948. Progesteron (sebuah hormon steroid) merupakan produk awal mereka, kemudian mereka mengembangkan kortison. Upjohn mematahkan dominasi pasar steroid komersial yang sebelumnya dikuasai oleh Merck yang membuat steroid dari asam empedu (asam steroid dari empedu). Upjohn fokus di pengembangan sterol dari kedelai dan merupakan produsen sterol kedelai di Amerika sampai sekarang (Aoyagi 2016). Upjohn mematenkan produk stigmasterolnya pada tahun 1958 (*recovery* stigmasterol dari campuran stigmasterol-sitosterol (CA568287A)) dan 1962 (Pemisahan stigmasterol-sitosterol (CA634737A/CA634738A)). Tahun 1995, Upjohn bergabung dengan Pharmacia menjadi Pharmacia & Upjohn, kemudian pada tahun 2002 diakuisisi Pfizer menjadi Pharmacia Corp.

Tabel 1 juga memperlihatkan perbedaan fokus bahan baku negara Amerika, India, China yang mana Amerika Serikat fokus menggunakan minyak kedelai, distilat deodorizer minyak kedelai dan limbah pulp, sedangkan India menggunakan lilin gula tebu dan China selain menggunakan fitosterol juga mengembangkan stigmasterol dari limbah kulit jeruk.



Gambar 1. Analisis paten berdasarkan grup IPC

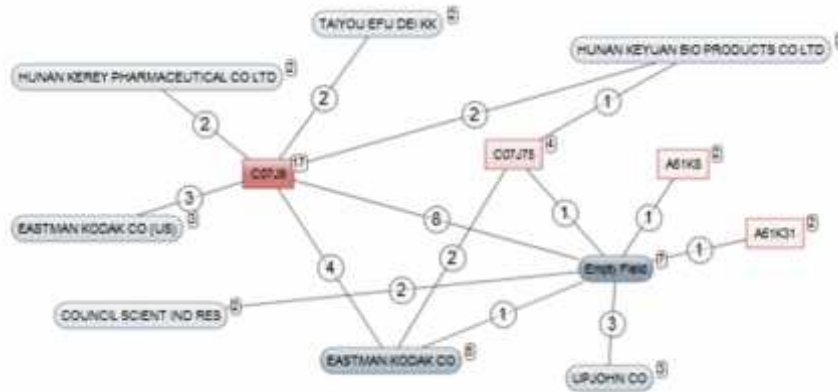


Gambar 2. Analisis paten berdasarkan kata kunci judul

Bahan baku stigmasterol dari hasil penelusuran paten

Dari hasil penelusuran dan pembacaan paten pada Tabel 1, secara garis besar terdapat 2 macam bahan produksi stigmasterol yaitu fitosterol tanaman (minyak kedelai, minyak kalabar, atau kulit jeruk) dan produk samping industri (distilat *deodorizer*, lilin gula tebu atau limbah industri pulp).

Minyak kalabar kurang berpotensi dimanfaatkan sebagai bahan baku stigmasterol di Indonesia karena kacang kalabar memiliki sifat toksik dan belum dibudidayakan di Indonesia (Balandrin, Kinghorn, dan Farnsworth 1993). Sedangkan limbah kulit jeruk, meskipun dapat diperoleh dari industri minuman, ataupun dari pasar, pemilihan kulit jeruk sebagai bahan baku terkendala suplai yang tidak kontinyu dikarenakan panen buah membutuhkan waktu lama yakni 8 bulan dari saat bunga mekar (Sutopo 2011).



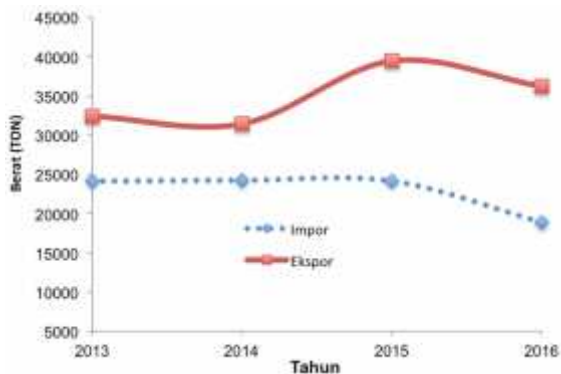
Gambar 3. Kelompok pemohon-inventor paten dalam produksi/isolasi stigmasterol

Tabel 1. Paten-paten hasil penelusuran

| Tahun Publikasi | Nomor | Pemohon | Bahan Baku |
|-----------------|---|--|---|
| 1938 | GB487771A | ICI Ltd (USA) | Minyak kacang kedelai dan minyak kacang kalabar |
| 1950 | US2520143A | Schering Corp (USA) | Minyak kacang kedelai kasar |
| 1957 | GB775835A | Eastman Kodak Co (USA) | Minyak kacang kedelai |
| 1958 | CA568287A | Upjohn Co (USA) | Minyak kacang kedelai |
| 1959 | US2870176A/ CA580333A | Eastman Kodak Co (USA) | Minyak kacang kedelai |
| 1962 | CA634737A/ CA634738A | Upjohn Co (USA) | Minyak kacang kedelai |
| 1977 | JPS5233699A | Tama Seikagaku Kenkyusho KK (Jepang) | Fitosterol |
| 1978 | JPS5343520B2 | Tama Seikagaku Kenkyusho KK (Jepang) | Fitosterol |
| 1980 | EP0016380A1/ JPS55124800A/ US4192811A/ US4222949A | Eastman Kodak Co (USA) | Campuran fitosterol mengandung stigmasterol, sitosterol and campesterol |
| 1981 | JPS5631000A | Eastman Kodak Co (USA) | Minyak kacang kedelai |
| 1982 | JPS5777699A/ JPS5777700A/ CA1127148A | Taiyou Efu Dei KK | Minyak kacang kedelai |
| 1983 | CA1144918A | Eastman Kodak Co (USA) | Campuran sterol kasar |
| 1987 | JPS6221355B2/ JPS6221356B2 | Taiyou Efu Dei KK (Jepang) | Campuran sterol kasar |
| 1987 | IN160748B | Council Scient Ind Res (India) | Lilin tebu |
| 1988 | IN163810B | Council Scient Ind Res (India) | Lilin tebu |
| 1992 | US5117016A | Eastman Kodak Co (USA) | Esterified deodorizer distillate |
| 2002 | CN1374319A | Wuhan Kaidi Fine Chemical Co Ltd (China) | Campuran sterol kasar |
| 2005 | CN1616479A | Xinchang Pharmaceutical Factory Zhejiang Medicine Co Ltd (China) | Fitosterol |
| 2007 | CN1295244C/ CN1295244C | Xinchang Pharmaceutical Factory Zhejiang Medicine Co Ltd (China) | Fitosterol |
| 2014 | CN103570786A/ CN103570787A | Hunan Keyuan Bio Products Co Ltd (China) | Fitosterol |
| 2016 | CN105541687A | Univ Southwest | Kulit jeruk |
| 2016 | US2016326695 | The Ministry Of Environment of Canada | Pulp & paper mill effluent |

Pemilihan minyak kedelai dan distilat *deodorizer* memiliki kelebihan dan kekurangan. Meskipun Indonesia merupakan importir kedelai namun menurut data (UN Comtrade 2017), Indonesia mengalami surplus perdagangan yang mana ekspor minyak kedelai Indonesia rata-rata 34,8 ribu ton per-tahun lebih banyak daripada impor yang hanya 22,8 ribu ton per-tahun

(Gambar 4). Dalam 100 gram minyak kedelai terdapat 61 mg stigmasterol dan 118 mg sitosterol (Careri, Elviri, dan Mangia 2001).



Gambar 4. Impor ekspor minyak kedelai Indonesia (diolah dari UN Comtrade (2017))

Lilin gula tebu diperoleh dari ekstraksi lumpur *press* (atau juga disebut blotong atau *filter cake*) dari pabrik pengolahan tebu, umumnya menggunakan ekstraksi pelarut. Lumpur *press* adalah endapan dari nira kotor pada proses pemurnian nira yang di saring di *rotary vacuum filter*. Fraksi *soft* lilin lumpur *press* mengandung stigmasterol sekitar 20% sampai 30% (Panda 2011). Lumpur *press* bersifat berbau menyengat, amorf dan berwarna coklat tua merupakan produk samping yang didapat setelah pemerasan jus tebu kasar seperti yang terlihat pada Gambar 5, dari 1 ton tebu dihasilkan limbah lumpur *press* sebanyak 36 kg sampai 40 kg (Bhosale, Sonal, dan Raut 2012). Dengan kata lain, untuk pemakaian tebu pada industri gula sebanyak 2,71 juta ton/tahun (Indarti dan Putra 2016) maka tersedia 97,6 ribu ton lumpur *press*. Pemanfaatan lumpur *press* untuk bahan baku obat akan meningkatkan nilai tambah tebu, karena saat ini baru hanya dimanfaatkan sebagai pupuk organik.



Gambar 5. Lumpur *press* dalam pengolahan gula tebu

Bahan baku lainnya untuk stigmasterol dari hasil penelusuran paten adalah lindi hitam (*black liquor*). Lindi hitam merupakan hasil samping pabrik pulp dan biasanya digunakan sebagai bahan bakar cair. Meskipun lindi hitam termasuk bahan berbahaya dan beracun (B3), pemanfaatannya masih diperbolehkan dalam Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 02 Tahun 2008 (Menteri Negara Lingkungan Hidup 2008).

Untuk mengambil bahan kimia dalam lindi hitam, Milestone, MacLatchy, dan Hewitt (2016) menggunakan *solid-phase extraction*, *liquid-liquid extraction* atau *solid-solid extraction*. Namun dalam paten Milestone, MacLatchy, dan Hewitt (2016) tersebut, tidak disebutkan berapa stigmasterol yang dapat di-ekstrak. *Steam stripping* umum digunakan dalam industri untuk mengurangi beban *biochemical oxygen demand (BOD)* dalam laju kondensat, namun belum diketahui kemampuannya namun keefektifannya dalam pengambilan sterol. Disertasi Bossons (2006) memaparkan hasil ekstraksi yang berbeda dari beberapa sumber lindi hitam dalam suatu pabrik dan beberapa pabrik (Tabel 2). Dari Tabel 2 terlihat bahwa lindi hitam *weak black liquor* memiliki kandungan stigmasterol tertinggi.

Tabel 1. Perbandingan kandungan stigmasterol dalam beberapa sumber *pulp and paper mill*

| Sampel | Stigmasterol ($\mu\text{g/L}$) | | | Total Sterol* ($\mu\text{g/L}$) | | |
|-------------------------------------|-------------------------------------|----------|----------|--------------------------------------|----------|----------|
| | Pabrik-1 | Pabrik-2 | Pabrik-3 | Pabrik-1 | Pabrik-2 | Pabrik-3 |
| Final Mill Effluent | Td | Td | Td | 23 | 37 | 25 |
| Alkaline Effluent | Td | Td | Td | 107 | 0 | 15 |
| Mill Effluent to 2° Treatment Plant | 34 | 46 | Td | 725 | 147 | 151 |
| Bleach Plant Effluent | 27 | 23 | 105 | 199 | 205 | 757 |
| Turpentine Decant Underflow | 16 | 335 | 160 | 129 | 4030 | 716 |
| Foul Condensate | Td | 14 | Nd | 101 | 56 | 0 |
| Evaporator Condensate | 21 | 34 | Nd | 167 | 150 | 0 |
| Accumulator Underflow | 18 | Td | Nd | 149 | 16 | 0 |
| Weak Black Liquor | 801 | Td | 549 | 90786 | Td | 780 |
| Waste Activated Sludge | 70 | 158 | 215 | 908 | 2232 | 1398 |

* Campesterol, Stigmasterol & β -Sitosterol β -Sitostanol

KESIMPULAN

Dari penelusuran paten, bahan baku yang dapat digunakan untuk produksi stigmasterol

antara lain minyak kedelai, distilat deodorizer minyak kedelai, lilin tebu atau limbah industri pulp dan kertas.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih untuk Kementerian Perindustrian, khususnya Balai Besar Kimia dan Kemasan (BBKK) bidang Pelatihan, Konsultansi, Inkubasi dan Alih Teknologi (PKAT) yang telah memberikan fasilitas *software* Matheo-Patent dan Dr. Dwinna Rahmi yang telah memberikan bimbingan dalam penulisan karya tulis ilmiah ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Aoyagi, W.S.A. 2016. *History of Modern Soy Protein Ingredients - Isolates, Concentrates, and Textured Soy Protein Products (1911-2016): Extensively Annotated Bibliography and Sourcebook*. Soyinfo Center.
- Balandrin, M.F., A.D. Kinghorn, and N.R. Farnsworth. 1993. "Plant-Derived Natural Products in Drug Discovery and Development." In *Human Medicinal Agents from Plants*, 2-12. American Chemical Society.
- Bhosale, P., G. Sonal, and P. Raut. 2012. "Studies on extraction of sugarcane wax from press mud of sugar factories from Kolhapur district, Maharashtra." *Journal of Environmental Research and Development* 6 (3A).
- Bossons, D.A. 2006. "Source stream identification of phytoestrogens in kraft pulp mill effluents." MR14387 M.Sc., Royal Roads University (Canada).
- Careri, M., L. Elviri, and A. Mangia. 2001. "Liquid chromatography–UV determination and liquid chromatography–atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometric characterization of sitosterol and stigmasterol in soybean oil." *Journal of Chromatography A* 935 (1):249-257. doi: [https://doi.org/10.1016/S0021-9673\(01\)01079-2](https://doi.org/10.1016/S0021-9673(01)01079-2)
- Dou, H., and Y. Bai. 2007. "A rapid analysis of Avian Influenza patents in the Esp@cenet@ database – R&D strategies and country comparisons." *World Patent Information* 29 (1):26-32. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.wpi.2006.07.014>.
- Dou, H.J.M. 2004. "Benchmarking R&D and companies through patent analysis using free databases and special software: a tool to improve innovative thinking." *World Patent Information* 26 (4):297-309. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.wpi.2004.03.001>.
- Fabry, B., H. Ernst, J. Langholz, and M. Köster. 2006. "Patent portfolio analysis as a useful tool for identifying R&D and business opportunities? an empirical application in the nutrition and health industry." *World Patent Information* 28 (3):215-225. doi: <http://dx.doi.org/10.1016/j.wpi.2005.10.004>.
- Ikan, R. 2013. *Natural Products: A Laboratory Guide*: Elsevier Science.
- Indarti, D., and R.K.W. Putra. 2016. *Outlook Tebu*. Jakarta.
- Kaur, N., J. Chaudhary, A. Jain, and L. Kishore. 2011. "Stigmasterol: A comprehensive review." *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research* 2 (9):2259.
- Lengeler, J., G. Drews, and H. Schlegel. 2009. *Biology of the Prokaryotes*: Wiley.
- Menteri Negara Lingkungan Hidup. 2008. Peraturan Menteri Negara Lingkungan Hidup No. 02 Tahun 2008 Tentang Pemanfaatan Limbah Bahan Berbahaya dan Beracun. edited by Kementerian Negara Lingkungan Hidup.
- Milestone, C.B., D.L. MacLatchy, and L.M. Hewitt. 2016. Process for refining chemicals from pulp and paper mill effluent. Google Patents.
- O'Neil, M.J. 2013. *The Merck index: an encyclopedia of chemicals, drugs, and biologicals*: RSC Publishing.
- Panda, H. 2011. *The Complete Book on Sugarcane Processing and By-Products of Molasses (with Analysis of Sugar, Syrup and Molasses)*: Asia Pacific Business Press Inc.
- Suprijadi, J. 2016. "Analisis Paten Dari Basis Data Espacenet."
- Sutopo. 2011. "Panen dan Pascapanen Jeruk." <http://balitjestro.litbang.pertanian.go.id/pane-n-dan-pascapanen-jeruk/>.
- Svensson, M., and J. Brinck. 2003. "Surfactants based on sterols and other alicyclic compounds." *Surfactant science series*:217-240.
- UN Comtrade. 2017. UN Comtrade Database, <http://comtrade.un.org/data/>.
- WIPO. 2017. "World Intellectual Property Organization (WIPO). International Patent Classification." <http://web2.wipo.int/classifications/ipc/ipcpu b?>

SINTESA NANO KARBON CANGKANG KELAPA SAWIT

(SYNTHESIZE OF NANO CARBON FROM OIL PALM SHELL)

Siti Agustina dan Anna Fitriana

Balai Besar Kimia dan Kemasan, Kementerian Perindustrian RI
Jl. Balai Kimia I Pekayon, Pasar Rebo, Jakarta Timur

E-mail: tinaratujaya @yahoo.com

Received: 29 November 2017; revised: 6 Desember 2017; accepted: 18 Desember 2017

ABSTRAK

Cangkang kelapa sawit merupakan hasil samping industri kelapa sawit. Bahan ini dapat digunakan untuk pembuatan nano karbon alami yang bersifat ramah lingkungan. Nano karbon dapat digunakan pada industri elektronik, otomotif, polimer, karet, kosmetik dan baterai. Penelitian ini bertujuan untuk mensintesa nano karbon cangkang kelapa sawit. Metode penelitian yaitu proses karbonisasi pada suhu 450 °C; proses kalsinasi pada suhu 700 °C; proses ultrasonikasi dengan variabel waktu 45 menit, 75 menit dan 105 menit; proses pemisahan dan pengeringan. Hasil penelitian menunjukkan bahwa nano karbon dari cangkang kelapa sawit mempunyai morfologi yang homogen, kandungan karbon semakin kecil seiring dengan makin lama waktu ultrasonikasi, dapat terdispersi dalam larutan organik dan larutan lemak, mempunyai daya serap metilen biru 59,89 m²/gr, dan ukuran partikel pada 105 menit ultrasonikasi sebesar 375 nm. Cangkang kelapa sawit berpotensi untuk menghasilkan nano karbon.

Kata kunci : nano karbon, cangkang kelapa sawit, ultrasonikasi

ABSTRACT

Oil Palm Shell (OPS) are a by-product of the palm oil industry. This material can be used for manufacturing natural nano carbon, which is environmental friendly. It can be used in several industries such as electronics, automotive, polymer, rubber, cosmetics and batteries. This study aims is to synthesize nano carbon from oil palm shell. The methods procces were carbonization process at 450 °C; calcination process at 700 °C; ultrasonication process with variable time on 45 minutes, 75 minutes and 105 minutes; separation, and drying process. The results showed that nano carbon from oil palm shell had a homogeneous morphology; the carbon content became smaller along with the longer ultrasonication time; nano carbon can be dispersed in organic solution and fat solution; having methylene blue absorption of 59.89 m²/g; and the particle size at 105 minute ultrasonication was 375 nm. Oil palm shells have potential to produce nano carbon.

Key words: nano carbon, oil palm shells, ultrasonication

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara penghasil kelapa sawit yang terbesar di dunia. Selain menghasilkan *Crude Palm Oil* (CPO) dan *Palm Kernel Oil* (PKO), industri kelapa sawit juga menghasilkan hasil samping berupa cangkang, tandan kosong dan pelepah kelapa sawit. Industri kelapa sawit memanfaatkan hasil samping tersebut, diantaranya cangkang kelapa sawit untuk bahan bakar, tandan kosong kelapa sawit digunakan sebagai pupuk organik dan pelepah kelapa sawit digunakan untuk penyanggah lahan kelapa sawit. Dengan

meningkatnya kesadaran masyarakat akan penggunaan bahan alami dan produk ramah lingkungan, maka cangkang kelapa sawit dapat digunakan sebagai sumber karbon alami. Karbon dapat digunakan untuk memenuhi kebutuhan industri, yaitu sebagai bahan pengisi dan bahan pewarna untuk industri kosmetik, karet, polimer, otomotif, baterai dan elektronik.

Perkembangan teknologi yang pesat, merupakan suatu solusi untuk membuat inovasi-inovasi baru, terutama untuk inovasi material sehingga akan dapat menghasilkan material

maju, contohnya nano material. Nano material adalah bahan yang mempunyai partikel berukuran nano. Menurut Abdullah *et al.* (2008) nanopartikel mempunyai luas permukaan dan volume lebih besar serta lebih reaktif dibandingkan dengan partikel sejenis. Pada proses sintesa nanopartikel dapat dilakukan secara proses fisika, menggunakan *high energy mill* dan proses sonokimia menggunakan ultrasonikator. Proses sonokimia merupakan proses dengan menggunakan energi *ultrasonik*. Secara umum frekuensi ultrasonik berada pada rentang 20 kHz – 10 MHz dan terbagi menjadi 3 bagian, yaitu ultrasonik frekuensi rendah (20 kHz - 100 kHz), ultrasonik frekuensi sedang (100 kHz – 2 MHz) dan ultrasonik frekuensi tinggi (2 MHz – 10 MHz). Frekuensi yang digunakan pada proses sonokimia adalah frekuensi 20 kHz – 2 MHz (Theodore 2006).

Nano material dapat digunakan dalam pembuatan komposit. Material komposit merupakan material yang terdiri dari penggabungan dua bahan atau lebih, terdiri dari matrik, penguat, dan bahan pengisi yang akan menghasilkan karakteristik material baru berbeda dengan material pembentuknya (Agustina, Andrianti, and Widiyanto 2010). Nano partikel dapat digunakan sebagai bahan pengisi pada material komposit (Nikmatin 2012; Schmid 2004). Penggunaan nano karbon dapat diaplikasikan pada material komposit sebagai bahan pengisi atau pewarna, karena struktur nano karbon dapat berikatan sempurna dengan bahan polimer, sehingga meningkatkan kekuatan fungsi komposit (Reithmer *et al.* 2009). Kelebihan penggunaan komposit adalah karakteristik komposit dapat dirancang sesuai dengan yang diharapkan (Rizkyta and Ardhyananta 2013).

Penelitian tentang nano karbon yang telah dilakukan, diantaranya adalah Wati (2015) yaitu pembuatan nano karbon aktif dari tempurung kelapa dengan metode pirolisis dan menggunakan larutan NaOH, dengan luas pori 3,08 nm - 3,80 nm dan luas permukaan 414 m²/gr. Penelitian oleh Nugraha *et al.* (2014) yaitu pembuatan nano karbon dari tongkol jagung yang dikarbonisasi dan dihaluskan dengan *hammer mil*, kemudian disentering pada suhu 800 °C – 1000 °C. Nano karbon yang dihasilkan memiliki kualitas kristal yang baik dan dapat digunakan untuk industri otomotif dan industri elektronik. Penelitian oleh Pari *et al.* (2013) yaitu pembuatan nano karbon dari berbagai macam bahan baku lignoselulosa, berupa kayu dan bambu yang dikarbonisasi pada suhu 400 °C – 500 °C dengan *kiln drum*. Selanjutnya, dipanaskan pada suhu 800 °C selama 60 menit

dengan penambahan logam Zn, Ni dan Cu sebagai aktivator dan dihaluskan dengan HEM selama 48 jam, lalu di-sentering pada 1300 °C. Hasil yang terbaik adalah karbon dari bahan baku kayu jati pada suhu 800 °C yang menghasilkan nano karbon untuk biosensor dan bioelektroda. Penelitian oleh Dunarto *et al.* (2010) menggunakan sekam padi dengan proses pirolisis dan diaktivasi dengan KOH, pada suhu 600 °C selama 75 menit, menghasilkan *Nano Structured semi super Microporous Carbon* (NSMC). NSMC yang dihasilkan memiliki luas permukaan 8,91 m²/gr, dan pori yang belum terbentuk sempurna. NSMC dapat digunakan untuk media penyimpanan bahan bakar gas. Nano karbon dapat juga diaplikasikan untuk penyisihan *Chemical Oxygen Demand* (COD) pada limbah cair industri kelapa sawit. Karbon dipanaskan dan diaktivasi pada suhu 700 °C. Hasil penelitian menunjukkan penggunaan nano karbon menghasilkan penyisihan COD lebih baik dibanding dengan karbon berukuran mikro (Munandar, Muhammad, and Mulyati 2016).

Tujuan penelitian ini adalah sintesa nano karbon cangkang kelapa sawit. Diharapkan dari penelitian ini dapat memanfaatkan cangkang kelapa sawit sebagai nano karbon, yang berfungsi sebagai bahan pengisi.

BAHAN DAN METODE

Bahan Penelitian

Bahan penelitian ini adalah: Cangkang kelapa sawit (dari perkebunan kelapa sawit PTP IV Lampung), asam nitrat [Merck], aquades, dan metilene biru [Merck].

Alat Penelitian

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah: oven [Memmert], pemanas tanur, kasa penyaring, sonikator, kertas saring [Whatman], peralatan gelas, *crusser*, dan *ball mill*.

Metode Penelitian

Proses pembuatan nano karbon dari cangkang kelapa sawit. Cangkang kelapa sawit dibersihkan dari serat, dikeringkan dalam oven selama 6 jam pada suhu 105 °C. Larutan asam nitrat 0,5% disemprotkan sampai merata dan didiamkan selama 12 jam. Cangkang dibakar pada suhu 450 °C. Ukuran partikel karbon dikecilkan sampai 200 mesh. Selanjutnya, karbon sebanyak 10 gram ditambahkan dalam aquades 200 ml, kemudian diproses ultrasonikasi dengan variable waktu 45 menit, 75 menit dan 105 menit. Disaring dan dikeringkan

pada suhu 105 °C, selanjutnya dipanaskan pada suhu 700 °C dan didinginkan.

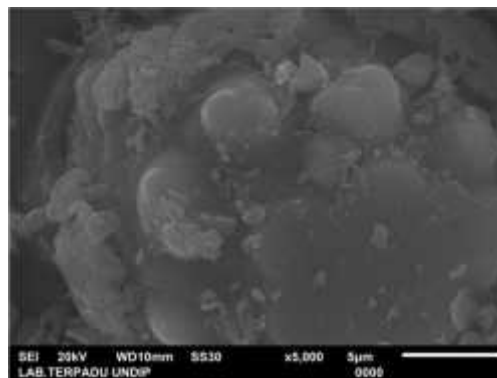
Analisa karakteristik nano karbon terdiri dari morfologi menggunakan *Scanning Electron Microscope* (SEM), kandungan senyawa menggunakan *Electron Dispersive Spectroscopy* (EDS), ukuran partikel menggunakan *Partikel Size Analyzer* (PSA), Daya serap metilen biru, kelarutan dalam etanol dan lemak.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Cangkang kelapa sawit merupakan hasil samping industri kelapa sawit yang selama ini digunakan sebagai bahan bakar di industri kelapa sawit. Potensi cangkang kelapa sawit cukup besar untuk dapat dimanfaatkan sebagai bahan baku pembuatan nano karbon. Pada tahapan proses pembuatan karbon, sebelum proses karbonisasi pada suhu 450 °C, dilakukan penyemprotan dengan asam nitrat 0,5% yang bertujuan untuk memperlunak permukaan dari cangkang kelapa sawit, sehingga akan mempercepat proses pembentukan karbon. Pada proses karbonisasi cangkang kelapa sawit menjadi karbon akan menghasilkan rendemen sebanyak 40,9%. Selanjutnya dilakukan tahapan proses pembentukan nano karbon. Pada tahapan ini menggunakan variabel waktu ultrasonikasi, yaitu 45 menit, 75 menit dan 105 menit, dengan tujuan untuk mendapatkan waktu ultrasonikasi terbaik dalam pembentukan nano karbon. Proses ultrasonikasi merupakan proses pengecilan ukuran yang dikarenakan adanya gerakan *brown*, selanjutnya dipanaskan pada suhu 700 °C, hal ini bertujuan untuk mendapatkan nano karbon yang mempunyai kekerasan yang stabil.

Morfologi nano karbon

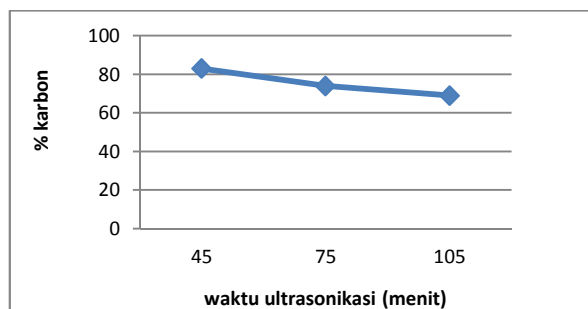
Pada analisa morfologi ini menggunakan SEM, seperti terlihat pada Gambar 1. Pada gambar tersebut menunjukkan morfologi permukaan nano karbon lebih homogen dan strukturnya merata. Pori karbon tidak terbuka dan merupakan permukaan yang tertutup dan rata. Hal tersebut menunjukkan nano karbon cangkang kelapa sawit merupakan karbon hitam yang dapat berfungsi sebagai bahan aditif.



Gambar 1. Morfologi permukaan nano karbon

Kandungan senyawa nano karbon

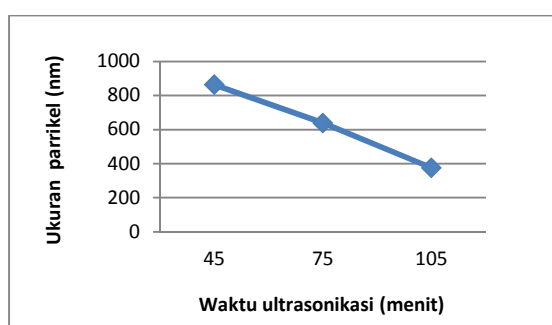
Nano karbon setelah dianalisa dengan EDS, menunjukkan bahwa karbon yang terbentuk juga mengandung senyawa-senyawa lain. Hal tersebut disebabkan adanya proses karbonisasi pada suhu 450 °C, dimana terjadi pembentukan karbon dan senyawa yang mudah terurai, diantaranya adalah CO₂, H₂O dan bahan lain yang mudah menguap. Pada proses kalsinasi suhu 700 °C, maka terjadi proses oksidasi, sehingga akan terbentuk senyawa oksida pada unsur-unsur yang terdapat di dalam nano karbon. Kandungan karbon dapat dilihat pada Gambar 2. Pada Gambar 2 menunjukkan bahwa makin lama waktu ultrasonikasi, maka karbon yang dihasilkan akan semakin kecil. Hal tersebut dikarenakan makin lama waktu ultrasonikasi, akan menghasilkan tumbukan partikel karbon sehingga menghasilkan panas. Proses ultrasonikasi merupakan proses eksotermis atau proses yang menghasilkan panas (Cao 2006). Setelah proses ultrasonikasi maka dilanjutkan proses kalsinasi pada 700 °C. Hal ini menyebabkan senyawa karbon terlepas dari matriks nano karbon, dimana senyawa karbon amorf akan menjadi senyawa karbon dalam bentuk kristal, sehingga kandungan karbonnya semakin kecil. Suhu proses kalsinasi akan mempengaruhi struktur karbon (Poole and Owens 2003).



Gambar 2. Kandungan karbon dan waktu ultrasonikasi

Ukuran partikel nano karbon

Pada proses ultrasonikasi ini menggunakan variabel waktu sonikasi yaitu 45 menit, 75 menit dan 105 menit. Pada proses ultrasonikasi 45 menit menunjukkan tidak terjadi panas akibat tumbukan daya ultrasonik. Pada waktu proses ultrasonikasi 75 menit mulai terjadi panas, karena adanya tumbukan pada senyawa karbon, sama juga pada 105 menit. Data hasil proses ultrasonikasi dapat dilihat pada Gambar 3. Berdasarkan hasil data menunjukkan makin lama proses ultrasonikasi, akan menghasilkan ukuran partikel semakin kecil. Pada proses ultrasonikasi dengan lama waktu 105 menit menghasilkan ukuran partikel terkecil sebesar 375 nm.



Gambar 3. Ukuran partikel dan proses ultrasonikasi

Kelarutan nano karbon

Analisa kelarutan nano karbon dilakukan dengan dua media yaitu larutan organik dan lemak. Larutan organik, merupakan salah satu karakteristik yang harus dimiliki oleh suatu material, yang berfungsi sebagai bahan pengisi atau bahan pewarna. Berdasarkan hasil analisa menunjukkan bahwa nano karbon yang mempunyai waktu sonikasi sebesar 105 menit lebih banyak terdispersi dalam larutan etanol, dibandingkan dengan nano karbon yang mempunyai waktu sonikasi 75 menit dan 45 menit. Data ini menunjukkan bahwa makin lama waktu sonikasi akan menghasilkan ukuran partikel makin kecil, sehingga makin kecil ukuran partikel akan menghasilkan makin banyak nano karbon yang terdispersi di dalam larutan etanol.

Hasil analisa menunjukkan bahwa nano karbon dapat digunakan sebagai bahan pengisi. Adanya nano karbon dari cangkang kelapa sawit, merupakan alternatif bahan pengisi yang bersifat alami (*natural*). Pada saat ini karbon sebagai bahan pengisi berasal dari petrokimia atau bahan sintesis. Keuntungan menggunakan karbon yang bersifat alami adalah ramah lingkungan, berkelanjutan dan tidak karsinogen. Nano karbon dari cangkang kelapa sawit dapat digunakan sebagai bahan pengisi alami, terutama untuk bahan mainan anak-anak.

Pada analisa ini nano karbon dilarutkan di dalam minyak kelapa sawit. Berdasarkan hasil analisa menunjukkan bahwa nano karbon yang mempunyai waktu sonikasi 105 menit menghasilkan hasil emulsi yang lebih baik, dibandingkan dengan nano karbon yang mempunyai waktu sonikasi 45 menit dan 75 menit. Data ini menunjukkan bahwa makin lama waktu sonikasi, maka akan menghasilkan ukuran partikel makin kecil, makin kecil ukuran partikel akan menghasilkan makin banyak nano karbon yang teremulsi dan teksturnya makin baik. Hal ini menunjukkan bahwa nano karbon kelapa sawit dapat digunakan sebagai bahan pengisi pada industri kosmetik.

Daya serap metilen biru.

Struktur karbon pada umumnya mempunyai pori-pori. Pada karbon aktif, pori-pori tersebut dibuka dengan menggunakan proses aktivasi, sehingga pori-porinya akan terbuka dan mempunyai daya serap yang besar. Pada nano karbon mempunyai pori-pori, tetapi pori-porinya tidak dibuka atau tidak ada proses aktivasi. Berdasarkan hasil analisa menunjukkan, bahwa nano karbon dengan waktu sonikasi 105 menit mempunyai daya serap metilen biru lebih tinggi sedikit dibanding dengan nano karbon yang mempunyai waktu sonikasi 75 menit dan 45 menit. Sehingga menghasilkan luas permukaan yang tidak berbeda secara signifikan. Data ini menunjukkan bahwa waktu ultrasonikasi akan menghasilkan ukuran partikel makin kecil, tetapi tidak mempengaruhi daya serap metilen biru. Hal tersebut karena faktor yang berperan dalam penyerapan metilen biru adalah ukuran pori karbon, bukan ukuran partikel karbon. Luas permukaan berdasarkan daya serap metilen merupakan luas permukaan pori karbon, sedangkan luas permukaan berdasarkan ukuran partikel adalah luas permukaan karbon. Luas permukaan pori karbon pada waktu sonikasi 45 menit sebesar 59,60 m²/gr, waktu sonikasi 75 menit sebesar 59,66 m²/gr dan 105 menit sebesar 59,89 m²/gr. Daya serap metilen biru pada nano karbon lebih kecil dari daya serap karbon aktif. Sesuai dengan fungsinya nano karbon digunakan sebagai bahan pengisi, sedangkan karbon aktif sebagai penyerap.

KESIMPULAN

Cangkang kelapa sawit potensial digunakan sebagai bahan baku untuk pembuatan nano karbon alami. Metoda yang digunakan dalam pengecilan partikel adalah metoda ultrasonikasi dengan waktu optimum 105 menit, dengan ukuran partikel 375 nm.

Nano karbon cangkang kelapa sawit dapat digunakan sebagai bahan pengisi pada komposit.

DAFTAR PUSTAKA

- Abdullah, M., Y. Virgus, Nirrim, and Khairurijal. 2008. "Review: Sintesis Nanomaterial." *Jurnal Nanosains Dan Nanoteknologi* 1 (2): 35–57.
- Agustina, S., S. Andrianti, and T. Widiyanto. 2010. "Pemanfaatan Limbah Kelapa Sawit Sebagai Komposit Untuk Mebel." In *Proceeding Seminar Nasional Teknik Kimia. Universitas Parahyangan*. Bandung.
- Cao, G. 2006. *Nanostructures & Nanomaterials: Synthesis, Properties & Application*. London: Imperial College Press.
- Dunarto, Y. C., A. Nur, D. P. Setiawan, and N. D. Kuncoro. 2010. "Pengaruh Waktu Operasi Terhadap Karakteristik Char Hasil Pirolisis Sekam Padi Sebagai Bahan Pembuatan Nano Structured Semi Super Microporous Carbon." In *Prosiding Seminar Nasional Teknik Kimia "kejuangan". Pengembangan Teknologi Kimia Untuk Pengolahan Sumber Daya Alam Indonesia*. Yogyakarta.
- Munandar, A., S. Muhammad, and S. Mulyati. 2016. "Penyisihan COD Dari Limbah Cair Pabrik Minyak Kelapa Sawit Menggunakan Nano Karbon Aktif." *Jurnal Rekayasa Kimia Dan Lingkungan*. 11 (1).
- Nikmatin, Siti. 2012. "Biokomposit Filler Nanopartikel Serat Kulit Rotan Sebagai Material Pengganti Komposit Sintetis Fiber Glass Pada Komponen Kendaraan Bermotor." IPB (Bogor Agricultural University). <http://repository.ipb.ac.id/handle/123456789/55725>.
- Nugraha, A. Z., A. Mulyawan, D. W. Arjuna, and R. Habiburahman. 2014. "Pemanfaatan Limbah Sampah Organik Pasar Untuk Pembuatan Nano Karbon Sebagai Material Serbaguna." Bogor Agricultural University, Institut Pertanian Bogor. <http://repository.ipb.ac.id/handle/123456789/74310>.
- Pari, G., A. Santoso, D. Hendra, B. Buchari, A. Maddu, M. Rachmat, Muji Harsini, Teddi Heryanto, and Saptadi Darmawan. 2013. "KARAKTERISASI STRUKTUR NANO KARBON DARI LIGNOSELLULOSA." *Jurnal Penelitian Hasil Hutan* 31 (1): 75–91. doi:10.20886/jphh.2013.31.1.75-91.
- Poole, C. P., and F. J. Owens. 2003. *Introduction to Nanotechnology*. J. Wiley.
- Reithmer, J. P., P. Petkov, W. Kulisch, and C. Popov. 2009. *Nanostructured Materials for Advanced Technological Applications*. 1sted. Netherlands: Springer Netherlands. doi:10.1007/978-1-4020-9916-8.
- Rizkyta, A. G., and H. Ardhyanta. 2013. *Jurnal Teknik ITS: Publikasi Online Mahasiswa ITS. Jurnal Teknik ITS*. Vol. 2. Lembaga Penjaminan Mutu, Pengelolaan dan Perlindungan Kekayaan Intelektual (LPMP2KI) ITS. <http://ejournal.its.ac.id/index.php/teknik/article/view/2226>.
- Schmid, G. 2004. *Nanoparticles: From Theory to Application*. Wiley-VCH.
- Theodore, L. 2006. *Nanotechnology: Basic Calculations for Engineers and Scientists*. Wiley-Interscience.
- Wati, G. A. 2015. "KAPASITANSI ELEKTRODA SUPERKAPASITOR DARI TEMPURUNG KELAPA." *Inovasi Fisika Indonesia* 4 (1). <http://jurnalmahasiswa.unesa.ac.id/index.php/inovasi-fisika-indonesia/article/view/10904>.

KESTABILAN ZAT WARNA ALAM SECANG TERHADAP PERUBAHAN PH DENGAN KOPIGMENTASI MENGGUNAKAN EKSTRAK TEH HIJAU

(STABILIZATION OF CAESALPINIA SAPPAN L NATURAL COLOUR AGAINST ACIDITY CHANGES WITH COPIGMENTATION USING GREEN TEA EXTRACT)

Agustina Arianita Cahyaningtyas dan Retno Yunilawati

Balai Besar Kimia dan Kemasan, Kementerian Perindustrian RI
Jl. Balai Kimia I Pekayon, Pasar Rebo, Jakarta Timur

E-mail : agustinaarianita@gmail.com

Received: 5 Desember 2017; revised: 13 Desember 2017; accepted: 18 Desember 2017

ABSTRAK

Kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) merupakan salah satu tanaman yang dapat digunakan sebagai pewarna alami atau zat warna alam. Kayu secang mengandung pigmen brazilin yang jika teroksidasi akan berubah menjadi brazilein yang berwarna merah. Salah satu kekurangan zat warna alam adalah warnanya tidak stabil. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kestabilan zat warna alam secang terhadap perubahan pH dengan kopigmentasi menggunakan ekstrak polifenol teh hijau. Kopigmentasi dilakukan dengan menambahkan ekstrak polifenol teh hijau ke dalam zat warna alam secang dengan perbandingan antara zat warna secang dan ekstrak polifenol teh hijau sebesar 1:0; 1:1; 1:2; 1:3; 2:1; dan 3:1. Proses kopigmentasi terjadi pada perbandingan 3:1 yang ditandai oleh adanya efek hiperkromik (peningkatan intensitas) sebesar 0,032. Kopigmentasi dengan polifenol teh hijau ini dapat meningkatkan kestabilan zat warna alam secang pada larutan basa (pH 8 - pH 12).

Kata kunci : Kayu secang, Zat warna alam, Kopigmentasi, Ekstrak teh hijau

ABSTRACT

Caesalpinia sappan L. is one of the plants that can be used as natural dyes or natural colours. *Caesalpinia sappan* L. wood contains brazilin pigment which if oxidized will turn into a red brazilein. One of the weakness natural pigments is its unstable colour. The purpose of this research is to know the stability of *Caesalpinia sappan* L. natural colour against acidity change with copigmentation using green tea polyphenol extract. Copigmentation is done by adding green tea polyphenol extract into *Caesalpinia sappan* L. natural colour by comparison between *Caesalpinia sappan* L. natural colour and green tea polyphenol extract are 1:0; 1:1; 1:2; 1:3; 2:1; dan 3:1. The copigmentation process occurs in a 3:1 ratio characterized by a hyperchromic effect (intensity alert) of 0.032. Copigmentation with this green tea polyphenol extract can increase the stability of *Caesalpinia sappan* L. natural colour in alkaline solution (pH 8 - pH 12).

Key words : *Caesalpinia sappan* L. wood, Natural colour, Copigmentation, Green tea extract

PENDAHULUAN

Pada umumnya zat warna ditambahkan pada produk dengan tujuan untuk memberi warna pada produk yang tidak berwarna, mengembalikan warna asli produk yang hilang pada saat proses, dan mempertajam warna. Zat warna berdasarkan sumbernya terdiri dari zat warna alam dan sintetis. Zat warna alam berasal dari tumbuhan atau binatang melalui proses ekstraksi, namun memiliki kelemahan stabilitas

yang rendah. Zat warna alam dapat diperoleh dari bagian daun, bunga, dan buah pada tanaman serta dari darah dan jaringan otot pada binatang. Zat warna sintetis diperoleh melalui proses secara kimia dan memiliki stabilitas yang tinggi jika dibandingkan dengan zat warna alam. Akan tetapi penggunaan zat warna sintetis berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan manusia. Penggunaan zat warna alam mulai

mengalami peningkatan seiring dengan kesadaran masyarakat akan bahaya penggunaan zat warna sintetis (Turak, Pisarska, and Krolczyk 2016).

Salah satu tanaman yang dapat digunakan sebagai zat warna alam adalah kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.). Tanaman secang termasuk famili *Leguminoceae* yang merupakan tumbuhan perdu dan berduri banyak (Holinesi 2009). Kandungan dalam kayu secang berupa tanin, pigmen, asam tanat, brazilin, resin, resorsin, sappanin, dan asam galat (Fardhyanti and Riski 2015). Warna merah yang dihasilkan kayu secang merupakan hasil oksidasi dari brazilin yang disebut brazilein dan dapat larut dalam air. Perubahan warna brazilin dari kuning menjadi brazilein kemerahan disebabkan karena adanya peningkatan delokalisasi elektron karena adanya gugus karbonil (Mulyanto 2016). Brazilin pada kayu secang mempunyai daya antioksidan yang handal dengan indeks antioksidatif yang lebih tinggi daripada antioksidan komersial, sehingga dapat digunakan sebagai agen penangkal radikal bebas (Farhana, Maulana, and Kodir 2015). Zat warna merah kayu secang bisa digunakan sebagai pewarna alami makanan dan minuman (Lioe, Adawiyah, and Aggraeni 2012), pewarna kain (Fardhyanti and Riski 2015), ekstrak kayu secang dengan etanol atau metanol dapat digunakan sebagai antiinflamasi, antioksidan, dan antimikrobal (Lioe, Adawiyah, and Aggraeni 2012). Zat warna alam dari kayu secang memiliki kelebihan tidak berbau dan tidak berasa sehingga dapat digunakan sebagai pewarna tanpa mengubah karakteristik dari produk yang diberi pewarna dari kayu secang dan warna merah stabil pada suhu tinggi meskipun dipanaskan menggunakan air panas (Rina *et al.* 2017).

Zat warna alami memiliki kestabilan yang rendah dibandingkan dengan zat warna sintetis. Beberapa faktor yang berpengaruh terhadap stabilitas pigmen brazilein antara lain kondisi pH, suhu, pemanasan, sinar ultraviolet, oksidator dan reduktor, serta metal yang dapat mengakibatkan terjadinya degradasi pigmen brazilein. pH atau kondisi keasaman larutan sangat berpengaruh terhadap stabilitas warna pigmen brazilein. Brazilein berwarna kuning pada pH 2 sampai dengan pH 5 (pH rendah), berwarna merah pada pH 6 sampai dengan pH 7 (pH netral), dan berwarna merah keunguan dengan semakin meningkatnya pH (Kurniati, Prasetya, and Winarni 2012).

Ketidakstabilan zat warna alam dapat diatasi dengan kopigmentasi. Kopigmentasi adalah fenomena dimana zat warna dan senyawa organik tak berwarna atau ion metal,

membentuk molekul atau asosiasi kompleks. Kopigmentasi menghasilkan peningkatan intensitas warna dan pergeseran panjang gelombang absorbansi maksimum dari pigmen (Sharara 2017; Petrova *et al.* 2016). Kopigmentasi secara umum dapat terjadi melalui interaksi *self association*/asosiasi secara individu, kompleks dengan metal, intramolekuler, dan intermolekuler. Dari keempat interaksi kopigmentasi tersebut, kopigmentasi intramolekuler dan intermolekuler merupakan mekanisme kopigmentasi yang paling penting. (Sharara 2017).

Kopigmentasi dapat juga diartikan sebagai interaksi antara pigmen dan kopigmen. Lebih dari sepuluh ribu senyawa berpotensi menjadi kopigmen. Kopigmen merupakan senyawa tidak berwarna atau agak berwarna, pada umumnya berwarna kekuningan, molekul berwarna yang terdapat secara alami pada sel tanaman antosianin. Secara umum senyawa kopigmen berupa flavonoid, polifenol, asam amino, alkaloid, dan asam organik. Kopigmen dapat memperbaiki koordinasi antara satu pigmen dengan pigmen lainnya sehingga pigmen menjadi kuat dan kestabilan warna terjaga (Sharara 2017, Santoso and Estiasih 2014).

Polifenol merupakan salah satu senyawa yang dapat digunakan sebagai kopigmen. Teh hijau mengandung beberapa grup polifenol termasuk flavonol. Kandungan polifenol pada teh hijau sebesar 10% sampai dengan 15%, sedangkan pada teh hitam 5%. Unsur utama polifenol teh adalah katekin dengan struktur flavan-3-ols dan produk polimerisasinya. Infusi teh hijau mengandung lebih dari 200 mg katekin. Katekin yang terkandung dalam daun teh antara lain katekin galat, epikatekin, epikatekin galat, epigallokatekin, gallokatekin galat, dan epigallokatekin galat. Teh hijau merupakan jenis teh yang mengandung katekin lebih tinggi dibandingkan dengan teh hitam dan teh oolong (Hsiao 2014).

Penelitian mengenai penggunaan kayu secang sebagai zat warna alam telah banyak dilakukan. Amin and Yuliana (2016) melakukan analisis dan uji kestabilan zat warna kayu secang dengan menggunakan spektrofotometer Uv-visible dan inframerah; Mastuti, Kim, and Christanti (2012) melakukan ekstraksi senyawa brazilin dari kayu secang sebagai bahan baku alternatif untuk zat warna alami; Mulyanto (2016) melakukan penelitian tentang pengaruh temperatur ekstraksi dan *heating time* terhadap spektrum absorbansi pada zat warna alam dari kayu secang; Rina *et al.* (2017) melakukan penelitian stabilitas zat warna kayu secang untuk makanan dan minuman di berbagai pH dan suhu.

Safitri (2009) telah melakukan penelitian mempelajari pengaruh kopigmentasi pewarna alami brazilin kayu secang dengan *sinapic acid* terhadap stabilitas warna merah pada minuman, semakin bertambahnya konsentrasi *sinapic acid* yang ditambahkan dapat meningkatkan retensi dan ketajaman warna.

Pada penelitian ini akan dilakukan kopigmentasi zat warna alam dari kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.) dengan menggunakan kopigmen ekstrak polifenol teh hijau. Polifenol adalah senyawa yang secara alami ditemukan dalam tanaman, mengandung banyak gugus fenol yang dapat berfungsi sebagai antioksidan dan merupakan salah satu jenis kopigmen yang dapat digunakan untuk meningkatkan kestabilan zat warna alam. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui kestabilan zat warna alam secang terhadap perubahan pH dengan kopigmentasi menggunakan ekstrak polifenol teh hijau.

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain kayu secang, teh hijau, akuades, kertas saring, dan larutan bufer pH 2 sampai dengan pH 12. Peralatan yang digunakan yaitu neraca digital, termostat, gelas beaker, pH meter, dan spektrofotometer Uv-Vis.

Metode

Ekstraksi Polifenol Teh Hijau

Ekstraksi polifenol dari teh hijau dilakukan dengan metode maserasi menggunakan air pada suhu 80 °C selama 10 menit dengan perbandingan teh hijau dan air (1:2). Ekstrak disaring menggunakan kertas saring dan selanjutnya ditentukan kadar polifenol total menggunakan metode ISO 14502-1.

Ekstraksi Zat Warna Alam Secang

Ekstraksi zat warna alam dilakukan dengan metode maserasi menggunakan air. Kayu secang dihaluskan, ditimbang, direndam dengan air mendidih hingga terendam semua. Lama perendaman 1 jam (Mastuti, Kim, and Christanti 2012). Ekstrak disaring menggunakan kertas saring dan selanjutnya dianalisa menggunakan spektrofotometer Uv-Vis untuk mengetahui panjang gelombang dari zat warna secang yang memiliki absorbansi maksimum.

Pengaruh pH terhadap Perubahan Warna Zat Warna Alam Secang

Zat warna alam secang dimasukkan dalam larutan bufer pada pH 2 sampai pH 12

dengan perbandingan zat warna secang : larutan bufer sebesar 2:1. Perubahan warna yang terjadi diamati. Dari masing-masing larutan bufer tersebut kemudian diambil sekitar 10 mL dan dianalisa menggunakan spektrofotometer Uv-Vis untuk mengetahui panjang gelombang yang menghasilkan absorbansi maksimum.

Penambahan Ekstrak Polifenol Teh Hijau Untuk Mempertahankan Kestabilan Zat Warna Secang Terhadap Perubahan pH

Ekstrak polifenol teh hijau ditambahkan ke dalam zat warna alam secang dengan perbandingan antara zat warna secang dan ekstrak polifenol teh hijau sebesar 1:0; 1:1; 1:2; 1:3; 2:1; dan 3:1. Masing-masing larutan tersebut kemudian diukur pH-nya menggunakan pH meter dan diukur absorbansinya menggunakan spektrofotometer Uv-Vis pada panjang gelombang yang telah ditentukan sebelumnya (panjang gelombang dari zat warna secang yang memiliki absorbansi maksimum). Hasil kopigmentasi yang memberikan absorbansi paling besar selanjutnya diuji kestabilannya terhadap perubahan pH dengan larutan bufer pH 2 sampai dengan 12, diamati perubahan warna yang terjadi dan dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstrak Polifenol Teh Hijau

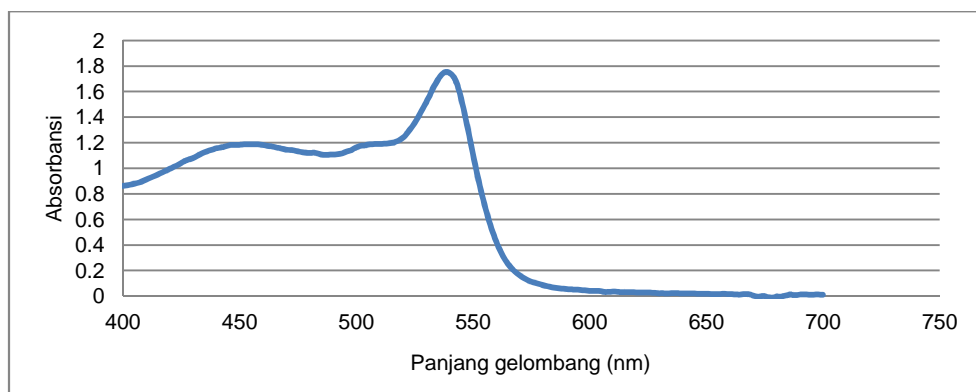
Polifenol merupakan senyawa kimia yang memiliki struktur dasar fenol, secara alami ada di dalam tanaman dan bermanfaat sebagai antioksidan.

Ekstraksi polifenol dari teh hijau dilakukan dengan maserasi menggunakan pelarut air pada suhu 80 °C selama 10 menit. Diharapkan ekstrak polifenol yang berwarna hijau agak kecoklatan. Maserasi dengan waktu lebih dari 10 menit sudah dilakukan terlebih dahulu dan menghasilkan ekstrak yang berwarna lebih gelap. Hal ini dihindari karena untuk aplikasi sebagai kopigmen bisa mengganggu warna yang dihasilkan. Dari analisis kadar polifenol total terhadap ekstrak polifenol teh hijau, didapatkan bahwa ekstrak polifenol teh hijau ini memiliki kandungan polifenol total sebesar 10,002 mg/L ekstrak, dihitung sebagai asam galat.

Ekstraksi Zat Warna Alam Secang

Ekstraksi zat warna alam dari kayu secang dilakukan dengan maserasi menggunakan pelarut air selama 1 jam. Diharapkan zat warna yang berwarna merah. Analisis menggunakan spektrum Uv-Vis menunjukkan bahwa zat warna secang ini

memiliki absorbansi tertinggi pada panjang gelombang 537 nm.



Gambar 1. Spektrum Uv-Vis zat warna secang

Pengaruh pH terhadap Perubahan Zat Warna Secang

Stabilitas warna brazilein pada kayu secang dipengaruhi oleh beberapa faktor antara lain pH, suhu, pemanasan, sinar ultraviolet, oksidator dan reduktor, serta metal. Pengaruh pH terhadap perubahan zat warna secang ditunjukkan pada Gambar 2. Berdasarkan Gambar 2 terlihat bahwa pada larutan bufer pH 2 sampai dengan pH 5 zat warna secang berwarna kuning dan semakin berwarna merah pada pH 6 sampai dengan pH 12. Zat warna secang berwarna merah cerah dan tajam pada pH 7 (pH netral) dan pH 12. Perubahan warna ini sesuai dengan literatur yang menyebutkan bahwa brazilein berwarna kuning pada pH 2 sampai dengan pH 5 (pH rendah), berwarna merah pada pH 6 sampai dengan pH 7 (pH netral), dan berwarna merah keunguan dengan

semakin meningkatnya pH (Kurniati, Prasetya, and Winarni 2012).

Ketidakstabilan perubahan zat warna secang secara terukur dapat ditunjukkan dari spektrum Uv-Vis. Hasil analisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis zat warna alam secang yang dimasukkan dalam larutan bufer dengan pH 2 sampai pH 12 ditunjukkan pada Tabel 1. Berdasarkan data pada Tabel 1, nilai panjang gelombang maksimum tetap yaitu 537 nm yang terjadi pada zat warna secang yang dimasukkan dalam larutan bufer dengan pH 6 dan hanya bergeser sedikit (1 nm) pada larutan bufer pH 7. Hal ini menunjukkan bahwa zat warna alam secang stabil pada pH netral. Selain pada pH tersebut, zat warna alam secang tidak stabil yang ditunjukkan oleh adanya perubahan warna (Gambar 2) dan perubahan panjang gelombang maksimum (Tabel 1).



Gambar 2. Zat warna secang dalam larutan bufer pH 2 sampai dengan pH 12

Tabel 1. Pergeseran λ -maks zat warna secang pada larutan bufer pH 2 sampai dengan pH 12

| No. | pH larutan bufer | λ -maks |
|-----|------------------|-----------------|
| 1. | 2 | 435 |
| 2. | 3 | 436 |
| 3. | 4 | 443 |
| 4. | 5 | 446 |
| 5. | 6 | 537 |
| 6. | 7 | 538 |
| 7. | 8 | 517 |
| 8. | 9 | 509 |
| 9. | 10 | 458 |
| 10. | 11 | 442 |
| 11 | 12 | 482 |

Penambahan Ekstrak Polifenol Teh Hijau Untuk Mempertahankan Kestabilan Zat Warna Secang Terhadap Perubahan pH

Salah satu cara untuk menjaga zat warna alam tetap stabil adalah dengan kopigmentasi. Kopigmentasi adalah suatu fenomena dimana suatu molekul zat warna yang tidak stabil bereaksi dengan komponen alami lain dari tanaman secara langsung ataupun melalui interaksi pembentukan ikatan kovalen sehingga menghasilkan warna yang lebih stabil (Ghasemifar, Saeidian, and Setareh 2013). Kopigmentasi dilakukan dengan penambahan ekstrak polifenol teh hijau. Karakteristik dari kopigmentasi dapat diamati menggunakan spektrum Uv-Vis untuk melihat adanya efek hiperkromik (peningkatan intensitas) ataupun pergeseran batokromik (pergeseran panjang gelombang ke arah sinar tampak (Trouillas *et al.* 2016)). Hasil pengukuran absorbansi dengan menggunakan spektrofotometer Uv-Vis penambahan ekstrak polifenol teh hijau ke dalam zat warna alam secang ditunjukkan pada Tabel 2. Berdasarkan data pada Tabel 2, nilai absorbansi maksimum sebesar 0,428 terjadi pada perbandingan zat warna dan kopigmen 3 : 1. Pada penambahan kopigmen 3:1 ini telah terjadi proses kopigmentasi yang ditandai oleh adanya efek hiperkromik, yaitu adanya peningkatan intensitas warna yang ditunjukkan oleh adanya kenaikan absorbansi.

Selain dilakukan pengukuran absorbansi, dilakukan pula pengukuran pH pada penambahan ekstrak polifenol teh hijau ke dalam zat warna alam secang. Hasil pengukuran pH menggunakan pH meter ditunjukkan pada Gambar 3. Berdasarkan data pada Gambar 3, penambahan ekstrak polifenol teh hijau ke dalam zat warna alam secang mengakibatkan penurunan kadar pH, pada zat warna secang tanpa penambahan ekstrak polifenol teh hijau nilai pH 6,5 dan setelah ditambahkan ekstrak polifenol teh hijau menunjukkan nilai pH 5 sampai dengan pH 6.

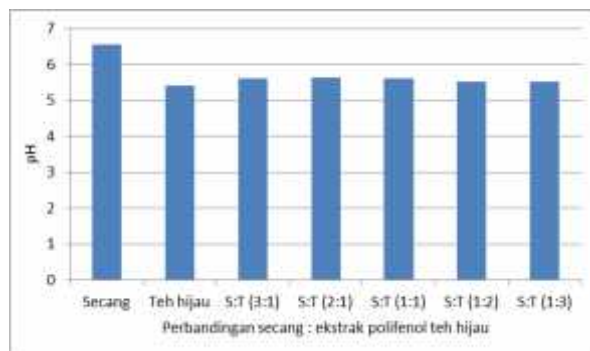
Penambahan ekstrak polifenol teh hijau ke dalam zat warna alam secang yang menghasilkan absorbansi maksimum

berdasarkan data pada Tabel 2 adalah pada perbandingan secang : ekstrak teh hijau = 3 : 1, selanjutnya diuji kestabilannya terhadap perubahan pH dengan larutan bufer pH 2 sampai dengan pH 12, diamati perubahan warna yang terjadi dan dilakukan analisis menggunakan spektrofotometer Uv-Vis. Hasil perubahan warna yang terjadi ditunjukkan pada Gambar 4.

Berdasarkan pada Gambar 4, perubahan warna yang terjadi pada zat warna secang yang sudah ditambahkan kopigmen teh hijau pada larutan bufer pH 2 sampai dengan pH 12 yaitu pada pH 2 sampai dengan pH 5 menunjukkan warna kuning, mulai pH 6 agak kemerahan, dan pH 7 sampai dengan pH 12 berwarna merah. Dibandingkan dengan hasil perubahan warna kayu secang tanpa kopigmentasi dengan ekstrak teh hijau, perubahan warna pada berbagai pH hasil kopigmentasi menggunakan ekstrak teh hijau menunjukkan warna yang lebih nyata dan tajam. Hal ini mendukung hipotesis yang menunjukkan bahwa polimer baru terbentuk untuk menurunkan jumlah monomer daripada peningkatan degradasi brazilein (Cortez *et al.* 2017). Kisaran perubahan warna ini lebih sempit bila dibandingkan dengan perubahan warna pada zat warna secang sebelum ditambahkan ekstrak polifenol teh hijau (Gambar 2). Pada larutan bufer pH 6 sampai dengan pH 12 zat warna secang yang sudah dikopigmentasi berwarna merah, sedangkan sebelumnya pada pH 8 sampai dengan pH 11 tidak berwarna merah. Dengan demikian dapat dikatakan bahwa penambahan kopigmen ekstrak polifenol teh hijau dapat meningkatkan kestabilan zat warna alam secang terhadap perubahan pH. Selain ditunjukkan oleh perubahan warna yang terjadi, peningkatan kestabilan ini dapat diamati dengan spektrum Uv-Vis yang ditunjukkan oleh Tabel 3. Panjang gelombang maksimum dari zat warna alam secang yang sudah ditambahkan kopigmen pada larutan basa (pH 8 sampai dengan pH 12) tidak menunjukkan perubahan yang besar seperti pada zat warna alam secang yang belum ditambahkan kopigmen ekstrak polifenol teh hijau (Tabel 1).

Tabel 2. Perubahan absorbansi zat warna secang dengan kopigmen ekstrak teh hijau

| No. | Perbandingan zat warna dan kopigmen | Absorbansi | Perubahan absorbansi |
|-----|-------------------------------------|------------|----------------------|
| 1. | Tanpa kopigmen | 0,396 | - |
| 2. | 3:1 | 0,428 | 0,032 |
| 3. | 2:1 | 0,383 | -0,013 |
| 4. | 1:1 | 0,380 | -0,016 |
| 5. | 1:2 | 0,340 | -0,056 |
| 6. | 1:3 | 0,288 | -0,108 |



Gambar 3. Perubahan pH zat warna secang setelah ditambahkan kopigmen ekstrak teh hijau.



Gambar 4. Perubahan zat warna secang yang sudah ditambahkan kopigmen teh hijau pada larutan bufer pH 2 sampai dengan pH 12.

Tabel 3. Pergeseran λ -maks zat warna secang yang sudah ditambahkan kopigmen teh hijau pada larutan bufer pH 2 sampai dengan pH 12.

| No. | pH larutan bufer | λ -maks |
|-----|------------------|-----------------|
| 1. | 2 | 439 |
| 2. | 3 | 443 |
| 3. | 4 | 444 |
| 4. | 5 | 445 |
| 5. | 6 | 538 |
| 6. | 7 | 545 |
| 7. | 8 | 546 |
| 8. | 9 | 547 |
| 9. | 10 | 548 |
| 10. | 11 | 531 |
| 11. | 12 | 545 |

KESIMPULAN

Kestabilan zat warna secang terhadap perubahan pH dapat ditingkatkan dengan penambahan kopigmen ekstrak polifenol teh hijau pada perbandingan zat warna secang : polifenol teh hijau sebesar 3:1. Proses kopigmentasi yang terjadi ditandai dengan adanya efek hiperkromik (peningkatan intensitas warna).

DAFTAR PUSTAKA

Amin, S., and A. Yuliana. 2016. "Analisis Dan Uji Kestabilan Zat Warna Kayu Secang (Caesalpinia Sappan L.) Menggunakan Spektrofotometer UV- Visible Dan Inframerah." *Jurnal Kesehatan Bakti Tunas Husada* 15: 56–63.

Cortez, R., D. A. Luna-Vital, D. Margulis, and E. Gonzalez de Mejia. 2017. "Natural

Pigments: Stabilization Methods of Anthocyanins for Food Applications." *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety* 16 (1): 180–98. doi:10.1111/1541-4337.12244.

Fardhyanti, D. S., and R. D. Riski. 2015. "Pemungutan Brazilin Dari Kayu Secang (Caesalpinia Sappan L.) Dengan Metode Maserasi Dan Aplikasinya Untuk Pewarnaan Kain." *Jurnal Bahan Alam Terbarukan* 4 (1): 14–20. doi:10.15294/jbat.v4i1.3769.

Farhana, H., I. T. Maulana, and R. A. Kodir. 2015. "Perbandingan Pengaruh Suhu Dan Waktu Perebusan Terhadap Kandungan Brazilin Pada Kayu Secang (Caesalpinia Sappan Linn.)." In *Prosiding Penelitian SPeSIA Unisba*, 19–25.

Ghasemifar, E., S. Saeidian, and P. Setareh. 2013. "Stability of Seedless Red Grape Anthocyanin under the Effect of

- Chlorogenic Acid Copigment, Heating and UV Irradiation." *Journal of Novel Applied Sciences* 2 (11): 594–97.
- Holinesti, R. 2009. "Studi Pemanfaatan Pigmen Branzilein Kayu Secang (*Caesalpinia Sappan* L.) Sebagai Pewarna Alami Serta Stabilitasnya Pada Model Pangan." *Institut Pertanian Bogor*.
- Hsiao, H. C. 2014. "Anthocyanin Color Enhancement by Using Catechin as Copigments and Stability during Storage." The Ohio State University.
- Kurniati, N., A. T. Prasetya, and P. Winarni. 2012. "Ekstraksi Dan Uji Stabilitas Zat Warna Brazilein Dari Kayu Secang (*Caesalpinia Sappan* L.)." *Indonesian Journal of Chemical Science* 1 (1): 32–36.
- Lioe, H. N., D. R. Adawiyah, and R. Aggraeni. 2012. "Isolation and Characterization of the Major Natural Dyestuff Component of Brazilwood (*Caesalpinia Sappan* L.)." *International Food Research Journal* 19 (2): 537–42.
- Mastuti, E., E. V. Kim, and M. E. Christanti. 2012. "Ekstraksi Senyawa Brazilin Dari Kayu Secang (*Caesalpinia Sappan* Linn) Sebagai Bahan Baku Alternatif Untuk Zat Warna Alami." *Ekuilibrum* 11 (1): 1–5.
- Mulyanto, S. 2016. "Pengaruh Temperatur Ekstraksi Dan Heating Time Terhadap Spectrum Absorbansi Pada Zat Warna Alam Dari Kayu Secang." *Jurnal Teknologi Terpadu* 4 (1): 7–11.
- Petrova, I. J., V.T. Shikov, V. D. Gandova, K. M. Mihalev, and D. I. Dimitrov. 2016. "The Copigmentation Interactions between Strawberry Anthocyanins and High Concentration Caffeic Acid with Different Methods." *Scientific Works of University of Food Technologies* 63 (1): 64–70.
- Rina, O., S. Ibrahim, A. Dharma, Afrizal, C. Utami, and Y. R. Widodo. 2017. "Stabilities Natural Colorant of Sappan Wood (*Caesalpinia Sappan* L.) for Food and Beverages in Various pH, Temperature, and Matrices of Food." *International Journal of ChemTech Research* 10 (1): 98–103.
- Safitri, G. I. 2009. "Pengaruh Kopigmentasi Pewarna Alami Brazilein Kayu Secang (*Caesalpinia Sappan* L.) Dengan Sinapic Acid Terhadap Stabilitas Warna Pada Model Minuman." Institut Pertanian Bogor.
- Santoso, W. E. A., and T. Estiasih. 2014. "Kopigmentasi Ubi Jalar Ungu (*Ipomoea Batatas* Var. Ayamurasaki) Dengan Kopigmen Na-Kaseinat Dan Protein Whey Serta Stabilitasnya Terhadap Pemanasan." *Jurnal Pangan Dan Agroindustri* 2 (4): 121–27.
- Sharara, M. S. 2017. "Copigmentation Effect of Some Phenolic Acids on Stabilization of Roselle (*Hibiscus Sabdariffa*) Anthocyanin Extract." *American Journal of Food Science and Technology* 5 (2): 45–52. doi:10.12691/ajfst-5-2-3.
- Trouillas, P., J. C. Sancho-García, V. De Freitas, J. Gierschner, M. Otyepka, and O. Dangles. 2016. "Stabilizing and Modulating Color by Copigmentation: Insights from Theory and Experiment." *Chemical Reviews* 116 (9): 4937–82. doi:10.1021/acs.chemrev.5b00507.
- Turak, E. J., A. Pisarska, and J. B. Krolczyk. 2016. "Natural Food Pigments Application in Food Products." *Nauka Przyroda Technologie* 10 (4): 1–13.

PEDOMAN PENULISAN KTI PORTAL KIMIA DAN KEMASAN

1. Sistematika Penulisan

- 1.1. Naskah dalam bentuk Makalah Lengkap (*full paper*) atau *Original Research* meliputi unsur-unsur sebagai berikut:
 - 1.1.1. Judul
 - 1.1.2. Nama, alamat penulis, dan email
 - 1.1.3. Abstrak (memuat latar belakang secara ringkas, tujuan, metode, hasil serta kesimpulan)
 - 1.1.4. Kata kunci
 - 1.1.5. Pendahuluan (antara lain latar belakang, perumusan masalah, tujuan, teori, ruang lingkup penelitian, dan hipotesis [opsional]).
 - 1.1.6. Bahan dan metode (waktu dan tempat, bahan dan alat, metode/cara pengumpulan data, metode analisis data)
 - 1.1.7. Hasil dan pembahasan (memuat data atau fakta yang diperoleh dari penelitian dan ulasan tentang hasil, termasuk tabel dan gambar)
 - 1.1.8. Kesimpulan
 - 1.1.9. Saran (optional)
 - 1.1.10. Ucapan terima kasih (optional)
 - 1.1.11. Daftar pustaka (minimal 10 daftar pustaka, 80% acuan primer/jurnal, referensi kemutakhiran 5-10 tahun terakhir)
- 1.2. Naskah dalam bentuk Ulasan (review) meliputi unsur-unsur sebagai berikut:
 - 1.2.1. Judul
 - 1.2.2. Nama, alamat penulis, dan email
 - 1.2.3. Abstrak
 - 1.2.4. Kata kunci
 - 1.2.5. Pendahuluan
 - 1.2.6. Pembahasan
 - 1.2.7. Kesimpulan
 - 1.2.8. Ucapan terima kasih (optional)
 - 1.2.9. Daftar pustaka (minimal 25 daftar pustaka, 80% acuan primer/jurnal, referensi kemutakhiran 5 tahun terakhir)

2. Standar Umum Penulisan

- 2.1. Naskah ditulis dalam bahasa Indonesia atau bahasa Inggris
- 2.2. Judul, abstrak, dan kata kunci harus ditulis dalam dua bahasa (Indonesia dan Inggris).
- 2.3. Ditulis menggunakan *MS Word* pada kertas ukuran A4, *font* Arial ukuran 10, spasi 1, batas atas 3 cm, batas bawah 2 cm, batas kiri 3 cm, batas kanan 2.1 cm, *multiple pages mirror margin, section start continous, header&footer different odd & even, header* 2 cm, dan *footer* 2 cm.
- 2.4. Judul, abstrak, dan kata kunci ditulis dalam format satu kolom. Sedangkan bagian-bagian naskah selanjutnya ditulis dalam dua kolom dengan format *justified, first line indent* 1 cm, arial 10, spasi 1, dan jarak antar kolom 0.6 cm.
- 2.5. Penyebutan istilah diluar bahasa Indonesia atau Inggris ditulis dengan huruf cetak miring (*italic*).
- 2.6. Jumlah halaman maksimal 10 halaman.

3. Cara Penulisan Judul

- 3.1. Judul mencerminkan inti tulisan, diketik dengan huruf capital cetak tebal (*bold*), diletakkan ditengah-tengah (*centered*) dengan menggunakan *font* Arial 14, spasi 1.

- 3.2. Apabila judul ditulis dalam bahasa Indonesia, maka dibawahnya ditulis ulang dalam bahasa Inggris, dan sebaliknya. Diketik dengan huruf capital cetak tebal (*bold*), diletakkan ditengah-tengah (*centered*) dengan menggunakan *font* Arial 11, spasi 1.
- 3.3. Apabila KTI menggunakan bahasa Indonesia, maka judul dalam bahasa Inggris ditulis dengan huruf cetak miring (*italic*), sedangkan judul dalam bahasa Indonesia ditulis tidak dengan huruf cetak miring, dan sebaliknya.

4. Cara Penulisan Nama, Alamat, dan Email

- 4.1. Nama penulis diketik di bawah judul, ditulis lengkap tanpa menyebutkan gelar, diletakkan di tengah-tengah (*centered*), diketik dengan huruf regular, menggunakan *font* Arial 12, spasi 1.
- 4.2. Alamat penulis (nama dan alamat instansi tempat bekerja) ditulis lengkap di bawah nama penulis, diletakkan di tengah-tengah (*centered*), diketik dengan huruf regular, menggunakan *font* Arial 10, spasi 1.
- 4.3. Alamat Pos-el (*e-mail*) ditulis di bawah alamat penulis, diletakkan di tengah-tengah (*centered*), diketik dengan huruf regular, menggunakan *font* Arial 10, spasi 1.
- 4.4. Jika penulis terdiri lebih dari satu orang, maka harus ditambahkan kata penghubung “dan” (bukan lambang “&”).
- 4.5. Jika penulis lebih dari satu orang dan berbeda instansi maka dituliskan angka *superscript* di belakang nama berdasar angka urutan instansi
- 4.6. Jika alamat penulis lebih dari satu, maka harus diberi tanda angka *superscript* dan diikuti alamat sekarang.

5. Cara Penulisan Abstrak dan Kata Kunci

- 5.1. Abstrak ditulis dalam satu paragraf, ditulis dalam dua bahasa (Indonesia dan Inggris), menggunakan *font* Arial 9, spasi 1, format *justified*.
- 5.2. Abstrak dalam bahasa Indonesia paling banyak 250 kata, sedangkan *abstract* dalam bahasa Inggris paling banyak 200 kata.
- 5.3. Penempatan abstrak disesuaikan dengan bahasa yang digunakan dalam KTI. Apabila KTI menggunakan bahasa Indonesia, maka abstrak didahulukan dalam bahasa Indonesia ditulis dengan huruf cetak regular (tidak dengan huruf cetak miring), sedangkan *abstract* dalam bahasa Inggris ditulis dengan huruf cetak miring (*italic*), dan sebaliknya.
- 5.4. Kata abstrak (*abstract*) ditulis dengan huruf kapital cetak tebal (*bold*), menggunakan *font* Arial 10.
- 5.5. Abstrak dalam bahasa Indonesia diikuti kata kunci dalam bahasa Indonesia, sedangkan *abstract* dalam bahasa Inggris diikuti *keywords* dalam bahasa Inggris.
- 5.6. Kata kunci ditulis menggunakan *font* Arial 9.
- 5.7. Kata kunci terdiri dari minimal tiga kata.

6. Cara Penulisan Bab (heading)

- 6.1. Bab, ditulis dengan format huruf kapital, rata kiri, *bold*, *font* Arial 10, spasi 1.
- 6.2. *Sub Bab (jika ada)* ditulis dengan format huruf *capitalize each word*, rata kiri, *bold*, *font* Arial 10, spasi 1.

7. Cara Penyajian Tabel

- 7.1. Judul tabel ditampilkan di bagian atas tabel, rata kiri halaman, menggunakan *font* Arial 9.
- 7.2. Tulisan “Tabel”, “Nomor”, dan judul tabel ditulis dengan format huruf *sentence case*.
- 7.3. Gunakan angka Arab (1,2,3,dst) untuk penomoran judul tabel.
- 7.4. Tabel ditampilkan rata kiri halaman.
- 7.5. Jenis dan ukuran font untuk isi tabel menggunakan Arial ukuran 8-9 dengan spasi 1.
- 7.6. Tabel yang dicantumkan tanpa menggunakan vertical line, hanya menggunakan horizontal line pada bagian judul dan bagian bawah tabel.
- 7.7. Pencantuman sumber atau keterangan diletakkan di bawah tabel, rata kiri, *italic*, menggunakan *font* Arial 8.

8. Cara Penulisan Gambar

- 8.1. Gambar dapat dalam bentuk grafik, matriks, foto, diagram, dan sejenisnya ditampilkan di tengah halaman (*centered*).

- 8.2. Judul gambar ditulis di bawah gambar, menggunakan *font* Arial 9, ditempatkan di tengah halaman (*centered*).
- 8.3. Tulisan "Gambar", "Nomor", dan judul tabel ditulis dengan format huruf *sentence case*.
- 8.4. Gunakan angka Arab (1,2,3,dst) untuk penomoran judul gambar.
- 8.5. Pencantuman sumber atau keterangan diletakkan di bawah judul gambar, rata kiri, *italic*, menggunakan *font* Arial 8.

9. Cara dan Contoh Penulisan Kutipan (Sitasi)

- 9.1. Penulisan kutipan (Sitasi) menggunakan metode *Chicago Style*
 - 9.1.1. Nama belakang atau nama keluarga pengarang pertama, kedua dan ketiga. Untuk karya yang ditulis oleh lebih dari 3 (tiga) orang pengarang, gunakan "*et al.*" atau "dkk" setelah nama belakang pengarang pertama (hanya pengarang pertama yang disebutkan).
 - 9.1.2. Tahun terbit. Antara nama pengarang atau badan korporasi dengan tahun terbit hanya dibatasi dengan satu spasi (tanpa tanda baca lainnya).
 - 9.1.3. Jika dalam satu paragraph/kalimat menggunakan lebih dari 1(satu) kutipan/sitasi maka digunakan tanda penghubung berupa (;)

Contoh :

 - a. Menurut Catur (2012), penambahan pelarut berpengaruh kepada ...
 - b. akan berpengaruh kepada kecepatan reaksi (Catur 2012).
 - c.akan berpengaruh kepada kecepatan reaksi (Catur 2012; Winarno 2009; Raffi *et al.* 2007)

10. Cara dan Contoh Penulisan Daftar Pustaka

- 10.1. Urutan dalam daftar pustaka ditulis sesuai dengan urutan huruf abjad nama penulis yang dikutip dalam naskah (berdasarkan *alfabetis*).
- 10.2. Daftar pustaka ditulis sesuai dengan metode *Chicago Style*.
- 10.3. Berikut adalah contoh cara penulisan daftar pustaka dari berbagai sumber yang berbeda.

10.2.1. Jurnal dengan volume dan nomor

Pengarang. Tahun. Judul naskah. *Nama jurnal*. Volume (nomor) : Halaman
Setiap huruf awal nama jurnal ditulis dengan huruf kapital.

Contoh : Obaidat, I.M., B. Issa, and Y. Haik. 2011. The role of aggregation of ferrite nanoparticles on their magnetic properties. *Journal of nanoscience and nanotechnology* 11 (5) : 3882-3888.

10.2.2. Buku (satu orang pengarang)

Pengarang. Tahun. *Judul buku*. Edisi. Kota : Penerbit

Contoh : Suprpto, H. 2004. *Petani bangkit: napak tilas perjuangan kaum tani Indonesia*. Jakarta : Kuntum Satu.

10.2.3. Buku (dua atau tiga orang pengarang)

Pengarang. Tahun. *Judul buku*. Edisi. Kota : Penerbit

Contoh : Domsch, K.H., W. Gams, and T.H. Anderson. 1980. *Compendium of soil fungi*. Vol. 1. London : Academic Press.

10.2.4. Buku (lebih dari tiga orang pengarang)

Pengarang. Tahun. *Judul buku*. Edisi. Kota : Penerbit

Contoh : Lim, M.S., Y.D. Yun, C.W. Lee, S.C. Kim, S.K. Lee, and G.S. Chung. 1991. *Research status and prospects of direct seeded rice in Korea*. Los Banos: IRRI.

10.2.5. Skripsi, Tesis, dan Disertasi

Pengarang. Tahun. *Judul skripsi/tesis/disertasi*. Skripsi/tesis/disertasi. Nama perguruan tinggi, Kota. Negara.

Contoh : Raffi, M. 2007. *Synthesis and characterization of metal nanoparticles*. PhD Dissertation. Pakistan Institute of Eng. And Applied Sciences, Islamabad. Pakistan

10.2.6. Artikel dalam Prosiding

Pengarang. Tahun. Judul artikel. Dalam : Penulis. *Judul buku/prosiding*. Kota : Penerbit : Halaman

Contoh : Afifah, N. dan E. Sholichah. 2009. Pemanfaatan virgin coconut oil (VCO) dalam sediaan hand body lotion dan uji stabilitasnya. Dalam : *Prosiding seminar nasional Teknik Kimia Universitas Parahyangan* : 178 – 184.

10.2.7. Website

Pengarang. Tahun. Judul artikel. URL yang terdiri dari protocol/site/path/file. Tanggal akses

Contoh : Wolman, David. 2008. Fossil feces is earliest evidence of an America humans. <http://news.nationalgeographic.com/news/2008/04/080403-first-americans.html>. (Accessed April 4, 2008)

Pranamuda, H. 2001. Pengembangan plastik *biodegradable* berbahan baku pati tropis. <http://bersihplanet.multiply.com/journal>. (diakses pada 21 Desember 2010)

bbkk.kemenperin.go.id

PEDOMAN PENULISAN NASKAH PORTAL

21 cm

| | | | |
|---|--|---|--|
| Header 2 cm | | Top 3 cm | |
| SINTESIS NANOPARTIKEL PERAK (Arial, 14 pt, Bold) } Arial, 14 pt, 1 baris (SYNTHESIS OF SILVER NANOPARTICLE) (Arial, 11 pt, Bold, Italic) } Arial, 14 pt, 1 baris Rahyani Ermawati dan Siti Naimah (Arial, 12 pt) } Arial, 12 pt, 1 baris Balai Besar Kimia dan Kemasan, Kementerian Perindustrian RI (Arial, 10 pt) Jl. Balai Kimia I Pekayon, Pasar Rebo, Jakarta Timur } Arial, 10 pt, 1 baris E-mail: ermakyoto@yahoo.com (Arial, 10 pt) } Arial, 10 pt, 1 baris Received : ; revised : ; accepted : (Arial, 9 pt) } 2 baris (10 pt) | | Right | |
| | | | |
| ABSTRAK (Arial, 10 pt, Bold) (1 baris, 9 pt) Indonesia berpeluang untuk mengembangkan nanoteknologi dengan memanfaatkan kekayaan sumber daya alam(justify, Arial, 9 pt, spasi single)..... (1 baris, 9 pt) Kata kunci : Nanopartikel, Bottom-up, Reduksi kimia, Particle Size Analyzer (PSA), Scanning Electron Microscope (SEM) (Arial, 9 pt) (1 baris, 9 pt) ABSTRACT (Arial, 10 pt, Bold) (1 baris, 9 pt) Indonesia has a chance in develop the nanotechnology using the natural resources and it will give added value in high price..... (justify, Arial, 9 pt, spasi single)..... (1 baris, 9 pt) Key words : Nanoparticles, Bottom-up, Chemical reduction (Arial, 9 pt) } 2 baris (9 pt) | | | |
| PENDAHULUAN (1 baris, 10 pt) | | | |
| <p>Awal paragraf menjorok ke dalam 1 cm. Semua kalimat ditulis dengan huruf Arial 10 pt, jarak baris 1 spasi. Format penulisan terdiri dari 2 kolom dengan jarak kolom 0,6 cm.</p> <p>Kertas : A4 Multiple pages : Mirror margin Top : 3 cm Bottom : 2 cm Left (Inside) : 3 cm Right (Outside) : 2,1 cm Section start : Continuous Header & Footer : Different Odd & Even Header : 2 cm Footer : 2 cm</p> <p>Naskah ditulis dalam bahasa Indonesia atau bahasa Inggris dengan Ms Word dan jumlah halaman maksimal 10 halaman.</p> <p>Naskah disusun dalam 5 subjudul, yaitu PENDAHULUAN, BAHAN DAN METODE, HASIL DAN PEMBAHASAN, KESIMPULAN dan DAFTAR PUSTAKA.</p> <p>Penulisan kutipan di dalam teks menggunakan nama penulis, bukan nomor, dan nama penulis atau korporasi yang dikutip harus tercantum di dalam daftar pustaka.</p> <p>Judul Judul harus singkat, jelas dan menggambarkan isi naskah. Judul ditulis dalam bahasa Indonesia dan bahasa Inggris.</p> <p>Abstrak atau Kata Kunci Abstrak memuat latar belakang secara</p> | | <p>ringkas, tujuan, metode, hasil serta kesimpulan suatu penelitian.</p> <p>Abstrak berbahasa Inggris dan bahasa Indonesia dan di bawah dicantumkan kata kunci paling banyak 5 (lima) kata terpenting dalam naskah.</p> <p>Pendahuluan Pendahuluan mencakup latar belakang, tujuan, ruang lingkup penelitian, temuan terdahulu yang akan dikembangkan, disanggah, hipotesis dan pendekatan umum.</p> <p>BAHAN DAN METODE Berisi penjelasan ringkas tetapi rinci tentang bahan, metode, rancangan percobaan dan rancangan analisis data, waktu dan tempat penelitian.</p> <p>HASIL DAN PEMBAHASAN } 0,6 cm Memuat data atau fakta yang diperoleh dari penelitian. Data atau fakta penting yang tidak dapat dinarasikan dengan jelas dapat disajikan dalam bentuk tabel, gambar ataupun ilustrasi lain. Pembahasan merupakan ulasan tentang hasil, menjelaskan makna hasil penelitian, kesesuaian dengan hasil atau penelitian terdahulu dan peran hasil tersebut terhadap pemecahan masalah yang disebutkan dalam pendahuluan.</p> <p>Simbol Matematis Simbol atau persamaan matematis harus dikemukakan secara jelas.</p> | |
| Footer 2 cm | | Bottom 2 cm | |

29,7 cm

Tabel

Tabel diberi nomor urut sesuai dengan keterangan di dalam teks. Setiap tabel diberi judul yang singkat dan jelas diletakkan di atas tabel, sehingga setiap tabel dapat dipandang berdiri sendiri sedangkan untuk gambar atau grafik judulnya diletakkan di bawah gambar/ grafik. Singkatan kata perlu diberi catatan kaki atau keterangan. Keterangan tabel diletakkan di bawah tabel.

Pengolahan Naskah

Redaksi melakukan penilaian, koreksi dan perbaikan. Kriteria penilaian meliputi : kebenaran isi, tingkat keaslian, kejelasan uraian dan kesesuaian dengan misi publikasi. Redaksi akan mengembalikan naskah kepada penulis untuk diperbaiki sesuai dengan saran redaksi dan naskah yang tidak dapat diterbitkan akan diberitahukan.

Ulasan dan Tinjauan Ilmiah

Ulasan sebaiknya merupakan tinjauan mengenai masalah yang terkini (*up to date*) dari industri kimia, kemasan, cemaran, rancang bangun dan perekayasaan.

KESIMPULAN

Ditulis dengan ringkas hasil-hasil yang didapat.

DAFTAR PUSTAKA

Daftar Pustaka disusun menurut abjad dan ditulis sesuai penulisan daftar pustaka dengan metode *Chicago Style*.

bbkk.kememperin.go.id

PORTAL

Media Ilmiah Bidang Kimia dan Kemasan

Volume 4 Nomor 1 Desember 2017

Daftar Isi

| | |
|--|-----------|
| Aplikasi Biokomposit Sereh Wangi Sebagai Anti Serangga..... | 150 - 154 |
| Siti Agustina | |
| Validasi Metode Analisis Sulfat Pada Asam Formiat Teknis Menggunakan Spektrofotometer Uv-Vis..... | 155 - 160 |
| Auliyah Ariani | |
| Pengaruh Aktivasi Resin Dowex Dan Pemanasan Sodium Triphosphate Pentabasic Sebagai Kalibrator Alat Spektrofotometer Continous Flow Pada Pengujian Kadar Sodium Tripolifosfat..... | 161 - 167 |
| Ristika Andrieti | |
| Analisis Cepat Database Paten Esp@Cenet Untuk Penelusuran Bahan Baku Potensial Stigmasterol..... | 168 - 173 |
| Chicha Nuraeni | |
| Sintesa Nano Karbon Cangkang Kelapa Sawit..... | 174 - 178 |
| Siti Agustina dan Anna Fitriana | |
| Kestabilan Zat Warna Alam Secang Terhadap Perubahan pH Dengan Kopigmentasi Menggunakan Ekstrak Teh Hijau..... | 179 - 185 |
| Agustina Arianita C. dan Retno Yunilawati | |

