



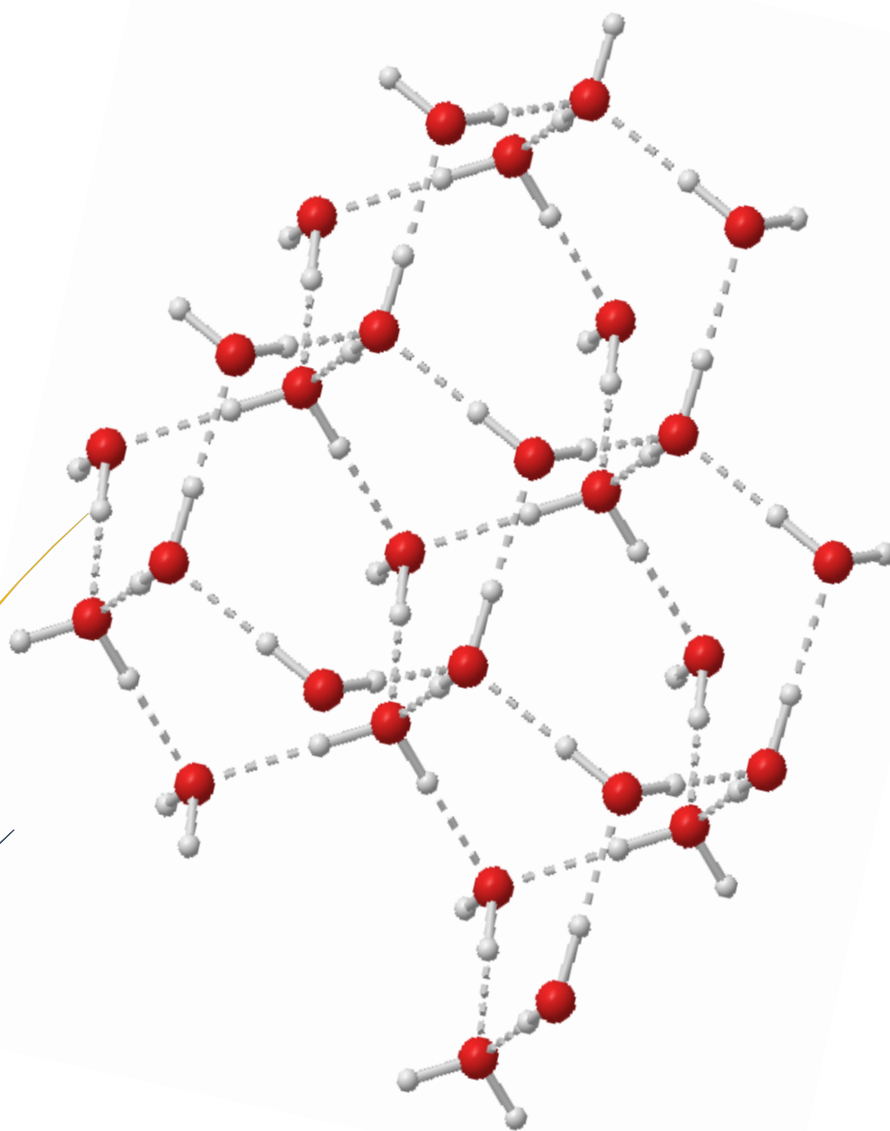
Vol. 3, No. 1, Februari 2018

ISSN: 2548-947x

2018

JURNAL ITEKIMA

Jurnal Ilmiah Ilmu dan Teknologi Kimia



DITERBITKAN OLEH: SEKOLAH TINGGI ANALIS KIMIA CILEGON

Alamat Redaksi:

Jl. KH. Wasyid No. 6 Jombang Wetan, Kota Cilegon-Banten 42411
Telp: 0254-2579126; Fax: 0254-399970; E-mail: jurnal.itekima@stakc.ac.id

Vol. 3, No. 1, Februari 2018
ISSN: 2548-947x

Jurnal Ilmiah Ilmu dan Teknologi Kimia
(Jurnal ITEKIMA)

Pelindung:

(Ketua Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon)

Pengarah:

(Wakil Ketua III Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon)

Editor Ahli:

Prof. (R) Dr. Gustan Pari, M.Si-Puslitbang Hasil Hutan
Dr. Heny Hindriani, M.Si-Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon
Muhamad A. Martoprawiro, M.S, Ph.D-Institut Teknologi Bandung
Dr. Tati Herlina-Universitas Padjadjaran
Dr. Saronom Silaban-Universitas Negeri Medan
Dr. Tiurlina Siregar, M.Si-Universitas Cendrawasih Jayapura

Ketua Tim Editor:

Boima Situmeang, M.Si

Manajer Editor:

Micha Mahardika, S.Si, MT

Editor Pelaksana:

Andri Agus Anugrah, SE, M.Pd
Agus Malik Ibrahim, M.Si
Fauzan Amin, M.Si
Dina Alva Prastiwi, M.Si
Puspita Sari, S.Si
M. Irfan Junedi, S.Si
Yadi Supriyadi, ST

Desain Cover:

Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon

Alamat Redaksi:

Jl. KH. Wasyid No. 6 Jombang Wetan Kota Cilegon-Banten 42411
Telp. 0254-2579126; Fax. 0254-399970;
E-mail: jurnal.itekima@stakc.ac.id/boimatumeang@gmail.com

Jurnal Ilmiah Ilmu dan Teknologi Kimia (Jurnal ITEKIMA) yang dikelola Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon terbit secara berkala sebanyak dua kali dalam setahun, yaitu setiap bulan Februari dan Agustus. Jurnal ITEKIMA menerbitkan artikel ilmiah hasil-hasil penelitian dalam bidang **kimia terapan** dan **teknologi kimia** yang orisinal dan belum pernah dipublikasikan dalam media manapun, dengan ketentuan penulisan Jurnal ITEKIMA.

Naskah dikirim ke kantor editor dan selanjutnya akan ditelaah editor dan melalui proses mitra bestari. Naskah yang dapat dimuat dengan perbaikan akan dikirimkan kembali ke penulis untuk disempurnakan, sedangkan naskah yang tidak dapat dimuat akan dikembalikan ke penulis jika melampirkan amplop balasan. Informasi lengkap untuk pemuatan artikel dan petunjuk penulisan tersedia di setiap terbitan. Calon penulis artikel yang memerlukan petunjuk penulisan artikel dapat menghubungi redaksi pelaksana Jurnal Ilmiah Ilmu dan Teknologi Kimia (ITEKIMA). Harga langganan jurnal (*hard copy*) adalah Rp. 100.000,-/nomor.

Mengutip ringkasan dan pernyataan atau mencetak ulang gambar atau tabel dari jurnal ini harus menyertakan nama penulis. Produksi ulang dalam bentuk kumpulan cetakan ulang untuk keperluan apapun harus seizin salah satu penulis dan mendapat lisensi dari penerbit. Jurnal ini diedarkan untuk perguruan tinggi, lembaga penelitian, dan perpustakaan di dalam maupun luar negeri.

DAFTAR ISI

	<i>Halaman</i>
AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DARI DAUN BINTARO (<i>Cerbera odollam</i>) Tarso Rudiana, Fitriyanti, & Adawiah	1 – 11
SENYAWA TRITERPENOID DARI TUMBUHAN PIRDOT (<i>Sauralia sp</i>) Achmad Rante Suparman, Murthihapsari Kadarusman, & Boima Situmeang	12 – 19
UJI AKTIVITAS ANTILITHIASIS EKSTRAK ETANOL DAUN BELIMBING WULUH (<i>Averrhoa bilimbi L.</i>) PADA MENCIT PUTIH (<i>Mus musculus</i>) Recky Patala, Nurlina Ibrahim, & Akhmad Khumaidi	20 – 30
ANALISIS MEDIA QUENCHING POLIMER SINTESIS, AIR DAN CAMPURAN TERHADAP KEKERASAN BAJA Yohan	30 – 37
EVALUASI MIGRASI DI-(2-ETILHEKSIL)FTALAT DARI BOTOL POLIETILENA TEREFTALAT MENGGUNAKAN GC/MS Fauzan Amin, Eti Rohaeti, & Mohamad Rafi	37 – 47
ADSORPTIVITAS ARANG AKTIF TERHADAP EMISI FORMALDEHIDA PAPAN PARTIKEL KAYU KARET (<i>Hevea brasiliensis Muell. Arg.</i>) Deazy Rachmi Trisatya, Dina Alva Prastiwi, & Adi Santoso	48 – 59
KARAKTERISTIK PAPAN PARTIKEL DARI CAMPURAN PARTIKEL KAYU DAN ARANG Adi Santoso, Abdurachman, & Dina Alva Prastiwi	60 – 85
OPTIMASI TEKNIK PREPARASI SAMPEL PADA PENENTUAN KADAR ETILENA DI DALAM KOPOLIMER BLOK POLIPROPILENA Agus Malik Ibrahim, Ihsan Safari, & Heny Hindriani	87 – 104
ANALISIS KUALITAS AIR SODA ALAMI ASAL TARUTUNG SEBAGAI BAHAN BAKU MINUMAN BERKARBONASI Rudyanto Sinaga, Astuty Sinambela, Eko Ahmad Samosir, Willy Sitanggang, & Boima Situmeang	105 - 117
SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK OKSIDA BESI DENGAN METODE KOPRESIPITASI DAN PENCIRIANNYA Agirin Febrian Pradana, Sri Sugiarti, & Mujamilah	118 - 130

AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DARI DAUN BINTARO (*Cerbera odollam*)
(Antioxidant Activity from Leaves of Bintaro (*Cerbera odollam*))

*** Tarso Rudiana^{1,2}, Fitriyanti², Adawiah³**

¹Program Studi Kimia, Fakultas Sains dan Farmasi Universitas Mathla'ul Anwar Banten

²Program Studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatullah Jakarta

³Laboratorium Kimia Pusat Laboratorium Terpadu Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatullah Jakarta

*Email: tarso.rudiana@gmail.com

ABSTRAK

Tumbuhan Bintaro (*Cerbera odollam*) memiliki aktivitas sebagai analgesik, kardiotonik, diuretik, antikanker, antioksidan, antifungi, antilarva, dan antibakteri. Tujuan dari penelitian ini adalah menentukan aktivitas antioksidan dari daun *C. odollam*. Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi bertingkat menggunakan pelarut *n*-heksana, etil asetat, dan metanol. Ekstrak hasil maserasi diuji kandungan senyawa metabolit sekunder, total fenolik, flavonoid dan antioksidan dengan metode DPPH *free Radical Scavenger*. Ekstrak *n*-heksana mengandung senyawa metabolit sekunder golongan flavonoid dan steroid dengan total fenolik sebesar 0,0415 mg GAE/g, total flavonoid sebesar 3,1 mg kuersetin/g. Hasil uji fitokimia ekstrak etil asetat positif mengandung senyawa alkaloid, flavonoid, steroid, saponin, kuinon dan tanin dengan total fenolik dan flavonoid berturut-turut sebesar 131, 25 mg GAE/g dan 198,3 mg kuersetin/g. Uji Skrining fitokimia ekstrak metanol positif mengandung senyawa flavonoid, terpenoid dan tanin/fenolik dengan total fenolik dan flavonoid sebesar 130,34 mg GAE/g dan 379,16 mg kuersetin/g. Hasil uji antioksidan menunjukkan perbedaan nilai IC₅₀ berturut turut dari fraksi *n*-heksana, etil asetat dan metanol sebesar 31,57; 5,02 dan 145,08 µg/mL. Ekstrak etil asetat memiliki aktivitas antioksidan paling besar, diduga karena kandungan senyawa metabolit sekunder yang berperan dalam meredam radikal bebas, diantaranya flavonoid dan fenolik yang dapat mendonorkan proton pada reaksi radikal bebas.

Kata Kunci: Antioksidan, Bintaro, *Cerbera odollam*, DPPH

ABSTRACT

Bintaro (*Cerbera odollam*) has activity as analgesic, cardiotonic, diuretic, anticancer, antioxidant, antifungal, antilarva, and antibacterial. The purpose of this study was to determine the antioxidant activity of *C. odollam* leaves. The extraction was performed by multilevel maceration method using *n*-hexane solvent, ethyl acetate, and methanol. The maceration extract tested the content of secondary metabolite compounds, total phenolics, flavonoids and antioxidants by DPPH *free radical scavenger* method. The *n*-hexane extract contained a secondary metabolite compound of flavonoid and steroid groups with a total phenolic amount of 0.0415 mg GAE/g, a total flavonoid of 3.1 mg of quercetin/g. The results of phytochemical test of positive ethyl acetate extract contain alkaloid, flavonoid, steroid, saponin, quinone, and tannin with total phenolic and flavonoids respectively of 131, 25 mg GAE/g and 198.3 mg quercetin/g. Phytochemical Screening Test of positive methanol extract containing Flavonoid, terpenoid and tannin / phenolic compounds with total phenolic and flavonoids of 130.34 mg GAE/g and 379.16 mg quercetin/g. The result of the

antioxidant test showed the difference of IC₅₀ value successively from the fraction of n-hexane, ethyl acetate, and methanol by 31,57; 5.02 and 145.08 µg/mL. Ethyl acetate extract has the largest antioxidant activity, presumably because of the content of secondary metabolite compounds that play a role in reducing free radicals such as flavonoids and phenolics that can donate protons in free radical reactions.

Key words: Antioxidant, Bintaro, *Cerbera odollam*, DPPH

1. PENDAHULUAN

Manusia telah memiliki sistem pertahanan terhadap oksidan yang berasal dari dalam tubuh ataupun dari luar berupa diet. Pertahanan dari dalam tubuh seperti enzim-enzim peroksidase, katalase, glutathione, histidin-peptidin seringkali masih kurang mencukupi akibat pengaruh lingkungan dan diet yang buruk (Pietta, 1999). Pada kondisi ini tubuh membutuhkan asupan antioksidan yang berasal dari luar tubuh yang dapat berupa makanan. Berbagai bukti ilmiah menunjukkan bahwa resiko penyakit kronis akibat senyawa radikal bebas dapat dikurangi dengan memanfaatkan peran senyawa antioksidan seperti vitamin C, E, A, karoten, asam-asam fenol, polifenol dan flavonoid (Prakash, 2001). Karakter utama senyawa antioksidan adalah kemampuannya untuk menangkap dan menstabilkan radikal bebas (Prakash, 2001). Antioksidan merupakan senyawa yang dapat menghambat oksigen reaktif dan radikal bebas dalam tubuh. Senyawa antioksidan ini akan mendonorkan satu atau lebih proton atau elektron kepada radikal bebas sehingga menjadi bentuk molekul yang normal kembali dan melakukan reaksi terminasi sehingga dapat menghentikan berbagai kerusakan yang ditimbulkan (Sashikumar *et al.*, 2009).

Senyawa golongan fenolik memiliki peranan penting dalam meredam radikal bebas. Senyawa fenolik dapat mendonorkan protonnya terhadap radikal sehingga bisa dimanfaatkan sebagai senyawa antioksidan (Pokorni *et al.*, 2001).

Tumbuhan merupakan salah satu sumber senyawa antioksidan termasuk famili *Apocynaceae*. Salah satu species famili *Apocynaceae* yang banyak tumbuh di Indonesia adalah bintaro (*C. odollam*). Yan *et al.*, (2011) menyatakan bahwa genus *Cerbera* memiliki potensi sebagai antifungi, insektisida, antioksidan, dan antitumor. Penelitian lain yang telah dilakukan oleh Sa'diyah *et al.*, (2013) bahwa ekstrak metanol daun *C. odollam* dapat

menurunkan pertumbuhan ulat grayak (*Spodoptera litura* F). Ekstrak etanol daun *C. odollam* memiliki aktivitas antioksidan dengan IC_{50} sebesar 269,15 $\mu\text{g/mL}$ (Anwar *et al.*, 2013). Hasil isolasi senyawa metabolit sekunder dari daun *C. odollam* ditemukan sembilan senyawa diantaranya *p*-hidroksibenzaldehid, benzamida, *n*-heksadekana, asam monogliserida, loliolida, β -sitositosterol, cerberin, nerifolin, serleasida A dan daucosterol (Xiao *et al.*, 2010). Skrining fitokimia ekstrak metanol buah *C. odollam* terbukti mengandung senyawa metabolit sekunder golongan fenolik, triterpenoid, steroid, alkaloid, dan kumari. Selain itu ekstrak metanol, etil asetat dan *n*-heksana buah *C. odollam* juga memiliki aktivitas antioksidan dengan nilai IC_{50} sebesar 89,64; 81,19 dan 237, 09 $\mu\text{g/mL}$ (Alfiandri, 2017).

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui total fenolik dan flavonoid ekstrak daun *C. odollam* serta aktivitas antioksidannya melalui pengujian dengan metode *free radical scavenger* DPPH.

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan pada penelitian ini meliputi maserator, *rotary evaporator* (Heidolph), neraca analitik, mikro pipet, oven, inkubator, gelas ukur, *blander*, pemanas *hotplate*, tabung reaksi, gelas ukur, gelas piala, pipet tetes, pipet volume, cawan penguap, aluminium foil, *vortex*, dan spektrofotometer UV-Vis Perkin Elmer.

Sampel tanaman daun Bintaro (*C. odollam*) diperoleh dari sekitar taman Pusat Laboratorium Terpadu Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatullah Ciputat Kota Tangerang Selatan Indonesia, berbagai pelarut organik (grade teknis terdestilasi seperti *n*-heksana, etil asetat, metanol, aseton), kloroform (Merck), DMSO (Merck), DPPH (Merck), NaNO_3 , AlCl_3 , Na_2CO_3 , reagen Follin-Ciocalteu, asam galat, kuersetin, pereaksi Wagner, Dragendorff, Mayer, anhidrat asetat (Merck), asam sulfat (Merck), serbuk magnesium, akuades, HCl (Merck), larutan FeCl_3 , dan metanol (pa, Merck).

B. Metode

Ekstraksi dan Fraksinasi

Daun bintaro (*C. odollam*) dikumpulkan pada bulan September 2017, dibersihkan dan dihaluskan dengan menggunakan *blender* sampai halus. Sampel sampel halus (350 g) diekstraksi dengan cara maserasi dengan menggunakan pelarut *n*-heksana selama 3x24 jam, setiap 24 jam dilakukan pemanenan dan pelarut diganti dengan menggunakan pelarut baru. Ekstrak dikumpulkan dan dievaporasi dengan menggunakan *rotary evaporator* dan didapatkan ekstrak pekat *n*-heksana. Residu dimaserasi kembali dengan menggunakan pelarut etil asetat 3x24 jam, setiap 24 jam ekstrak dipanen dan pelarut diganti dengan etil asetat yang baru. Ekstrak etil asetat dikumpulkan dan dipekatkan dengan *rotary evaporator* dan didapatkan ekstrak pekat etil asetat. Terhadap residunya kemudian dimaserasi kembali dengan menggunakan metanol 3x24 jam, setiap 24 jam dipanen dan diganti dengan pelarut baru. Ekstrak metanol yang diperoleh kemudian dipekatkan dengan *evaporator* sampai didapatkan ekstrak pekat metanol.

Uji fitokimia

Terhadap masing-masing ekstrak dilakukan pengujian fitokimia yang meliputi analisis (Atun, 2014).

Alkaloid

Sebanyak 10 mL filtrat sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi. Kemudian ditambahkan 10 mL kloroform dan 10 tetes amonia. Fraksi kloroform diambil dan ditambahkan 0,5 mL HCl 2%. Setelah itu dihomogenkan dan dibagi ke dalam tiga tabung reaksi. Tabung reaksi pertama ditambahkan 2- 3 tetes Reagen Dragendorff (positif alkaloid jika terdapat endapan jingga-merah). Tabung reaksi kedua ditambahkan 2-3 tetes Reagen Mayer (positif alkaloid jika terdapat endapan putih-kuning). Tabung reaksi ketiga ditambahkan 5 tetes pereaksi Wagner (positif jika terbentuk endapan coklat). Digunakan daun tapak dara sebagai kontrol positif.

Terpenoid/steroid

Sebanyak 2 mL filtrat sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi. Ditambahkan 10 tetes asetat anhidrat dan 3 tetes asam sulfat pekat ke dalam tabung tersebut (positif triterpenoid jika terbentuk cincin kecoklatan, merah atau violet dan positif steroid jika berwarna hijau).

Flavonoid

Sebanyak 2 mL filtrat sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi. Ditambahkan sedikit serbuk Mg ke dalam tabung tersebut dan 10 tetes HCl pekat. Amati perubahan yang terjadi (positif flavonoid jika timbul busa dan berwarna bening-oranye).

Tanin/polifenol

Sebanyak 2 mL filtrat sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi. Ditambahkan 5 tetes FeCl_3 1% ke dalam tabung tersebut dan dikocok (positif tanin jika berwarna hijau kehitaman dan polifenol jika berwarna kebiruan).

Saponin

Sampel tanaman yang telah kering dan halus ditimbang sebanyak 1 g dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan aquadest sebanyak 5 mL ke dalam tabung tersebut. Setelah itu dipanaskan dalam penangas air selama 5 menit. Filtrat yang diperoleh disaring dan didiamkan sampai agak dingin. Setelah itu dikocok dengan kuat sampai timbul busa (positif saponin jika busa tersebut stabil selama 10 menit).

Fenolik hidrokuinon

Sebanyak 2 mL filtrat sampel dimasukkan kedalam tabung reaksi. Ditambahkan NaOH 2N ke dalam tabung tersebut dan dikocok (positif kuinon jika berwarna merah).

Uji total fenolik

Sebanyak 10 mg ekstrak sampel dilarutkan dalam 10 mL metanol. 0,5 mL larutan sampel ditambahkan dengan 2,5 mL air destilasi, dan ditambahkan 0,5 mL reagen Folin-Ciocalteu (1:1), lalu diinkubasi selama 3 menit. Ditambahkan 2 mL larutan NaCO_3 20% kedalam campuran tersebut dan dibiarkan pada *water bath* yang mendidih selama 1

menit. Didinginkan dan diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang 750 nm. Digunakan larutan asam galat sebagai larutan standar.

Uji total flavonoid (Rohman *et al.*, 2007)

Sebanyak 10 mg ekstrak sampel dilarutkan dalam 10 mL metanol. 1 mL larutan sampel ditambahkan dengan 3 mL air destilasi, dan ditambahkan 0,3 mL NaNO₃ 5%, lalu diinkubasi selama 5 menit. Ditambahkan 0,3 mL larutan AlCl₃ 10% kedalam campuran tersebut dan diinkubasi selama 5 menit. Didinginkan dan diukur nilai absorbansinya pada panjang gelombang 750 nm. Digunakan larutan kuersetin sebagai larutan standar.

Uji antioksidan dengan metode DPPH *free radical scavenger* (Molynoux, 2004)

Sebanyak 10 mg ekstrak sampel dilarutkan dalam 10 mL metanol (1000 ppm). Kemudian dibuat larutan sampel dengan variasi berbagai konsentrasi (0,125; 0,25; 0,5; 1 dan 2 ppm). Masing-masing larutan sampel dipipet sebanyak 2 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Setelah itu ditambahkan 2 mL DPPH 0,002%, dihomogenkan dan diinkubasi pada suhu 37 °C selama 30 menit dalam ruang gelap. Kemudian diukur absorbansi sampel dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 517 nm. Dihitung nilai IC₅₀ dari persen inhibisi yang dihasilkan.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Sampel Penelitian

Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah bagian daun yang sudah tua, pemilihan sampel ini didasarkan karena daun merupakan dapurnya tanaman. Pada daun terjadi proses fotosintesis sehingga diharapkan banyak senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada bagian daun. Daun segar *C. odollam* dirajang dan dihaluskan dengan *blender*, hal tersebut dilakukan supaya ukuran partikel daun menjadi lebih kecil dan luas permukaannya menjadi besar, sehingga pelarut akan mudah masuk ke dalam sel daun *C. odollam* dan akan mempermudah dalam ekstraksi senyawa bermanfaat yang terkandung didalam daun *C. odollam* (Atun, 2014).

Ekstraksi dan fraksinasi

Sampel halus *C. odollam* kemudian dilakukan ekstraksi dengan metode maserasi secara bertingkat dimulai dari pelarut *n*-heksana, etil asetat dan metanol. Pemilihan metode maserasi bertingkat bertujuan untuk menggabungkan metode ekstraksi dan fraksinasi supaya lebih mudah dan efisien. Maserasi dilakukan selama 3x24 jam setiap masing-masing pelarutnya. Ekstrak hasil maserasi dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator* dan didapatkan ekstrak pekat *n*-heksana sebanyak 20 g, ekstrak etil asetat sebanyak 32 g dan ekstrak metanol sebanyak 28 g.

Uji Fitokimia

Masing-masing ekstrak dilakukan *skrining* fitokimia. Ekstrak *n*-heksana positif mengandung senyawa Flavonoid, terpenoid dan steroid. Ekstrak etil asetat mengandung senyawa alkaloid, flavonoid, terpenoid, steroid, fenolik hidrokuinon, tanin, polifenol dan saponin. Senyawa golongan flavonoid, tanin dan polifenol positif terkandung pada ekstrak metanol daun *C. odollam*.

Uji Total Fenolik dan Flavonoid

Terhadap masing-masing ekstrak kemudian diuji kuantitatif total fenolik dan flavonoid dengan menggunakan standar asam galat dan kursetin. Pengujian aktivitas fenolik total merupakan dasar dilakukan pengujian aktivitas antioksidan, karena diketahui bahwa senyawa fenolik berperan dalam mencegah terjadinya peristiwa oksidasi (Kusumaningati, 2009). Uji kandungan total fenol dilakukan dengan metode Follin-Ciocalteu. Kadar total fenol ditetapkan dengan metode spektrofotometri sinar tampak. Metode ini didasarkan pada pembentukan senyawa kompleks yang berwarna biru dari fosfomolibdat-fosfotungstat yang direduksi senyawa fenolik dalam suasana basa. Kandungan fenolik total pada masing-masing ekstrak dinyatakan sebagai ekuivalen asam galat atau *Gallic Acid Equivalent* (GAE). GAE merupakan acuan umum untuk mengukur sejumlah senyawa fenolik yang terdapat dalam suatu bahan (Mongkolsilp dkk., 2004).

Prinsip dasar kolorimetri Folin Ciocalteu adalah reaksi oksidasi yang cepat dengan menggunakan alkali seperti natrium karbonat, dimana absorbansi yang terbentuk akibat fosfotungstat biru sebanding dengan jumlah senyawa fenolik yang terdapat dalam sampel.

Tingginya intensitas warna biru yang terbentuk setara dengan banyaknya kandungan senyawa fenolik. Total fenolik dalam sampel diperoleh dengan memasukkan nilai absorbansi sampel pada persamaan kurva kalibrasi standard asam galat. Penggunaan asam galat sebagai larutan standard dikarenakan asam galat memiliki gugus hidroksil dan ikatan rangkap terkonjugasi pada masing-masing cincin benzene sehingga senyawa ini mudah bereaksi membentuk kompleks dengan reagen Folin-Ciocalteu (Rorong dan Suryanto, 2010).

Berdasarkan hasil pengukuran diperoleh hasil ekstrak *n*-heksana mengandung total fenolik sebesar 0,0415 mg GAE/g, ekstrak etil asetat mengandung total fenolik sebesar 131,25 mg GAE/g dan ekstrak metanol dengan total fenolik sebesar 130,34 mg GAE/g .

Pengujian total flavonoid menggunakan pereaksi AlCl_3 dengan standar kuersetin. AlCl_3 akan membentuk kompleks berwarna biru dengan gugus keton pada atom C-4 dan gugus hidroksi pada atom C-3 yang berdekatan pada flavonoid sehingga akan ada serapan pada spektrofotometer UV-Vis. Berdasarkan hasil pengujian, ekstrak *n*-heksana mengandung total flavonoid sebesar 3,1 mg kuersetin/g, ekstrak etil asetat mengandung total flavonoid sebesar 198,3 mg kuersetin/g dan ekstrak metanol mengandung total flavonoid sebesar 379,16 mg kuersetin/g.

Hasil ekstraksi, uji fitokimia dan uji total fenolik dan flavonoid menunjukkan bahwa hasil ekstraksi dari daun tanaman *C. odollam* banyak mengandung golongan senyawa semi polar yang larut dalam etil asetat seperti flavonoid aglikon, flavonoid termetilasi, kumarin, kuinon dan tanin. Metanol melarutkan senyawa yang bersifat polar seperti turunan fenolik dan saponin sedangkan *n*-heksana dapat melarutkan senyawa golongan lemak, steroid, dan senyawa golongan terpenoid (Kristanti *et al.*, 2008).

Uji Antioksidan

Parameter yang digunakan untuk mengetahui besarnya kemampuan senyawa sebagai antioksidan yaitu IC_{50} . Nilai IC_{50} adalah konsentrasi antioksidan (mg/mL) yang mampu menghambat 50% aktivitas radikal bebas. Pola aktivitas antioksidan dari bahan yang diuji dinyatakan aktif bila menghambat radikal bebas lebih dari 80%, dinyatakan sedang keaktifannya apabila dapat menghambat 50% sampai 80% dan dinyatakan tidak aktif apabila hanya dapat menghambat kurang dari 50% (Molyneux, 2004). Semakin kecil nilai IC_{50} , maka semakin aktif ekstrak atau fraksi uji tersebut sebagai senyawa penangkap radikal DPPH atau senyawa antioksidan (Morales-Gonzalez, 2003).

Masing-masing ekstrak yaitu *n*-heksana, etil asetat dan metanol diencerkan dengan berbagai konsentrasi. Pada masing-masing konsentrasi tersebut ditambahkan dengan DPPH kemudian diinkubasi pada suhu ruang selama 30 menit pada tempat gelap atau tertutup, karena larutan DPPH mudah teroksidasi oleh cahaya. Setelah inkubasi selesai kemudian diukur absorbansinya dengan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 517,3 nm. berikut adalah hasil pengukuran dan perhitungan IC_{50} tiap masing-masing ekstrak:

Tabel 1. Hasil pengukuran total fenolik, total flavonoid, aktivitas antioksidan dari ekstrak *n*-heksana, etil asetat dan methanol daun *C. odollam*

Ekstrak	IC_{50} (μ g/mL)	Total Flavonoid (mg kuersetin/g)	Total Fenolik (mg GAE/g)
<i>n</i> -heksana	31,75	3,10	0,415
Etil asetat	5,02	198,30	131,25
Metanol	145,08	379,16	130,34

Berdasarkan tabel di atas, menunjukkan bahwa ekstrak etil asetat memiliki nilai antioksidan yang paling baik jika dibandingkan dengan ekstrak yang lain yaitu sebesar 5,02 μ g/mL. Berdasarkan pengujian fitokimia, ekstrak etil asetat positif mengandung senyawa golongan alkaloid, flavonoid, terpenoid, steroid, fenolik hidrokuinon, tanin, polifenol dan saponin. Dengan total fenolik dan flavonoid sebesar 131,25 mg GAE/g dan 198,3 mg

kuersetin/g. Senyawa fenolik sangat berpengaruh besar terhadap aktivitas antioksidan, hal ini dapat terlihat dari hasil penelitian yang telah dilakukan. Senyawa fenolik dapat meredam radikal bebas dengan cara mendonorkan proton kepada senyawa radikal. Selain itu, senyawa-senyawa fenolik telah dilaporkan mempunyai aktivitas antioksidan karena sifat-sifat redoksnya. Senyawa fenolik beraksi sebagai agen pereduksi, pemberi hidrogen, peredam oksigen singlet, dan juga sebagai pengkkelat logam yang potensial (Kahkonen dkk., 1999).

4. KESIMPULAN

Ekstrak *n*-heksana daun *C. odollam* mengandung senyawa flavonoid dan steroid dengan total fenolik sebesar 0,0415 mg GAE/g, total flavonoid sebesar 3,1 mg kuersetin/g. dengan nilai IC₅₀ sebesar 31,56 µg/mL. Ekstrak etil asetat mengandung senyawa alkaloid, flavonoid, steroid, saponin, kuinon dan tanin dengan total fenolik dan flavonoid berturut-turut sebesar 131, 25 mg GAE/g dan 198,3 mg kuersetin/g dan memiliki aktivitas antioksidan terbaik dengan nilai IC₅₀ sebesar 5,02µg/mL. Ekstrak metanol mengandung senyawa flavonoid, terpenoid dan tanin/fenolik dengan total fenolik dan flavonoid sebesar 130,34 mg GAE/g dan 379,16 mg kuersetin/g dengan IC₅₀ sebesar 145,08 µg/mL.

DAFTAR PUSTAKA

- Alfiandri, L. 2017. *Identifikasi senyawa metabolit sekunder bintaro (Cerbera manghas L), uji sitotoksik dengan metode BSLT (Brine Shrimp Lethal Test) dan uji aktivitas antioksidan*. Skripsi. Padang. Universitas Andalas
- Anwar, H.M., Amirul, I.M., Suman, S., Mushfiqur, R and Afjalus, S.M., 2013. *Assessment of phytochemical and pharmacological properties of ethanol extract of Cerbera manghas L. Leave*. Int. res. J. Pharm. 4(5).
- Atun, S., 2014. *Metode isolasi dan identifikasi struktur senyawa organik bahan alam*. Jurnal konservasi cagar budaya borobudur. 8(2). 53-61

- Kahkonen, M.P., Hopia, A.I., Vuorela, H.J., Rauha, J.P., Pihlaja, K., Kujala, T.S. dan Heinonen, M., 1999. *Antioxidant activity of extracts containing phenolic compounds. Journal of Agriculture and Food Chemistry*. 47. 3954-3962.
- Kristanti, AN., Aminah, NS., Tanjung M., Kurniadi B., 2008. *Fitokimia*. Surabaya (ID). Airlangga University Press.
- Kusumaningati, RW. 2009. *Analisa kandungan fenol total jahe (Zingiber officinale Rosc.) secara in vitro*. Jakarta, Fakultas Kedokteran Universitas Indonesia.
- Pietta P-G., 1999. *Flavonoids as Antioxidants, Reviews*. J. Nat. Prod., 63, 10351042.
- Pokorni, J., Yanishlieva, N. dan Gordon, M. 2001. *Antioxidant in Food: Practical Application*. CRC Press, New York.
- Prakash, A. 2001. *Antioxidant Activity*. Medallion Laboratories Analytical Progress. 19 (2).
- Molyneux, P. 2004. *The use of the stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) for estimating antioxidant activity*. Songklanakarin Journal of Science and Technology. 26(2), 211-219.
- Mongkolsilp, S., Pongbupakit, I., Sae-lee, N., Sitthithaworn, W. 2004. *Radical scavenging activity and total phenolic content of medical plants used in primary health care*. Jurnal of Pharmacy and Science. 9(1):32-35.
- Rorong, J., and Edi, S., 2010. *Analisis Fitokimia Enceng Gondok (Eichhornia crassipes) dan Efeknya Sebagai Agen Photoreduksi Fe^{3+}* . Chem. Prog. 3(1).
- Sa'adiyah, N.A., Purwani, K.I., dan Wijayawati, L., 2013. *Pengaruh ekstrak daun bintaro (Cerbera odollam) terhadap perkembangan ulat grayak (Spodoptera litura F.)* Jurnal Sains dan Seni Pomits. 2(2).
- Sashikumar, JM., 2009. *In vitro antioxidant activity of methanolic extracts of Berberis tinctoria Lesch. Root and Root Bark*. India Journal of Herbal Medicine and Toxycology. 3(2), 53-58.
- Xiao, Z., Yue, P., Ming, L., Sheng, K., and Jun, Z. 2010. *Chemical constituents from the leaves of Cerbera manghas*. Asian pasific journal of tropical medicine. 109-111
- Yan, X., F. Tao, dan T. W. Ping. 2011. *Chemical and bioactivity of mangrove plants in the genus Cerbera*. Journal of guangxi academy of science. 2011-01.

**SENYAWA TRITERPENOID DARI TUMBUHAN PIRDOT (*Sauralia*
sp)**
(Triterpenoid Compound From Pirdot Plant (*Sauralia sp*))

*Achmad Rante Suparman¹, Murthihapsari Kadarusman¹ dan Boima Situmeang²

¹Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Gorontalo,
Gorontalo

²Jurusan Analis Kimia, Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon, Banten
Email/Telp: achmad.unipa@gmail.com/ 085262897312

ABSTRAK

Keanekaragaman hayati yang sangat tinggi di Indonesia sangat mendukung untuk dikembangkan sebagai produk alami dalam bidang farmakologi. Salah satu tumbuhan yang berpotensi adalah tumbuhan pirdot (*Sauauria sp*) yang banyak tumbuh liar di daerah tropis. Pada penelitian sebelumnya ekstrak methanol daun *Sauauria bracteosa* dilaporkan memiliki aktivitas antikanker dan antioksidan serta antidiabetes. Bagian tumbuhan yang digunakan adalah pada bagian daun. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengisolasi senyawa yang terdapat dalam fraksi metanol daun tumbuhan pirdot. Metode ekstraksi menggunakan metode maserasi dengan pelarut metanol 96%. Karakterisasi senyawa dengan spektroskopi IR dan NMR. Dari hasil uji fitokimia dan karakterisasi senyawa metabolit sekunder yang berhasil diisolasi adalah senyawa golongan triterpenoid.

Kata kunci: isolasi, pirdot, dan triterpenoid

ABSTRACT

*The high biodiversity in Indonesia is very supportive to be developed as a natural product in the field of pharmacology. One of the most potent plants is the pirdot (*Sauauria sp*) plant that grows in the tropics. In previous studies of *Sauauria bracteosa* leaf methanol extract was reported to have anticancer activity and antioxidants as well as antidiabetes. Part of the plant used is on the leaf. The purpose of this study was to isolate the compounds contained in the pineot leaf methanol fraction. The method of extraction using maseration method with 96% methanol solvent. Characterization of compounds with IR and NMR spectroscopy. From the result of phytochemical test and characterization of secondary metabolite compound which successfully isolated is triterpenoid group compound.*

Keywords: isolation, pirdot, and triterpenoid

1. PENDAHULUAN

Berbagai jenis tumbuhan mengandung senyawa metabolit sekunder, seperti alkaloid, flavonoid, steroid, terpenoid, saponin dan lain-lain. Senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam tumbuhan merupakan zat bioaktif yang berkaitan dengan kandungan kimia dalam tumbuhan, sehingga sebagian tumbuhan dapat digunakan sebagai bahan obat. Tanpa adanya suatu senyawa bioaktif dalam tumbuhan secara umum tumbuhan tersebut tidak dapat digunakan sebagai obat (Jithest *et al.*, 2006).

Obat tradisional atau lebih dikenal dengan istilah obat herbal hampir dimanfaatkan di seluruh dunia baik di negara maju maupun negara berkembang. Penggunaan obat tradisional mengalami peningkatan, kurang lebih 65% penduduk negara maju menggunakan pengobatan tradisional termasuk diantaranya obat herbal yang berasal dari alam. Hal ini didukung dengan adanya isu *back to nature* yang menganggap bahwa obat herbal memiliki resiko efek samping lebih kecil dibandingkan dengan obat modern (hasil sintesis) (Inoue *et al.*, 2004).

Salah satu diantara tumbuhan yang berpotensi seperti tumbuhan pirdot. Tumbuhan ini belum banyak diteliti dan dikaji secara mendalam, namun banyak tumbuh dan digunakan secara tradisional oleh masyarakat di daerah Sumatera Utara dan Minahasa, Manado. Tumbuhan ini oleh masyarakat Minahasa, Manado dikenal dengan nama sayogik (Kadji, 2013; Muadja dkk, 2013). Bagian tumbuhan yang digunakan adalah bagian daun. Secara empiris, biasanya masyarakat setempat telah memanfaatkan rebusan dari bagian daun pirdot untuk mengobati penyakit diabetes. Mengingat potensi dari tumbuhan pirdot yang sangat besar sebagai tumbuhan obat namun masih kurangnya informasi dan kajian ilmiah secara pra klinis, maka dalam penelitian ini perlu dilakukan uji aktivitas antioksidan ekstrak yang terdiri dari ekstrak air, etil asetat dan fraksi *n*-heksana.

Menurut Amaliah (2012), fungsi senyawa metabolit sekunder antara lain sebagai pertahanan tubuh bagi tumbuhan dari serangan hama dan patogen penyebab penyakit, sebagai atraktan hewan polinator dan sebagai hormon pengatur pertumbuhan. Bagi manusia, senyawa metabolit sekunder digunakan sebagai bahan obat-obatan, pewangi,

fragran pada makanan dan minuman serta senyawa yang digunakan dalam industri kosmetika.

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik, gunting, blender, oven, botol vial, erlemeyer, cawan penguap, gelas ukur, spatula, tabung reaksi, rak tabung reaksi, pipet tetes, batang pengaduk, corong kaca, *rotary vacuum evaporator*, spektroskopi IR- Shimadzu, spektrum ^1H NMR 500 MHz dan C NMR 125 MHz.

Sampel daun pirdot diambil di Desa Silangkitang, Kecamatan Sipoholon, Kabupaten Tapanuli Utara. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah aquades, metanol, etil asetat, *n*-heksana, pereaksi liberman Burchard, kloroform, etanol, H_2SO_4 pekat, dan silika gel.

B. Metode

Tahap preparasi sampel

Sampel daun pirdot diambil dalam kondisi segar berwarna hijau tidak cacat / utuh. Sampel daun pirdot dicuci dan dikeringkan, kemudian dipotong dengan ukuran kecil. Sampel daun pirdot selanjutnya dikeringkan di ruangan terbuka selama seminggu untuk menghilangkan kadar airnya.

Tahap Ekstraksi

Sampel daun pirdot yang telah halus dimaserasi menggunakan pelarut metanol. Setiap 1 x 24 jam pelarut diganti dengan metanol yang baru. Demikian seterusnya, maserasi dihentikan sampai komponen kimia dalam daun sampel terekstrak sempurna yang ditandai dengan pelarut pengestrak sudah bening atau ketika di uji dengan kromatografi lapis tipis (KLT) tidak memperoleh noda.

Tahap uji fitokimia

Identifikasi triterpenoid dilakukan dengan menggunakan pereaksi Liberman-Burchard. Terhadap sampel ditetesi pereaksi beberapa tetes. Hasil uji menunjukkan positif triterpenoid dengan perubahan warna menjadi merah bata.

Pemisahan dan Pemurnian

Ekstrak di pisahkan dengan kromatografi kolom dengan menggunakan fasa diam silika gel dan fasa gerak *n*-heksan : etil asetat dengan teknik elusi bergradien. Hasil kromatografi kolom diuji kemurniannya dengan menggunakan KLT. Jika isolat menunjukkan pola noda tunggal pada KLT, maka dapat disimpulkan bahwa isolat murni telah di peroleh dari ekstrak kental tersebut.

Identifikasi Senyawa dengan NMR

Isolat yang diperoleh diukur dengan NMR untuk karakterisasi isolat dan identifikasi isolat tersebut dengan membandingkan nilai pergeseran kimia dengan referensi jurnal. Dari hasil tersebut dapat diidentifikasi kelompok isolat yang ditemukan termasuk dalam kelompok metabolit sekunder yang mana.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Preparasi Sampel Penelitian

Daun tumbuhan pirdot diambil dari Desa Silangkitang, Kecamatan Sipoholon, Kabupaten Tapanuli Utara. Sampel dicuci sampai bersih, kemudian dipotong kecil-kecil dan dikeringkan dengan cara diangin-anginkan. Setelah kering sampel diperoleh sebanyak 500 gram. Tujuan dari pengeringan adalah untuk menghilangkan kadar air dalam daun tumbuhan pirdot agar penggunaan pelarut pada saat maserasi tidak terlalu banyak.

Ekstraksi

Sebanyak 500 gram sampel daun pirdot di maserasi dengan pelarut metanol selama 3×24 jam, di mana setiap satu kali perendaman pelarut metanol diganti dengan yang baru.

Pelarut metanol digunakan dalam maserasi ini karena pelarut metanol diketahui sebagai pelarut universal yang dapat mengikat komponen senyawa kimia baik bersifat nonpolar, semi polar, dan polar. Maserat yang terkumpul kemudian dievaporasi pada suhu 45°C. Ekstrak kental metanol yang diperoleh dari hasil evaporasi sebanyak 15 gram. Selanjutnya ekstrak kental metanol dilakukan uji fitokimia dan pemisahan untuk mendapatkan isolat murni.

Pemisahan dan Pemurnian

Sebanyak 15 gram ekstrak metanol dipisahkan dengan kromatografi kolom bergradien. Pemisahan diawali dengan persiapan kolom yaitu dengan membuat filter dari kapas untuk menahan silika agar tidak keluar bersama pelarut pada bagian bawah kolom. Kolom yang digunakan adalah kolom yang memiliki panjang 75 cm dengan diameter 5 cm. Paking kolom dilakukan dengan cara kering, yaitu kolom diisi pelarut *n*-heksana terlebih dahulu kemudian dimasukkan silika gel sampai dengan ketinggian silika 18 cm kedalam kolom dengan posisi kran dalam keadaan terbuka. Eluen dialirkan hingga silika gel padat selama beberapa jam dan didiamkan sampai satu malam. Tujuan kolom dielusi sampai silika gel benar-benar padat adalah untuk menghindari retakan dalam kolom sehingga diharapkan terjadi pemisahan yang maksimal.

Sampel dipreparasi dengan menambahkan silika gel kedalam kemudian dikeringkan dengan evaporator sampai sampel benar-benar kering. Sampel kering dimasukkan kedalam kolom secara perlahan-lahan. Ekstrak dielusi dengan eluen bergradien diawali dengan *n*-heksana 100% setelah itu *n*-heksana: etil asetat dengan perbandingan 9:1, 8:2, 7:3, 6:4, 5:5, 4:6, 3:7, 2:8, 1:9, sampai etil asetat 100% dengan kenaikan kepolaran pelarut sebesar 10%. Hasil kromatografi kolom menghasilkan 11 fraksi. Fraksi-fraksi tersebut kemudian di KLT, untuk penggabungan fraksi. Hasil KLT mendapatkan 10 fraksi yaitu fraksi A sampai J. Pada fraksi C selanjutnya dilakukan pemurnian dengan kolom kromatografi secara isokratik dengan perbandingan pelarut *n*-heksana/etil asetat (9.5:5). Pemilihan fraksi C dilakukan karena mengandung noda TLC yang lebih bulat dan massa yang lebih banyak. Dari hasil

kolom fraksi C diperoleh fraksi sebanyak 50 dengan masing-masing volume 20 mL. Pada fraksi 21-30 diperoleh kristal putih.

Uji Kemurnian

Isolat hasil kolom di KLT dengan eluen yang bervariasi yaitu campuran *n*-heksana :etil asetat (4:1), *n*-heksana : aseton (9:1), *n*-heksan : etil asetat (9:1), untuk melihat apakah hasil tersebut sudah menunjukkan pola noda tunggal.

Isolat murni yang telah diKLT dengan eluen yang bervariasi, sebelum di identifikasi lebih lanjut, diuji terlebih dahulu dengan menggunakan KLT dua Dimensi. Tujuan dilakukannya KLT dua dimensi adalah untuk melihat apakah isolat ini benar-benar murni dengan eluen dan perbandingan yang berbeda.

Karakterisasi Isolat Murni

Hasil uji fitokimia senyawa yang terkandung dalam isolat murni positif golongan senyawa triterpenoid. Hasil uji fitokimia dengan menggunakan pereaksi *Lieberman-Burchard* menunjukkan bahwa kandungan isolat murni diduga sebagai senyawa triterpenoid dengan perubahan warna menjadi merah bata. Hal ini dibuktikan dan didukung oleh data spektrofotometri inframerah dan NMR. Hasil pengukuran spectrum IR isolate ditunjukkan pada tabel 1 berikut.

Tabel 1. Analisis spektrum inframerah isolat

Isolat	Bilangan gelombang (cm ⁻¹)					
	Pustaka Silverstein Dkk, 1984	Pustaka Sudjadi 1983	Pustaka (Creswell, dkk, 1982)	Bentuk pita	Intensitas	Gugus fungsi
3460	3550-3200	3350	3000-3750	Tajam	Lemah	Ulur O-H
3436				lebar	Lemah	
2935	2830-2695	2926-2853	2700-3000	Lebar	Kuat	Ulur C-H
2866				lebar	Lemah	
1687	1667-1640	1610-1650	1650-1900	Tajam	Kuat	Ulur C=C
1461	1420	1465	1300-1475	Tajam	Lemah	Tekuk O-H

Berdasarkan hasil analisa pengukuran spektrum IR, senyawa isolasi memperlihatkan serapan panjang gelombang 3460 cm⁻¹ disebabkan oleh uluran gugus OH

dengan bentuk pita tajam dengan intensitas lemah. Diperkuat dengan literatur yang ada yaitu adanya serapan pada daerah panjang gelombang 3550-3200 cm^{-1} serapan pada panjang gelombang 3000-3750 cm^{-1} merupakan serapan OH yang mempunyai ikatan hidrogen (Creswell, 1982).

Hasil pengukuran juga menunjukkan 2 serapan pita lebar yang muncul pada daerah spektrum bilangan gelombang 2935 cm^{-1} dan 2866 cm^{-1} yang merupakan uluran C-H. Hal ini tidak jauh beda dengan literatur yang ada yaitu pada serapan panjang gelombang 2830-2695 cm^{-1} (Silverstein, 1984) ; 2926-2853 (Sudjadi, 1983) ; dan 2953 (Netti, 2011). Identifikasi adanya cincin aromatik ditunjukkan pada daerah bilangan gelombang 1687 cm^{-1} yang menunjukkan adanya ulur C=C. Analisa ini diperkuat dengan literatur yang ada, dengan panjang gelombang yang tidak jauh berbeda yaitu 1667-1640 cm^{-1} (Silverstein, 1984) ; 1610-1650 (Sudjadi, 1983) ; dan 1650-1900 (Creswell, 1982).

Berdasarkan analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$ terdapat 50 proton sp^3 pada isolat murni yaitu berada pada rentang δ 0,70-4,70 ppm. Proton-proton ini terdiri atas tujuh gugus metil (CH_3), sebelas metilen (CH_2), dan lima metin (CH), satu metin (CH) mengikat atom oksigen yang ditunjukkan dengan adanya signal pada [δH (ppm) = 3,35 (1H, s)]. Pada spektrum $^1\text{H-NMR}$ isolat murni, terdapat tumpukan sinyal pada rentang pergeseran kimia δH 0,70-2,31 ppm, sehingga dapat disimpulkan bahwa sinyal tersebut berasal dari proton sp^3 . Berdasarkan data $^{13}\text{C-NMR}$ dan $^1\text{H-NMR}$ dapat dilihat banyaknya karbon sp^3 yang berada pada rentang δC 15-58 ppm dan δH 0,70-2,31 ppm yang merupakan ciri khas golongan triterpenoid (Souza *et al.*, 2011).

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian, telah dilakukan isolasi senyawa metaboit sekunder dari daun tumbuhan pirdot. Senyawa metabolit sekunder yang berhasil diisolasi diduga adalah senyawa golongan triterpenoid pentasiklik.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Ibu Sofa Fajriah, M.Si dan Dr. Ahmad, M.Si untuk pengukuran spectrum H-NMR.

DAFTAR PUSTAKA

- Amaliah. 2012. *Dasar-Dasar Biokimia*. Penerbit Universitas Indonesia (UI-Press). Jakarta
- Creswell, C.J., Runquist, O. A., and Campbell, M. M. 1982. *Analisis spectrum senyawa organik*. ITB, Bandung.
- Kokpol, U., D. H. Miles, A. M. Payne, and V. Chittawong. 1990. *Chemical Constituents and Bioactive Compounds from Mangrove Plants – in Atta-ur-Rahman, , Studies in Natural Products Chemistry, (Edition), Vol.7, Elsevier Science Publishers B. V., Amsterdam.*
- Kusumawati, R.A., Andrawulan, N. 2012. *Antivitas Antioksidan Ekstrak Buah Tokokak (Solanum Torvum S.)* [Skripsi]. Bogor: Departemen Teknologi Hasil Perairan, Institut Pertanian Bogor.
- Netti, H. 2011. *Identifikasi Senyawa Bioaktif Tumbuhan Mangrove*. Malang: Fakultas MIPA, Universitas Negeri Malang.
- Oktavianus, S. 2013. *Uji Daya Hambat Daun Mangrove Jenis Avicinea marina Terhadap Bakteri Vibrio Parahaemolyticus* [Skripsi]. Universitas Hassanudin, Makassar.
- Silverstein, Bassler and Moril. 1984. *Penyidikan Spektrofotometrik Senyawa Organik*. edisi ke-4. Jakarta: Erlangga.
- Sudjadi. 1983. *Penentuan Struktur Senyawa Organik*. Yudistira. Yogyakarta. Fakultas Farmasi, UGM.
- Yudi. 2014. *Ekstraksi Senyawa Metabolit Sekunder Yang Terdapat Pada Daun Mangrove Dengan Pelarut Berbeda*. FIKP UMRAH.
- Souza, A.B, Souza, M.G.M, Moreira, M.A, Moreira, M.R, Furtado, N.A.J.C, Martins, C.H.G, Bastos, J.K, Santos, R.A, Heleno, V.C.G, Ambrosio, S.R. & Veneziani, R.C.S. 2011. Antimicrobial evaluation of diterpenes from *Copaifera langsdorffii* Oleoresin against periodontal anaerobic bacteria. *Molecules*. **16**, 9611-9619.

**Uji Aktivitas Antilithiasis ekstrak etanol daun Belimbing wuluh
(*Averrhoa bilimbi* L.) pada Mencit Putih (*Mus musculus*)
(Test Activity Antilithiasis of leaf ethanol extract Belimbing Wuluh (*Averrhoa bilimbi*
L.) to white mice**

Recky Patala¹, Nurlina Ibrahim², dan Akhmad Khumaidi³

¹Lab. Farmakognosi-Fitokimia Program Studi Farmasi Fakultas MIPA, Universitas Tadulako

²Lab. Farmakologi-Biofarmasi Program Studi Farmasi Fakultas MIPA, Universitas Tadulako

³Lab. Kesehatan Kota Palu

Email/Telp: Reckyfarmasi@gmail.com/ 085262897312

ABSTRAK

Pada penelitian ini telah dilakukan pengujian aktivitas antilithiasis ekstrak etanol daun belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi* L.) pada mencit putih (*Mus musculus*). Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui adanya aktivitas antilithiasis dari ekstrak etanol daun belimbing wuluh pada mencit, serta menentukan dosis yang efektif sebagai antilithiasis. Daun belimbing wuluh diekstraksi secara maserasi dengan pelarut etanol 70 % kemudian dipekatkan dengan *Rotary Evaporator*. Selanjutnya ekstrak etanol daun belimbing wuluh dibuat dalam beberapa dosis yaitu 16,6 mg/Kg BB, 25 mg/Kg BB dan 33 mg/Kg BB. Parameter pengukuran yang digunakan yaitu bobot badan, bobot ginjal, rasio bobot ginjal terhadap bobot badan mencit serta kadar kalsium. Analisis kadar kalsium dilakukan dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 422,7 nm. Hasil menunjukkan kadar kalsium pada kelompok ekstrak etanol daun belimbing wuluh secara signifikan lebih rendah dibandingkan kelompok induksi ($p < 0,05$). Ini membuktikan bahwa pemberian ekstrak etanol daun belimbing wuluh pada mencit yang diinduksi batu ginjal memiliki aktivitas sebagai antilithiasis dan dosis yang paling efektif sebagai antilithiasis yaitu pada dosis 16,6 mg/Kg BB.

Kata kunci: *Averrhoa Bilimbi* L., antilithiasis, kadar kalsium.

ABSTRACT

In this research, it has been conducted the testing of Ethanol Extract Antilithiasis activity of Averrhoa bilimbi L. leaf on white mice (Mus musculus). The objective of the research was to find out ethanol extract antilithiasis activity of Averrhoa bilimbi L. on white mice and determine the effective dosage as the antilithiasis. The leaf of Averrhoa bilimbi L. extracted masserative using ethanol solution as 70 % then it concentrated with. Rotary Evaporator. Furthermore, the ethanol extract was made in some dosage namely 16,6 mg/Kg BW, 25 mg/Kg BW and 33 mg/Kg BW. The measurement used was body weight, kidney weight,

*ratio of kidney weight toward mice weight and calcium concentration. The analysis of calcium concentration was done with Atomic Absorption Spectrophometer on the wave length of 422,7 nm. The research result showed that calcium concentration on the ethanol extract group significantly was lower than induction group ($p < 0,05$). It proved that the giving of ethanol extract of *Averrhoa bilimbi* L. on white mice induced with kidney have activity as the antilithiasis and the most effective dosage as the antilithiasis was as 16,6 mg/Kg BW.*

Key words: *Averrhoa bilimbi* L., Antilithiasis, Calcium concentration.

1. PENDAHULUAN

Ilmu pengetahuan dalam bidang pengobatan saat ini telah mengalami perkembangan. Ini menunjukkan bahwa kemajuan dalam bidang teknologi sangat berkembang pesat. Namun, banyak masyarakat lebih cenderung memilih untuk kembali kepada alam (*back to nature*). Obat tradisional merupakan cara pengobatan yang banyak dipilih masyarakat. Selain penggunaannya yang mudah, harga yang relatif murah, memiliki efek samping yang lebih kecil, serta bahan baku yang mudah diperoleh di lingkungan sekitarnya (Kamal dkk, 2003). Salah satu penyakit yang memiliki angka kejadian yang cukup tinggi yaitu batu ginjal. Gangguan kesehatan yang dapat ditimbulkan oleh batu ginjal antara lain gangguan fungsi ginjal, infeksi saluran kemih, infeksi ginjal, kerusakan ureter dan urethra serta gagal ginjal.

Masalah kesehatan yang menempati urutan ketiga setelah infeksi saluran kemih dan kelainan prostat pada sebagian besar penyakit saluran kemih adalah batu ginjal (Soemardji A, dkk, 2004). Obat tradisional yang telah digunakan untuk mengobati batu ginjal antara lain Benalu Mindi, Tempuyung, Kumis Kucing, Meniran, Keji Beling, Bonsai, dan Akar Tinggal Sengkuang (Puswaningrum, dkk, 2009).

Batu ginjal merupakan penyakit kronis yang banyak dialami oleh masyarakat di Indonesia, khususnya masyarakat kota Palu. Angka kejadian batu ginjal pada tahun 2011 dan 2012 berdasarkan data yang dilaporkan di Rumah Sakit Umum Kota Palu yaitu sebesar 68 dan 270 pasien yang di rawat inap (Dinkes Kota Palu, 2011 dan 2012). Akibat yang ditimbulkan dari penyakit ini adalah terjadinya obstruksi, infeksi, dan rasa nyeri pada

saluran kemih. Obstruksi dan infeksi apabila berlangsung lama akan menyebabkan gangguan fungsi ginjal bahkan sampai taraf kegagalan ginjal.

Pengobatan terhadap penyakit batu ginjal yang telah banyak digunakan oleh masyarakat Indonesia yaitu dengan cara operasi pengeluaran batu, dan penghancuran batu dengan sinar radiasi yang memiliki resiko efek samping yang cukup tinggi dan harga yang relatif mahal, serta pemakaian obat-obatan modern yang hanya mencegah agar batu tersebut tidak bertambah besar dan tidak membantu pengeluaran batu ginjal secara spontan. Daun belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi* L.) merupakan tanaman yang banyak digunakan oleh masyarakat sebagai obat. Secara empiris tanaman ini dapat digunakan untuk mengobati sakit perut, rematik serta mengurangi gejala gangguan ginjal. Penelitian Bipat *et al.*, (2008) menunjukkan bahwa ekstrak daun belimbing wuluh dapat menurunkan tekanan darah melalui *stimulasi diuretik* pada hewan babi karena dari hasil analisis, daun belimbing wuluh memiliki kadar kalium yang cukup tinggi, yaitu 1,90 %. Kalium tersebut merupakan mineral yang dapat melancarkan pengeluaran air seni (*diuretik*) sehingga dapat menurunkan tekanan darah (Hidayati, 2007 dan Sinambella, 2003).

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah timbangan analitik, gunting, blender, oven, botol vial, erlemeyer, cawan penguap, gelas ukur, spatula, tabung reaksi, rak tabung reaksi, pipet tetes, batang pengaduk, corong kaca, *rotary vacuum evaporator*, spektroskopi IR- Shimadzu dan spektrum ^1H NMR 500 MHz.

Sampel daun pirdot diambil di Desa Silangkitang, Kecamatan Sipoholon, Kabupaten Tapanuli Utara. Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah aquades, metanol, etil asetat, *n*-heksana, pereaksi Liberman Burchard, kloroform, etanol, H_2SO_4 pekat, dan silika gel.

B. Metode

Tahap preparasi sampel

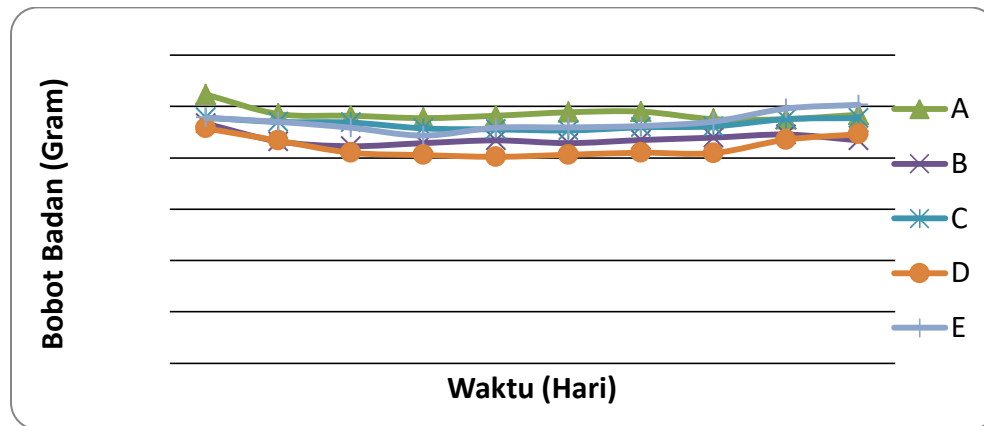
Daun belimbing wuluh diperoleh dari pohon belimbing wuluh yang masih segar yang terletak di Desa Mpanau Kecamatan Biromaru Kabupaten Sigi. Dilakukan determinasi di Unit Pelaksana Teknis (UPT) Sumber Daya Hayati Sulawesi *Herbarium Celebense* (CEB) Universitas Tadulako Palu. Serbuk daun belimbing wuluh dimaserasi dengan palarut etanol 70% selama 3 x 24 jam dan dilakukan pengadukan selama 1x 24 jam. Hasil maserasi di evaporasi dengan *rotary evaporator*. Temperatur yang digunakan selama evaporasi yaitu 60⁰C pada 50 rpm untuk mendapatkan ekstrak kental daun belimbing wuluh.

Sebanyak 18 ekor hewan coba mencit putih jantan (20-30 g) yang digunakan dalam penelitian ini. Hewan coba diaklimasi selama 7 hari serta diberi pakan *ad libitum*. Hewan coba dibagi secara acak dalam 5 kelompok (n = 3). Kelompok A diberi induksi etilen glikol 0,75 % dan ammonium klorida 2 % (kontrol negatif), Kelompok B diberi induksi yang sama dan sediaan jamu dengan kombinasi ekstrak (*Orthosipon stamineus*, *Strobilantus crispus*, *Sonchus arvensis*, *Phyllantus niruri*, *Plantago mayor*) secara peroral dengan dosis 12,03 mg/20 g (Kontrol Positif). Kelompok C, D, E, diberi induksi yang sama dan diberi larutan ekstrak daun belimbing wuluh secara peroral dengan dosis 16,6 mg/Kg bb, 25 mg/Kg bb, dan 33 mg/Kg bb. Pemberian dilakukan selama 10 hari. Setelah 10 hari hewan coba dianastesi kemudian dibedah dan diambil sampel ginjalnya untuk dianalisis. Ginjal hewan coba dikeringkan pada suhu 100⁰C selama 24 jam kemudian ditimbang dan dimasukkan ke dalam gelas piala. Sampel ginjal tersebut ditambahkan asam nitrat pekat 0,4 N 5 ml kemudian dipanaskan sampai cairan berubah kekuningan, ditambahkan aquades hingga 20 ml kemudian disaring dan dianalisis kadar kalsiumnya dengan Spektrofotometer Serapan Atom pada panjang gelombang 422,7 nm.

2. HASIL DAN PEMBAHASAN

Bobot badan, bobot ginjal, dan ratio.

Pada pengukuran bobot badan terlihat bahwa terjadi penurunan dan kenaikan bobot badan mencit (gambar 1) pada kelompok negatif, kelompok positif, dan kelompok dosis ekstrak. Namun, secara statistik pengukuran bobot badan tidak memberikan pengaruh yang signifikan ($p > 0,05$). Hasil statistik pada pengukuran bobot ginjal (Tabel 1) juga tidak menunjukkan pengaruh yang signifikan ($p > 0,05$) tetapi jika dilihat pada (Gambar 2) bobot ginjal pada kelompok negatif cenderung lebih besar bila dibandingkan dengan kelompok positif dan kelompok dosis ekstrak. Hasil pengukuran ratio atau perbandingan antara bobot badan dengan bobot ginjal relatif (Gambar 2) menunjukkan terjadi peningkatan pada kelompok negatif, bila dibandingkan dengan kelompok positif dan kelompok dosis ekstrak. Pada kelompok negatif, bobot badan 24,416 gram dengan bobot ginjal 0,15 gram akan memiliki ratio 0,123, sedangkan pada kelompok positif bobot badan 21,829 gram dengan bobot ginjal 0,10 gram akan memiliki ratio 0,092, begitupun pada kelompok dosis 16,6 mg/kg bb, bobot badan 23,280 gram dengan bobot ginjal 0,12 memiliki ratio 0,103, kelompok dosis 25 mg/kg bb, bobot badan 21,173 gram dengan bobot ginjal 0,10 gram memiliki ratio 0,095, kelompok dosis 33 mg/kg bb, bobot badan 23,500 gram dengan bobot ginjal 0,13 gram memiliki ratio 0,111. Hasil statistik pada pengukuran ratio juga tidak menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan ($p > 0,05$)



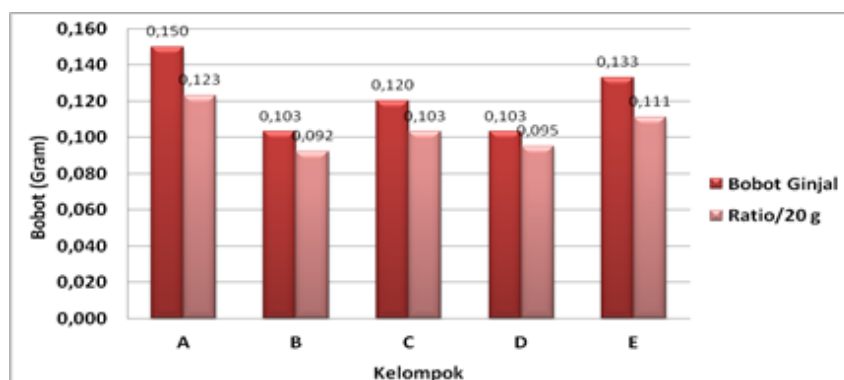
Gambar 1. Grafik rerata bobot badan mencit

Keterangan: A: Kontrol Negatif; B: Kontrol Positif; C: Kontrol Dosis 16,6 mg/Kg bb;
D: Kontrol Dosis 25 mg/Kg bb; E: Kontrol Dosis 33 mg/Kg bb.

Tabel 1. Rerata bobot badan, bobot ginjal dan ratio

Kelompok	Parameter		
	Bobot badan (gram)	Bobot Ginjal (gram)	Ratio
A	24,416 ± 0,682	0,15 ± 0,030	0,123 ± 0,025
B	21,829 ± 0,611	0,10 ± 0,028	0,092 ± 0,027
C	23,280 ± 0,470	0,12 ± 0,026	0,103 ± 0,023
D	21,173 ± 1,160	0,10 ± 0,035	0,095 ± 0,097
E	23,500 ± 0,912	0,13 ± 0,058	0,111 ± 0,113

Keterangan: A: Kontrol Negatif; B: Kontrol Positif; C: Kontrol Dosis 16,6 mg/Kg bb;
D: Kontrol Dosis 25 mg/Kg bb; E: Kontrol Dosis 33 mg/Kg bb.



Gambar 2. Grafik rerata bobot ginjal dan rasio

Keterangan: A: Kontrol Negatif; B: Kontrol Positif; C: Kontrol Dosis 16,6 mg/Kg bb;
D: Kontrol Dosis 25 mg/Kg bb; E: Kontrol Dosis 33 mg/Kg bb.

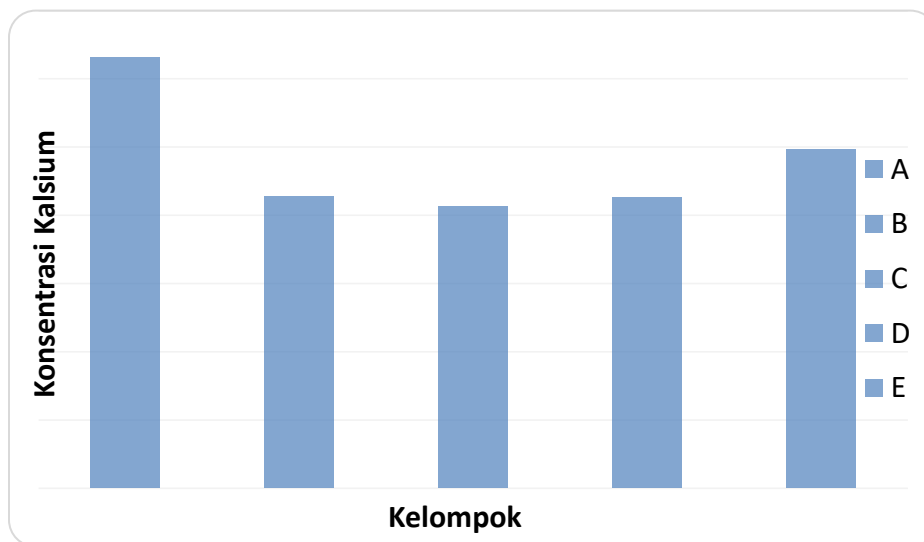
Konsentrasi kalsium.

Dari hasil analisis kadar kalsium (Tabel 2), secara statistik menunjukkan adanya perbedaan yang signifikan ($p < 0,05$). Pada kelompok positif dan kelompok dosis ekstrak, sedikit memberikan pengaruh pada penurunan kadar kalsium bila dibandingkan dengan kelompok negatif yang diinduksi dengan etilen glikol 0,75 % dan ammonium klorida 2 % (gambar 2).

Tabel 2. Rerata kadar kalsium (mg/L)

Kelompok	Parameter
	Kadar Kalsium (mg/L)
Kontrol Negatif	$6,323 \pm 0,947^1$
Kontrol Positif	$4,271 \pm 0,020^3$
Dosis ekstrak 16,6 mg/Kg bb	$4,129 \pm 0,100^3$
Dosis ekstrak 25 mg/Kg bb	$4,263 \pm 0,027^3$
Dosis ekstrak 33 mg/Kg bb	$4,961 \pm 0,016^2$

Keterangan: Superskrip yang berbeda menunjukan hal yang berbeda nyata ($p < 0,05$).



Gambar 3. Grafik rerata konsentrasi kalsium

Keterangan: A: Kontrol Negatif; B: Kontrol Positif; C: Kontrol Dosis 16,6 mg/Kg bb; D: Kontrol Dosis 25 mg/Kg bb; E: Kontrol Dosis 33 mg/Kg bb.

PEMBAHASAN

Nefrotoksik atau cedera yang terjadi pada bagian tubulus secara otomatis dapat meningkatkan bobot ginjal karena pembengkakan yang timbul akibat reaksi radang selain kadar mineral kalsium dan oksalat yang tinggi dalam ginjal. Pada kelompok ekstrak terjadi penurunan bobot ginjal karena dipengaruhi oleh aktivitas anti radang dari ekstrak daun belimbing wuluh sehingga dapat menurunkan bobot ginjal relatif akibat adanya *nefrotoksik* tersebut. Asam sitrat merupakan salah satu faktor penghambat batu ginjal yang dapat memecah kristal dengan mengikat kalsium menjadi kalsium sitrat yang lebih mudah larut dalam air, sehingga pertumbuhan kristal kalsium oksalat yang dapat mengobstruksi lumen tubulus akan terhambat. Oksalat dapat mencegah proliferasi sel epitel tubulus renalis melalui peningkatan reaksi oksidatif sel yang memproduksi radikal bebas yang dapat menyebabkan kerusakan sel tersebut (Atmani *et al.*, 2004 dan Han *et al.*, 2004).

Pencegahan proliferasi sel epitel tubulus renalis oleh oksalat melalui reaksi oksidatif sel dapat terhambat, ini disebabkan karena adanya aktivitas antioksidan dari ekstrak daun belimbing wuluh. Aktivitas tersebut dipengaruhi oleh adanya kandungan enzim *peroksidase* dan senyawa flavonoid. Potensi aktivitas antioksidan dari flavonoid dan enzim *peroksidase* adalah kemampuannya dalam mengumpulkan radikal bebas serta radikal peroksidasi lemak yang kemudian mengkatalis dan mencegah proses oksidasi reduksi senyawa peroksida (Painter, 2000 dan Biworo dkk, 2007). Mekanisme lain dari flavonoid sebagai peluruh kalsium batu ginjal yaitu dengan cara membentuk senyawa kompleks khelat yang stabil antara logam-logam dengan senyawa flavonoid membentuk Ca-Flavanoid sehingga senyawa kompleks tersebut lebih mudah larut dalam urin. Sinambela (2003) menyebutkan bahwa daun belimbing wuluh memiliki kadar kalium yang cukup tinggi yaitu 1,90%. Kandungan mineral kalium tersebut, juga memiliki aktivitas dalam melarutkan kalsium

yaitu dengan memisahkan ikatan kalsium dengan oksalat sehingga kalsium batu ginjal menjadi terlarut bersama urin (Suharjo dan cahyono, 2009).

Berdasarkan hasil analisis statistik *post hoc Duncan* kadar kalsium yang diperoleh pada tabel (Tabel 2), dapat terlihat pada kontrol negatif, kadar kalsium yang terukur dalam satuan (mg/L) yaitu 6,323 mg/L menunjukkan adanya perbedaan yang nyata ($p < 0,05$) dengan kelompok sediaan pembanding (jamu) dan kelompok dosis ekstrak. Seperti yang terlihat pada grafik (Gambar 3), kadar kalsium pada kelompok negatif lebih besar tingkat kenaikannya dari kelompok-kelompok sediaan pembanding (jamu) dan kelompok dosis ekstrak. Kadar kalsium yang terukur pada kelompok pembanding (jamu) B 4,271 mg/L dengan kelompok dosis ekstrak C 4,263 mg/L dan D 4,961 mg/L tidak menunjukkan perbedaan yang nyata ($p > 0,05$), tetapi bila dibandingkan dengan kelompok negatif menunjukkan adanya perbedaan secara signifikan ($p < 0,05$). Begitupun kadar kalsium yang terukur pada kelompok dosis ekstrak E 4,129 mg/L menunjukkan adanya perbedaan yang nyata bila dibandingkan dengan kelompok negatif ($p < 0,05$) tetapi tidak menunjukkan perbedaan yang nyata bila dibandingkan dengan kelompok sediaan pembanding (jamu) B dan kelompok dosis ekstrak C dan D.

Kelompok (jamu) dan ekstrak cenderung mengalami proses pembentukan kadar kalsium oksalat yang menyebabkan adanya kelainan pada ginjal, yang menyebabkan terjadinya kenaikan kadar kalsium, namun dengan adanya pemberian ekstrak dan jamu yang dapat mengurangi proses tersebut dengan mekanisme pelarutan kalsium oksalat dalam ginjal, sehingga kadar kalsium oksalat pada ginjal mulai berkurang.

Dari hasil analisis kadar kalsium, kelompok yang diberi ekstrak etanol daun belimbing wuluh (*Averrhoa bilimbi* L.) memberikan pengaruh yang cukup besar dalam menghambat dan mengurangi pembentukan kalsium oksalat batu ginjal (*nephrolithiasis*) seperti yang terlihat pada gambar 3.

3. KESIMPULAN

Hasil uji statistik menunjukkan bahwa kelompok dosis ekstrak C cenderung memberikan tingkat penurunan kadar kalsium yang cukup besar dari kelompok dosis

ekstrak D dan E. Hal ini dapat diasumsikan bahwa dengan pemberian dosis ekstrak 16,6 mg/Kg bb dan 25 mg/Kg bb dapat memberikan pengaruh yang sama secara statistik, sehingga dosis ekstrak yang paling efektif yaitu dosis ekstrak 16,6 mg/Kg bb. Sehingga dari hasil perhitungan statistik yang diperoleh, kelompok dosis ekstrak C lebih baik dalam menghambat dan mengurangi pembentukan kalsium oksalat dibanding kelompok dosis ekstrak D dan E.

5. UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terimakasih kepada BPOM kota Palu untuk penggunaan spektrofotometri serapan atom.

DAFTAR PUSTAKA

- Anggara, A., Febram, B.P., and Madyastuti, R., 2012. *Antilithiasis Activity of Avocado (Persea americana Mill) Leaves Extract in White Male Rats*. Bogor. Hayati Journal of Biosciences March 2012 Vol. 19 No. 1, p 49-52.
- Atmani, F., Gerald, F., John, L., 2004. *Extract From Herniaria Hirsuta Coats Calcium Oxalate Monohydrate Crystals And Blocks Their Adhesion To Renal Epithelial Cells*. The Journal of Urology. 172(4 Pt 1):1510-4.
- Bipat, R., J.R. Tolsie, R.F. Joemnanbaks, J.M. Gummels, J. Klavermeide, N. Jhanjan, S. Orie, K. Rarajiawan, A. van Brusel, R.C. Soekhoe and D.R.A. Mans, 2008. *Effects Of Plants Popularty Used Against Hypertension On Nornephineprine-Stimulated Guinea Pig Atria*. Pharmacognosy, 4 (13) : 12-19.
- Biworo, A., Suhartono, E., Setiawan, B., 2007, *Aktivitas Antioksidan Enzimatik Infus Daun Belimbing Wuluh (Averrhoa Bilimbi Linn) Dan Potensinya Sebagai Analgetik*. MKB Volume xxxix No.2.
- Green, ML., Hatch M., Freel RW., 2005. *Ethylene Glycol Induces Hyperoxaluria Without Metabolic Acidosis In Rats*. AJP-Renal Physiology. 289(3):536-543.
- Grover, PK., Thurgood, LA., Fleming, DE., Bronswijk, W., Wang, T., Ryall, RL., 2007. *Intracrystalline Urinary Proteins Facilitate Degradation And Dissolution Of Calcium Oxalate Crystals In Cultured Renal Cells*. AJP-Renal Physiology. 294:355-36.

- Han, HJ., Lim, MJ., Lee, YJ., 2004. *Oxalate Inhibits Renal Proximal Tubule Cell Proliferation Via Oxidative Stress, P38 MAPK/JNK, And Cpla2 Signaling Pathways*. AJP-Renal Physiology. 287:1058-1066.
- Painter, FM. 2000. *Antioxidant Flavonoids: Structure, Function And Clinical Usage*. Alternative Medicine Review. 1(2):103-111.
- Puswaningrum, K., dkk, 2009, *Aktivitas Sari Lobak (Raphanus sativus L.) Terhadap kelarutan Batu ginjal kalsium secara in vitro*, Jurnal Bahan Alam Indonesia Vol. 7, No.1 : 32-35, Depok.
- Sinambela, J.M., 2003, *Standarisasi sediaan obat herba*, Prosiding seminar dan Pameran Nasional Tumbuhan Obat Indonesia XXIII : 36-43.
- Suharjo, B., Cahyono, Sp. PD, 2009. *Batu Ginjal*, Kanisius, Yogyakarta, Hal: 27, 30-31, 48-49, 82.
- Sumoerdji, A., Soediro, I., Padmawinata, K., Dhianawaty, D., 2004, *Isolasi, Karakterisasi dan Uji Aktivitas Antikalkuli Apigenin 7-o-glukosida dari daun Sonchus arvensis L., pada Tikus dengan Metode Matriks-Asam glikolat*, Jurnal Bahan Alam Indonesia ISSN 1412-2855 Vol. 3, No. 1, Bandung.

ANALISIS MEDIA QUENCHING POLIMER SINTESIS, AIR DAN CAMPURAN TERHADAP KEKERASAN BAJA

*(Analysis of Medium Quenching Polimer Synthesis, water, and Mixture against
Hardness of Steel)*

Yohan

Jurusan Teknik Mesin, Universitas Pamulang, Pamulang, Tangerang Selatan, Indonesia.

Email/Telp: Yohan_nk07@yahoo.co.id

ABSTRAK

Pada jenis baja DIN 1.2316, ASSAB 760, dan ASTM-A36 telah dilakukan proses *heat treatment* dengan media *quenching* yang berbeda, baik menggunakan polimer sintesis, air, dan *collant water* menghasilkan sifat fisik berbeda, salah satunya kekerasan terhadap material yang diproses. Media *quenching* yang paling baik adalah air yang mempunyai selisih nilai kekerasan sebesar 42- 45 HRC sedangkan oli hanya mencapai 7-9 HRC. Pada variasi *quenching* nilai kekerasan baja *treatment* yang mendekati nilai air adalah media DOP dimana bahan ini bersifat pencegah material baja dari korosi yang menghasilkan nilai kekerasan baja pada percobaan baja DIN1.2316.

Kata kunci : baja, *quenching*, material

ABSTRACT

The type of steel such as DIN 1.2316 , ASSAB 760 and ASTM-A36, heat treatment with different quenching media using synthetic polymer, Water, and Collant water has resulted in different physical properties of one of the hardness of processed material. The best quenching medium is water that has a difference in hardness value of 42-45 HRC while oil only reaches 7-9 HRC. In the quenching variation the hardness value of the treatment steel close to the water value is the DOP medium wherein this material is a precursor of steel material from corrosion resulting in the hardness value of steel in DIN1.2316 steel experiments.

Key words: *steel, quenching, material*

1. PENDAHULUAN

Perlakuan panas (*heat treatment*) adalah proses pemanasan dan pendinginan material yang terkontrol dengan maksud merubah sifat fisik dan untuk tujuan tertentu. Perubahan sifat logam akibat proses perlakuan panas dapat berpengaruh ke seluruh bagian dari logam atau sebagian dari logam. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui perubahan

kekerasan dan struktur mikro dengan media *quenching* polimer yaitu oli dan larutan mineral, air garam pada jenis baja tertentu. Dengan adanya akibat perbedaan media *quenching* pada saat proses pemanasan (*heat treatment*) terjadi perubahan fasa pada baja. Selain titik didih larutan, viskositas juga mempengaruhi terhadap laju pendinginan pada benda uji. Menurut Syaefudin, semakin kecil viskositas menyebabkan kecepatan *quenching* meningkat. Perlakuan ini terdiri dari memanaskan baja sampai temperatur pengerasannya (temperature *austenisasi*) dan menahannya pada temperatur tersebut untuk jangka waktu tertentu dan kemudian didinginkan dengan laju pendinginan yang sangat tinggi atau di *quench* agar diperoleh kekerasan yang diinginkan. Alasan memanaskan dan menahannya pada temperature *austenisasi* adalah untuk melarutkan sementit dalam austenite kemudian dilanjutkan dengan proses *quench*. Dengan dilakukannya *quenching* ini, terjadi adanya fasa-fasa pada logam antara lain : ferrite, pearlite, bainite, martensite, dan austenite. Masing-masing struktur ini memiliki sifat mekanik yang berbeda-beda.

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah oven dan *rockwell*. Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah larutan DOP, oli motor, air garam, natrium karbonat, aquades, *collant water*, baja DIN 12316, baja SKD 61, dan ASTM A36

B. Metode

Proses *Heat Treatment*

Proses *heat treatment* dilakukan pada temperatur 550-800 °C dengan *holding time* selama 20 menit kemudian dilakukan *quenching* sampai mencapai temperatur ruang.

Pengujian

Pengujian kekerasan dilakukan dengan menggunakan *rockwell* di laboratorium metallurgi Universitas Pamulang.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

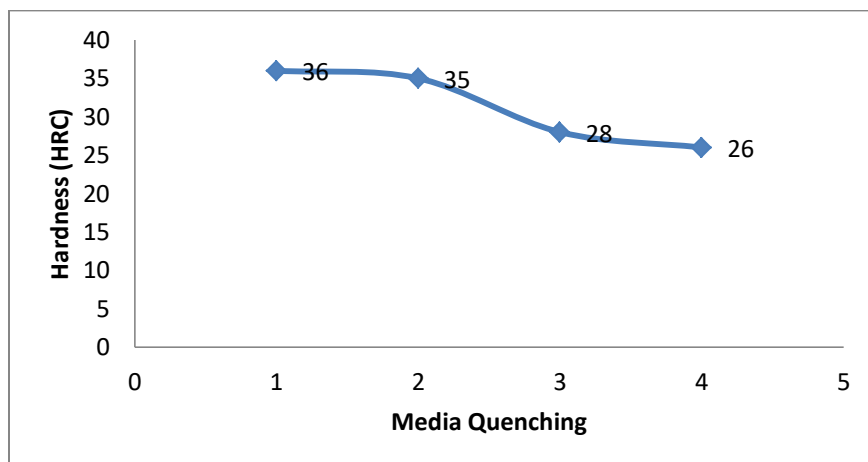
Hasil pengukuran menggunakan *rockwell* pada masing-masing baja pada media *quenching* berbeda ditunjukkan pada grafik dibawah ini :

Heat treatment pada temperatur yang sama dengan variasi media quenching

Perlakuan panas pada temperatur yang sama terjadi pada dua temperatur tetap yaitu 550 dan 800 °C dengan media *quenching* yang berbeda-beda.

Heat treatment pada temperatur 550 °C dengan media quenching berbeda

Perlakuan panas dilakukan pada temperatur 550 ° C dengan media *quenching* berbeda pada baja DIN 1.2316 terlihat pada grafik 1, pada benda tanpa *heat treatment* mempunyai tingkat kekerasan yang lebih tinggi dari pada setelah *diheat treatment*, hal ini dikarenakan kemungkinan sebagian terjadinya perubahan fasa austenit atau sementit (Fe_3C) menjadi fasa ferit. Perubahan sementit atau austenit menjadi ferit lebih sedikit terjadi pada media *quenching Dioctyl phthalate (DOP)* dan lebih banyak terjadi pada media oli (C18-C20). Menurut *Gloria Material Technology Corp* komposisi kimia pada benda uji DIN 1.2316 mengandung 0,33% - 0,43% C, sehingga baja DIN 1.2316 tergolong kedalam baja karbon medium. Baja karbon medium mengandung 0,3%-0,6% C (Olson,dkk., 1993). Juga terdapat unsur crom (Cr) = 15% - 17% yang berpengaruh terhadap peningkatan ketangguhan baja terhadap temperatur tinggi (Amanto, 1999).

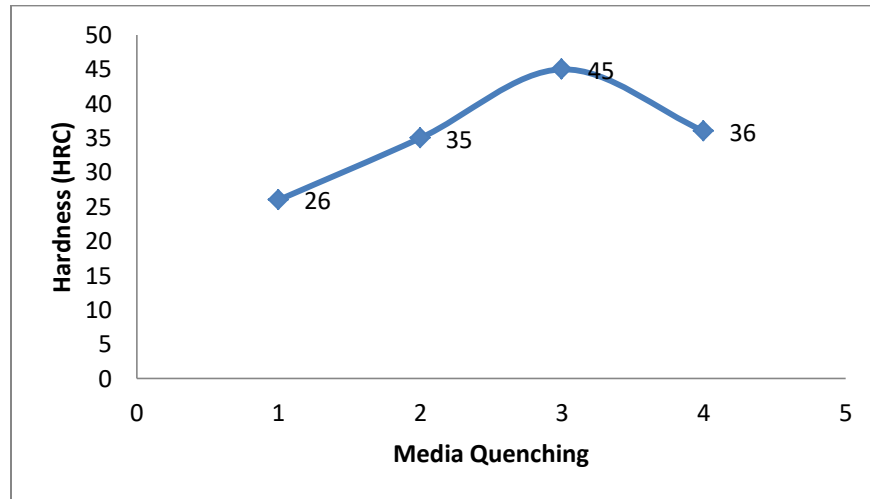


Gambar 1. Grafik tingkat kekerasan DIN1.2316 terhadap media Quenching, 1 (Pretratment), 2 (DOP), 3 (Air), 4 (Oli SAE 10 W) pada temperatur 550 °C.

Menurut Syaefudin, semakin kecil viskositas menyebabkan kecepatan *quenching* meningkat. Pada media *quenching* DOP, air, dan oli pada temperatur ruang mempunyai nilai viskositas masing-masing 41,9 mPa.s, 1,0 mPa.s, dan 200 mPa.s (Tipler, 1991; Lorenzo, 1997). Koefisien termal memberikan pengaruh terhadap perubahan fasa pada baja yang dipanaskan. Pada zat yang memiliki nilai viskositas yang lebih tinggi cenderung memiliki koefisien termal yang lebih kecil dari pada viskositas yang rendah sehingga media oli memiliki tingkat kekerasan yang lebih rendah dari kedua media *quenching* lainnya.

Heat treatment pada temperatur 800 °C dengan media *quenching* berbeda

Perlakuan panas dilakukan pada temperatur 800 °C dengan media *quenching* berbeda pada baja ASTM-A36 terlihat pada grafik 2, pada percobaan ini menunjukkan material baja ASTM-A36 *pretreatment* memiliki nilai kekerasan yang lebih rendah dari pada yang telah dilakukan *heat treatment*. Peristiwa ini menunjukkan sebagian terjadinya perubahan fasa dari ferrit menjadi sementit (Fe_3C). Pada menggunakan media air memiliki nilai yang lebih tinggi dari semua media. Hal ini menunjukkan bahwa air memiliki koefisien termal yang lebih cepat dibandingkan media lainnya.



Gambar 2. Grafik tingkat kekerasan baja ASTM-A36 terhadap media *quenching*, 1 (Pretratment), 2 (Collant water), 3 (Air), 4 (Oli SAE 40 W) pada temperatur 800 °C.

Fe_3C mempunyai sel satuan *ortorombik* dengan 12 atom besi dari 4 atom karbon per sel, jadi kandungan karbon 6,17 % (berat) mempunyai berat jenisnya 7,6 Mg/m^3 (7,6 g/cm^3). Pada media *collant water* yang merupakan campuran glycol dan air yang mempunyai viskositas sebesar 31.72 mPa.s sedangkan oli SAE 40 w mempunyai nilai viskositas sebesar 750 mPa.s, tentunya nilai perbedaan yang tidak terlalu jauh antara *coolant water* dan oli SAE 40 W merupakan pengaruh maksimum dari kestabilan fasa pada baja pada tingkat koefisien termal tertentu.

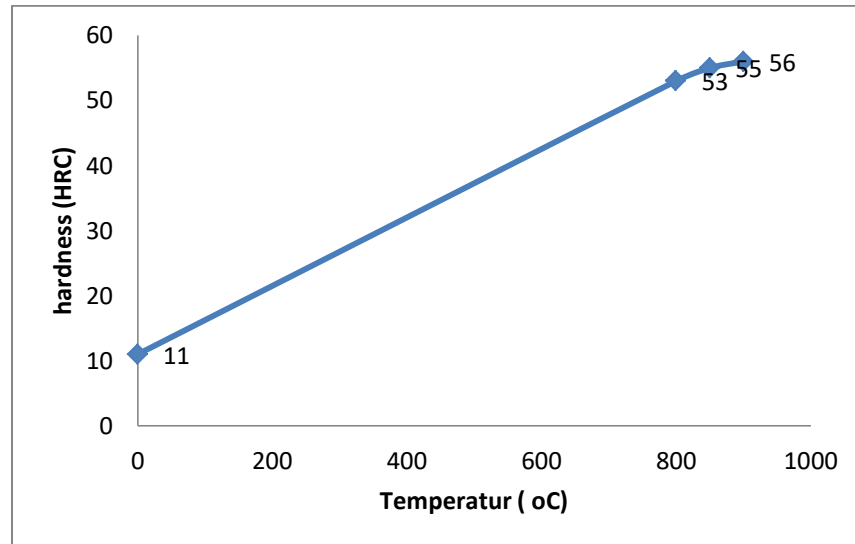
Heat treatment pada temperatur 800-900 °C dengan media *quenching* air dan oli SAE 40 W

Pada perlakuan *heat treat* yang sebelumnya pada temperatur tetap, penelitian bagian ini dilakukan dengan variasi temperatur terhadap dua media *quenching*, yaitu air dan oli SAE 40 W. Penelitian ini bertujuan untuk melengkapi ataupun memperkuat pengaruh koefisien termal media *quenching* terhadap pembentukan fasa sementit.

Heat treatment pada temperatur 800-900 °C dengan media *quenching* air

Pada *heat treatment* ini dilakukan pada temperature 800, 850, dan 900 °C, sehingga pada temperatur ini akan membentuk fasa sementit. Pengaruhnya terhadap kenaikan

temperature adalah semakin naik mencapai 900 °C maka semakin banyak sementit terbentuk, terlihat pada gambar 3 dibawah ini.

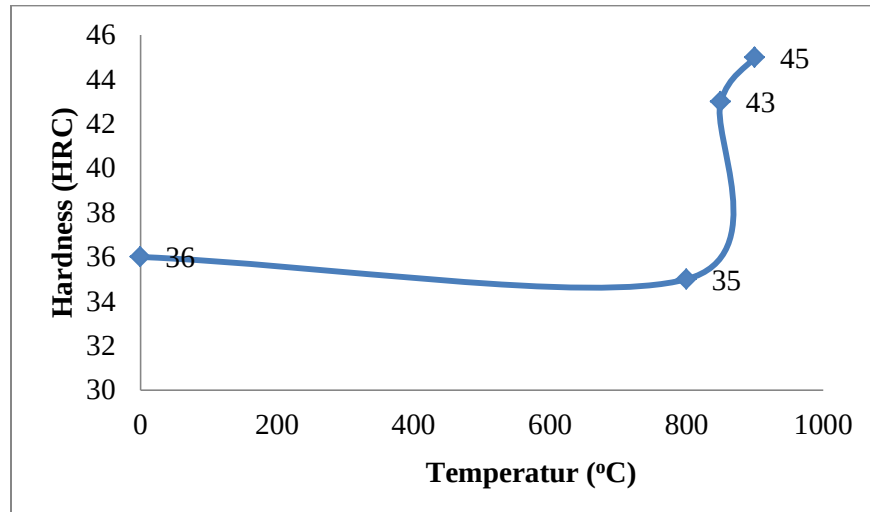


Gambar 3. Grafik hubungan kenaikan temperatur terhadap kekerasan baja ASSAB 760.

Pada percobaan ini nilai baja ASSAB 760 sebelum *diheat treatment* mempunyai nilai kekerasan sebesar 11 HRC. Setelah dilakukan *heat treatment* mengalami selisih kenaikan sebesar 42-45 HRC. Hal ini menunjukkan bahwa air mempunyai tingkat *quenching* yang sangat tinggi.

***Heat treatment* pada temperatur 800-900 °C dengan media *quenching* oli SAE 40 W**

Pada penggunaan media *quenching* oli didapatkan selisih kenaikan nilai kekerasan sebesar 7-9 HRC. Hal ini menunjukkan bahwa oli mempunyai tingkat *quenching* yang rendah terhadap pembentukan fasa sementit yang diakibatkan koefisien transfer panas yang lambat, terlihat pada gambar 4 dibawah ini.



Gambar 4. Grafik hubungan kenaikan temperatur terhadap kekerasan baja DIN 1.2316

Dari hasil dua percobaan tersebut air mempunyai nilai *quenching* yang lebih besar dari pada oli sehingga memungkinkan adanya pengaruh *transfer* panas ke permukaan lingkungan yang lebih cepat dan lambat. Percobaan ini dapat dikaitkan dengan perpindahan panas pada kondisi konduksi dan konveksi.

4. KESIMPULAN

Dalam tulisan ini telah dijelaskan pengembangan yang dilakukan pada jenis *quenching* terhadap kekerasan baja DIN 1.2316, ASSAB 760, dan ASTM-A36 telah dilakukan proses *heat treatment* dengan media *quenching* yang berbeda, baik menggunakan polimer sintesis, air, dan *collant water*. Media *quenching* yang paling baik adalah air yang mempunyai selisih nilai kekerasan sebesar 42- 45 HRC, sedangkan oli hanya mencapai 7-9 HRC. Pada variasi *quenching* nilai kekerasan baja *treatment* yang mendekati nilai air adalah media DOP dimana bahan ini bersifat pencegah material baja dari korosi yang menghasilkan nilai kekerasan baja pada percobaan baja DIN1.2316.

DAFTAR PUSTAKA

- V&P Scientific INC. 1987. *Innovator in liquid Handling Arraying and Mixing*. San Diego.
www.vp-scientific.com
- Olson.D.L. dkk. 1993. *Welding, Brazing, and Soldering*. ASM International ISBN : 978-0-87170-328-8. Khanna Publisher. Delhi- India. 10th edition. 1980.
- Brebbia CA, Keramidas GA. 1984. *Computational Methods and Experimental Measurements*. Springer – Verlag. Berlin. Heidelberg. New York.
- Sriati Djaprie. 1987. *Ilmu dan Teknologi Bahan*. edisi Ke-4. Jakarta: Penerbit Erlangga.
- Holman JP. 1976. *Heat Transfer*. 4th edition. McGraw-Hill Kogakusha Ltd. Tokyo. Japan.
- Frank P Incropera, David P De Witt. 1990. *Introduction to Heat Transfer*. 2nd edition. John Wiley & Sons. Singapore.

EVALUASI MIGRASI DI-(2-ETILHEKSIL)FTALAT DARI BOTOL POLIETILENA TEREF TALAT MENGGUNAKAN GC/MS

(Evaluation of Migrasi-(2-Etylheksil) Ftalat From Polyetylena Bottle Terefalat Using GC/MS)

* Fauzan Amin¹, Eti Rohaeti² dan Mohamad Rafi²

¹Jurusan Analis Kimia, Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon, Banten

²Departemen Kimia, Institut Pertanian Bogor

Email/Telp: khotibkhottob@gmail.com/ 085715034089

ABSTRAK

Di-(2-etilheksil)ftalat (DEHP) merupakan bahan yang ditambahkan pada pembuatan botol polietilena tereftalat (PET) yang umumnya digunakan sebagai pengemas air mineral atau minuman ringan. DEHP telah diketahui bersifat karsinogen. *Environmental Protection Agency* menetapkan ambang batasnya dalam air minum sebesar 6 ppb. Migrasinya pada minuman yang dikemas dalam botol ini perlu diwaspadai dan dipengaruhi pengawet, suhu, dan pengisian ulang. Hasil penelitian menunjukkan konsentrasi DEHP dalam air mineral sebesar 11.248 ppb, dalam minuman berpengawet natrium benzoat 12.052 ppb, dalam minuman mengandung antioksidan ditambah pengawet campuran kalium sorbat dan natrium benzoat kurang dari 2 ppb. Kadar DEHP pada air mineral dan minuman berpengawet natrium benzoat setelah dipanaskan pada suhu 32 °c selama tiga jam terjadi penurunan sebesar 86 dan 96.3%. Minuman berpengawet campuran kalium sorbat dan natrium benzoat mengalami kenaikan kandungan DEHP sebesar 300% dan kurang dari 2 menjadi 3.856 ppb pada minuman yang mengandung antioksidan. Sampel air setelah digunakan untuk mengisi ulang botol PET yang semula berisi minuman ringan berpengawet natrium benzoat mengandung DEHP yang cukup tinggi, yaitu 14.748 ppb. Adapun pada sampel air lain dari pengisian ulang tidak ditemukan DEHP yang bermigrasi. Penentuan kandungan DEHP dalam sampel minuman sebaiknya digunakan metode penambahan standar karena memiliki linearitas yang lebih baik dari metode kalibrasi eksternal.

Kata kunci: migrasi, DEHP, PET

ABSTRACT

Di-(2-ethylhexyl)phthalate (DEHP) is additive plasticizer in production of polyethylene terephthalate (PET) bottles which is commonly used for bottling. DEHP is carcinogenic and the Environmental of Protection Agency has established a maximum admissible concentration (MAC) in water of 6µg/L for DEHP. Its migration into drinking water contained in PET bottles was analyzed according to the type of preservative used,

temperature, and refilling the used of PET bottles. The result showed the level of DEHP migration for mineral water was 11.248 ppb, to soft drink preserved with Na-benzoate was 12.052 ppb, to soft drink contained antioxidant and preserved with a combination of Na-benzoate and K-sorbate were lower than 2 ppb. The level of DEHP migration After heated at 32 °C for three hours decreased to 86 and 96.3% for mineral water and soft drink preserved with Na-benzoate, respectively. Soft drink preserved with a combination of Na-benzoate and K-sorbate increased the level of DEHP migration after heated until 300% and from lower than 2 ppb to 3.856 ppb for soft drink contained antioxidant. The sample of water used to refill the used PET bottle and preserved with Na-benzoate showed the highest level of DEHP migration (14.748 ppb). However, in other samples DEHP was not detected. To determine the concentration of DEHP in water sample, standardized addition methode should be used because it has better linear correlation than external calibration method.

Key words: *migration, PET, DEHP*

1. PENDAHULUAN

Pemanfaatan kembali botol bekas sebagai wadah air minum merupakan cara yang mudah terutama saat bepergian agar air selalu tersedia ketika dibutuhkan. Kebiasaan mengisi ulang botol air mineral merupakan kebiasaan jutaan penduduk Indonesia bahkan di dunia (Haryono 2009). Kebiasaan tersebut tidak memperhatikan kemungkinan bahaya yang ditimbulkan akibat kontaminasi senyawa kimia dari bahan plastik yang digunakan.

Isu adanya bahaya yang ditimbulkan sebenarnya sudah menyebar secara luas di kalangan masyarakat. Hal ini dapat dilihat dengan banyaknya pemberitaan melalui media elektronik tentang pengkodean pada botol yang akan menimbulkan bahaya karsinogen melalui proses difusi bahan kimia berbahaya terutama jika digunakan lebih dari dua kali. Simbol atau kode itu dikeluarkan oleh The Society of Plastic Industry (SPI) sejak tahun 1988 di Amerika Serikat dan telah diadopsi oleh lembaga-lembaga yang mengembangkan sistem kode, seperti *International Organization for Standardization (ISO)*.

Kode berkaitan dengan cara penggunaan dan untuk kepentingan proses daur ulang bahan-bahan botol. Kode 1 biasa dipakai untuk botol plastik yang jernih seperti botol air mineral, jus, dan hampir semua jenis botol plastik lainnya yang direkomendasikan hanya untuk sekali pakai, karena bila digunakan ulang akan mengeluarkan senyawa karsinogenik

(SPI 1988). Namun demikian, masyarakat awam banyak yang belum mengetahui adanya pengkodean tersebut karena terbatasnya informasi yang mereka peroleh.

Bahaya dapat timbul karena minuman ringan dan air mineral umumnya dikemas dalam botol plastik yang terbuat dari polietilena tereftalat (PET) dengan bahan tambahan pemlastis di-(2-etilheksil)ftalat (DEHP). Kandungan DEHP pada bahan polimer pembuat botol plastik bervariasi tetapi umumnya sebesar 30% (b/b) (ECPI 2009). Dengan demikian, botol PET yang memiliki bobot 18.9854 gram mengandung DEHP sebesar 5.6956 gram. Jumlah tersebut dapat menyebabkan minuman terkontaminasi dengan kelarutan DEHP dalam air sebesar 40 ppb (Yalkowsky & He 2003).

DEHP merupakan zat yang bersifat karsinogen. Senyawa ini telah terbukti bisa menyebabkan tumor hati pada tikus. Hal ini didukung dengan penemuan bahwa monoester mono-(2-etilheksil)ftalat (MEHP) yang merupakan hasil degradasi DEHP bisa menyebabkan kerusakan DNA. Ambang batas DEHP dalam air minum adalah sebesar 6 ppb (EPA 1997).

DEHP dapat bermigrasi dari bentuk terikat pada botol ke dalam air dengan membentuk sistem koloid. Migrasi DEHP dipengaruhi oleh keasaman (pengawet yang digunakan), suhu, dan waktu. Kandungan DEHP pada minuman ringan lebih tinggi dari air mineral dikarenakan rendahnya nilai pH dan adanya pengawet pada minuman ringan (Bosnir *et al.*, 2007). Suhu yang tinggi dan lama waktu penyimpanan akan meningkatkan konsentrasi DEHP yang bermigrasi ke dalam air minum (Farhoodi *et al.*, 2008). Biscardi *et al.*, (2003) menyatakan bahwa DEHP akan terkandung dalam air mineral setelah 9 bulan penyimpanan dalam botol PET. Padahal fakta menunjukkan terdapatnya batas kadaluarsa lebih dari satu tahun pada beberapa produk air mineral dalam kemasan botol PET.

DEHP dalam sampel minuman ditentukan dengan ekstraksi cair-cair menggunakan diklorometana. Ekstrak dianalisis secara langsung menggunakan GC/MS. Penelitian bertujuan mengevaluasi jumlah DEHP yang bermigrasi dari botol PET ke dalam minuman ringan dan air mineral dengan pengaruh perbedaan pengawet yang digunakan, suhu, dan botol bekas yang diisi ulang. Kestabilan DEHP dalam air dipengaruhi pH, konduktivitas, kandungan oksigen terlarut, dan nilai alkalinitas.

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan ialah GC/MS (Shimadzu), penangas air, *shaker*, vial kecil bertutup, pH meter (TOA Elektronik Ltd), konduktometer (*Eutech Instruments*), dan peralatan gelas yang umum digunakan di laboratorium kimia.

Bahan-bahan yang digunakan meliputi sampel dan bahan-bahan kimia pereaksi. Sampel terdiri atas botol PET berisi minuman ringan dengan pengawet natrium benzoat, campuran kalium sorbat dan natrium sorbat, minuman ringan yang mengandung antioksidan, dan air mineral. Selain itu digunakan sampel air untuk mengisi ulang. Bahan lainnya adalah larutan buffer pH 4 dan 7, KCl 0.01 M, HCl 0.1 N, boraks, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 N, larutan baku KIO_3 , KI 1 N, HCl 1 N, larutan azida-alkali, MnSO_4 , H_2SO_4 pekat, indikator merah metil, jingga metil, dan amilum, larutan standar DEHP (Sentra Teknologi Polimer), NaOH 10 M, NaOH 0.1 N, NaCl, dan diklorometana.

B. Metode

Sampel air diperoleh dengan cara membeli minuman ringan dalam botol PET dengan bahan pengawet natrium benzoat, campuran antara kalium sorbat dan natrium benzoat, minuman yang mengandung antioksidan, dan air mineral di toko. Sampel air dipanaskan selama 32 °C selama 6 jam. Sampel sebelum dan sesudah pemanasan ditentukan kandungan DEHPnya. Pemilihan suhu tersebut didasarkan pada rerata suhu terpanas di kota-kota Indonesia adalah 32 °C (BMKG 2009). Hal ini dilakukan untuk mengetahui pengaruh suhu dan sifat minuman pada kandungan DEHP yang bermigrasi ke dalam sampel air.

Botol PET kosong diisi dengan sampel air (pada suhu kamar) dan dibiarkan selama enam jam. Setelah enam jam air dituang, dibuang, dan botol dibiarkan kosong hingga esok harinya. Pengisian dan penuangan air diulangi setiap hari hingga hari kesembilan. Pada hari kesepuluh pengisian diulangi lagi tetapi air tidak dibuang melainkan ditampung dalam

wadah gelas untuk ditentukan kandungan DEHPnya. Pengukuran DEHP dilakukan menggunakan GC/MS. Blangko dipersiapkan seperti sampel hanya saja dituang dalam wadah gelas. Jumlah sampel minuman ringan yang ditentukan sebanyak tiga macam dan air mineral satu macam. Setiap botol diisi ulang satu kali sehingga dilakukan tiga belas kali pengukuran DEHP.

Perlakuan sampel di atas berdasarkan pertimbangan bahwa pada umumnya masyarakat yang menggunakan kembali botol air minum akan meminum air didalamnya tidak lebih dari enam jam. Setelah enam jam mereka akan mencuci botol tersebut untuk disimpan atau diisi kembali dengan air yang baru. Botol tersebut biasanya tidak digunakan setiap hari karena mungkin saja disimpan terlebih dahulu dan menggunakannya lagi pada hari berikutnya. Sepuluh hari merupakan waktu yang cukup untuk menggambarkan risiko dari penggunaan kembali botol air minum.

Karakteristik kimia yang harus dianalisis pada sampel air yang digunakan pada pengisian ulang meliputi penentuan nilai pH, konduktivitas, oksigen terlarut, dan alkalinitas (Biscardi *et al.*, 2003). Penentuan nilai pH air dilakukan menggunakan pH meter (Metode APHA, AWWA, WEF No. 45 2005). Nilai konduktivitas ditentukan menggunakan konduktometer (Metode APHA, AWW Oksigen terlarut ditentukan dengan titrimetri menggunakan larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (Metode APHA, AWWA, WEF No. 45 2005). Larutan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 N distandardisasi terlebih dahulu dengan larutan baku KIO_3 0.025 N. (Harjadi 1986).

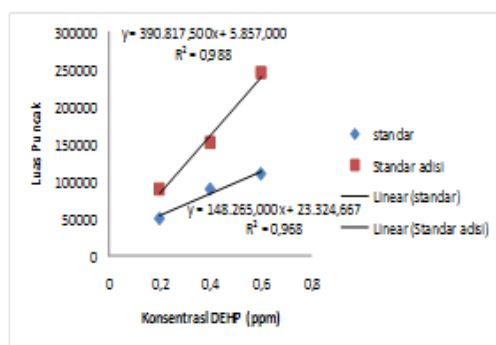
Alkalinitas air adalah kapasitas air untuk menetralkan asam kuat pada suatu pH tertentu. Alkalinitas ditentukan dengan titrimetri menggunakan larutan baku asam sulfat atau HCl (Metode APHA, AWWA, WEF No. 45 2005). Larutan HCl 0.1 N yang digunakan distandardisasi terlebih dahulu dengan larutan baku boraks (Harjadi 1986). Ekstraksi DEHP diawali dengan mengambil Sebanyak 75 ml sampel air dinetralkan dengan NaOH atau HCl. Kemudian ditambahkan 20 gram NaCl dan larutan diekstrak dengan cara mengocok campuran selama 12 jam dalam vial tertutup dengan 3 ml diklorometana. Ekstrak dianalisis secara langsung menggunakan GC/MS (Farhoodi *et al.*, 2008). Standar dan blangko diperlakukan sama seperti sampel hanya menggunakan aquades sebagai pengganti sampel.

Metode penambahan standar dilakukan seperti sampel dengan cara menambahkan konsentrasi DEHP pada berbagai konsentrasi.

Analisis GC/MS dilakukan menggunakan GC/MS Shimadzu. Laju alir helium, hidrogen, dan udara adalah 4, 30, dan 300 ml/menit. Suhu sisi injeksi dan detektor dijaga pada 250 dan 280 °C. Suhu oven terprogram dimulai dari 50 °C selama 3 menit dan meningkat dengan kecepatan 15 °C/menit sampai 260 °C. Selanjutnya dilakukan secara isothermal sampai kromatogram diperoleh. Identifikasi senyawa dilakukan dengan membandingkan waktu retensi dengan larutan standar DEHP menggunakan dua ion dan perbandingannya pada setiap analit (Farhoodi *et al.*, 2008).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Metode yang digunakan pada penelitian ini adalah metode kalibrasi eksternal. Perlakuan pada standar dan blangko menggunakan aquades sebagai pengganti sampel. Hal tersebut belum sepenuhnya dapat menggantikan matriks dalam sampel. Oleh karena itu, perlu suatu metode pembanding untuk melihat pengaruh dari matriks. Salah satu metode yang digunakan sebagai pembanding adalah metode penambahan standar.



Gambar 1. Perbandingan kurva standar metode kalibrasi eksternal dengan penambahan standar

Pada Gambar 1, terlihat adanya kenaikan luas puncak di setiap konsentrasi standar tanpa penambahan sampel (standar) dengan standar yang ditambahkan sampel (penambahan standar). Metode penambahan standar menunjukkan nilai R^2 yang lebih besar dari pada R^2 pada metode kalibrasi eksternal (Gambar 1). Hasil tersebut menunjukkan

adanya pengaruh matriks pada jumlah DEHP yang bermigrasi ke dalam sampel. Oleh karena itu, dapat dikatakan metode penambahan standar lebih baik dari pada metode kalibrasi eksternal pada penentuan kandungan DEHP dalam air.

Sampel air yang digunakan untuk mengisi ulang keempat botol PET perlu ditentukan karakteristik kimianya meliputi pH, konduktivitas, oksigen terlarut, dan alkalinitas. Nilai karakteristik kimia sampel air ditunjukkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Karakteristik Kimia Sampel Air Pengisian Ulang

Parameter	Nilai
pH	6.88
Konduktivitas	51.3 μ S
Oksigen Terlarut	6.41 mg/L
Alkalinitas	12.08 mg CaCO ₃ /L

Nilai pH dari sampel air yang digunakan masih berada pada kisaran pH netral. Nilai pH memengaruhi kestabilan DEHP karena pH yang rendah akan menyebabkan semakin banyak DEHP yang terlarut sedangkan pH tinggi akan menyebabkan DEHP terdegradasi menjadi senyawa lain. Nilai konduktivitas erat kaitannya dengan kandungan anion dan kation yang larut dalam air. Anion dan kation membantu kestabilan DEHP dengan cara mengikatnya ke dalam bentuk yang lebih stabil. Nilai konduktivitas sampel air yang tertera pada Tabel 1, masih berada pada kisaran yang rendah sehingga migrasi DEHP belum dipengaruhi oleh anion dan kation yang terkandung dalam sampel air.

Oksigen terlarut menggambarkan kemampuan sampel air mengoksidasi senyawa kimia, termasuk DEHP. Pengoksidasi yang kuat akan menyebabkan DEHP terpolimerisasi secara tidak terkontrol. Kandungan oksigen terlarut sampel yang memiliki nilai 6.41 mg/L dapat dikatakan rendah karena sedikit di atas ambang batas baku mutu air untuk media hidup fauna perairan darat sebesar < 5 mg/L (Hartoto dan Mulyana 1996). Hal tersebut menjamin bahwa DEHP dalam sampel air tidak terpolimerisasi dan tetap stabil.

Nilai alkalinitas memiliki peranan penting dalam kestabilan DEHP. Alkalinitas yang tinggi akan menyebabkan DEHP terdegradasi karena bereaksi dengan OH membentuk mono-(2-etilheksil)ftalat (MEHP). Alkalinitas dikatakan tinggi jika mengandung lebih dari

500 mg/L CaCO_3 dan rendah jika kurang dari 50 mg/L CaCO_3 . Nilai alkalinitas pada sampel yang digunakan untuk mengisi ulang botol bekas adalah 12.08 CaCO_3 mg/L. Nilai tersebut menunjukkan bahwa kandungan DEHP dalam sampel air tidak terdegradasi. Hasil penelitian ini hanya untuk sampel air pengisian ulang dengan karakteristik kimia seperti pada Tabel 1. Adapun jika diisi dengan sampel air yang memiliki karakteristik kimia berbeda maka DEHP yang bermigrasi juga akan berbeda. Perbedaan tersebut dikarenakan kestabilan DEHP dalam air.

Kandungan DEHP pada minuman ringan dan air mineral dengan pengaruh pengawet, pemanasan 32 °C, dan pengisian ulang tiap sampel ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 2. Kandungan DEHP dengan pengaruh pengawet, suhu, dan pengisian ulang

Sampel	Kandungan	Pengaruh	DEHP (ppb)
Air Mineral	Tanpa Pengawet	Tanpa Pemanasan Setelah Pemanasan Isi Ulang	11.248 <2 -
Minuman Ringan	Antioksidan	Tanpa Pemanasan Setelah Pemanasan Isi Ulang	<2 3.856 <2
Minuman Ringan	Kalium Sorbat dan Natrium Benzoat	Tanpa Pemanasan Setelah Pemanasan Isi Ulang	< 2 - 12.052
Minuman Ringan	Natrium Benzoat	Tanpa Pemanasan Setelah pemanasan Isi ulang	< 2 < 2 14.748

Pengaruh pengawet pada migrasi DEHP ditunjukkan dengan kandungan DEHP terlarut sampel tanpa pemanasan (Tabel 2). Minuman ringan berpengawet natrium benzoat memiliki kandungan DEHP tertinggi sebesar 12.052 ppb dengan batas kadaluarsa 109 hari. Hal tersebut dikarenakan adanya pengaruh pH dan keasaman pada minuman ringan. Perbedaan hasil penelitian ini dengan penelitian Bosnir *et al.*, (2007) adalah pada penelitian ini kandungan DEHP pada air mineral dengan batas kadaluarsa 687 hari lebih tinggi (11.248 ppb) dari minuman ringan berpengawet campuran kalium sorbat dan natrium

benzoat (< 2ppb) dengan batas kadaluarsa 346 hari. Perbedaan tersebut diduga botol PET yang mengandung air mineral telah tersimpan lebih lama sehingga jumlah DEHP yang bermigrasi semakin besar. Antioksidan belum memberikan pengaruh yang berarti pada jumlah DEHP yang bermigrasi karena kandungannya masih kurang dari 2 ppb dengan batas kadaluarsa 307 hari.

Minuman ringan berpengawet natrium benzoat dan air mineral mengandung DEHP di atas ambang batas yang ditetapkan *Environmental Protection Agency* (EPA), yaitu sebesar 6 ppb. Hasil tersebut dapat dijadikan gambaran bahwa botol PET yang berisi air mineral atau minuman ringan berpengawet natrium benzoat perlu diwaspadai karena adanya DEHP yang bermigrasi.

Suhu berpengaruh pada migrasi DEHP dengan adanya kenaikan dan penurunan DEHP terlarut setelah pemanasan (Tabel 2). Air mineral dan minuman ringan berpengawet natrium benzoat setelah dipanaskan pada suhu 32 °C selama 3 jam dalam penangas air mengalami penurunan kandungan DEHP sebesar 86% dan 93.6%. Hal tersebut diduga karena pengaruh kelembaban pada penangas air. Kelembaban memengaruhi kestabilan DEHP yang akan terhidrolisis menjadi senyawa lain (HB Chemical Corporation 2005).

Minuman ringan berpengawet campuran kalium sorbat dan natrium benzoat mengalami kenaikan konsentrasi DEHP terlarut sebesar 300% dan sampel mengandung antioksidan yang semula kurang dari 2 ppb menjadi 3.856 ppb setelah pemanasan. Hal tersebut memperkuat simpulan Farhoodi *et al.*, (2008) yang menyatakan bahwa semakin tinggi suhu maka jumlah DEHP yang bermigrasi akan semakin besar.

Pengisian ulang berpengaruh pada migrasi DEHP karena degradasi pemlastis dari botol PET. Tabel 4 menunjukkan bahwa sampel air untuk isi ulang botol PET berisi pengawet natrium benzoat memiliki kandungan DEHP tertinggi sebesar 14.78 ppb. Adapun ketiga sampel lainnya tidak ditemukan DEHP yang bermigrasi atau kandungannya masih di bawah limit deteksi alat. Hal tersebut dapat dijadikan jawaban atas kekhawatiran masyarakat pada penggunaan botol bekas yang diisi berulang-ulang karena adanya DEHP yang bermigrasi.

Hasil penelitian ini masih terbatas dengan pengisian ulang selama sepuluh kali sehingga jika lebih dari sepuluh diduga DEHP yang bermigrasi akan semakin banyak atau bahkan menjadi lebih sedikit karena terbatasnya jumlah DEHP yang bermigrasi. Jumlah maksimum DEHP yang bermigrasi menurut *European-approved Specific Migration Limit* adalah sebesar 3 mg/L (Farhoodi *et al.*, 2008).

4. KESIMPULAN

Minuman ringan berpengawet natrium benzoat dan air mineral memiliki kandungan DEHP sebesar 12.052 dan 11.248 ppb. Sementara minuman yang mengandung antioksidan dan yang berpengawet campuran kalium sorbat dan natrium benzoat mengandung DEHP kurang dari 2 ppb. Pengaruh suhu akan menurunkan kandungan DEHP pada air mineral dan minuman ringan berpengawet natrium benzoat sebesar 86% dan 93.6%. Kenaikan kandungan DEHP akibat pengaruh suhu terjadi pada minuman berpengawet campuran kalium sorbat dan natrium benzoat sebesar 300% dan minuman yang mengandung antioksidan terjadi kenaikan dari kurang dari 2 ppb menjadi 3.856 ppb. Sampel air untuk mengisi ulang botol PET yang semula berisi pengawet natrium benzoat memiliki kandungan DEHP tertinggi sebesar 14.748 ppb. Sampel air lainnya setelah diisi ulang tidak mengandung DEHP atau masih di bawah ambang batas yang ditetapkan.

DAFTAR PUSTAKA

- Biscardi. 2003. *Evaluation of the migration of mutagensycarcinogens from PET bottles into mineral water by Tradescantiaymicronuclei test, Comet assay on leukocytes and GC/MS*. The Science of the Total Environment 302:101-108.
- [BMKG] Badan Meteorologi Klimatologi dan Geofisika. 2009. Prakiraan cuaca kota propinsi Indonesia. [terhubung berkala]. www.bmkg.com. [1 Jun 2009].
- Bosnir. 2007. *Migration of phthalates from plastic containers into soft drinks and mineral water*. Food Technology Biotechnology 45(1):91-95.
- Metode APHA, AWWA, WEF No. 45. 2005. *Standar Methods for the Examination of Water and Waste Water*. New York: Port city press.
- [ECPI] European Council for Plasticisers and Intermediates. 2009. About DEHP. [terhubung berkala]. www.ecpi.com. [4 Apr 2009].

- [EPA] Environmental Protection Agency. 1997. *Public Health Goal for Di(2-Ethylhexyl)Phthalate (DEHP) in Drinking Water*. California Environmental Protection Agency, California.
- Farhoodi M, Djomeh ZE, Ehsani MR. 2008. *Effect of environmental conditions on the migration of di-(2-ethylhexyl)phthalate from PET bottles into yogurt drinks: influence of time, temperature, and food simulant*. The Arabian Journal for Science and Engineering 33(2B):279-287.
- Hartoto DI, Mulyana E. 1996. *Hubungan parameter kualitas air dengan struktur ikhtiofauna perairan darat pulau Siberut*. Oseanologie dan Limnologie di Indonesia 29: 41- 45.
- Haryono. 2009. *Tips hidup sehat buat kita-kita*. [terhubung berkala]. <http://steelalive.blogspot.com>. [4 Apr 2009].
- HB Chemical Corporation. 2005. *Material Safety Data Sheet*. Cuyahoga Falls: HB Chemical corp.
- [SPI] The Society of Plastic Industry. 1988. *Plastic coding guidelines in the united states*. [terhubung berkala]. www.natureworkslc.com. [28 Mar 2009].
- Yalkowsky SH, He Y. 2003. *Handbook of Aqueous Solubility Data*. New York: CRC press.

**ADSORPTIVITAS ARANG AKTIF TERHADAP EMISI FORMALDEHIDA
PAPAN PARTIKEL KAYU KARET (*Hevea brasiliensis* Muell. Arg.)**

***(Adsorptivity of activated charcoal on formaldehyde emission of rubberwood
(*Hevea brasiliensis* Muell. Arg.) particleboard)***

*** Deazy Rachmi Trisatya¹, Dina Alva Prastiwi² & Adi Santoso^{1,2}**

¹ Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan-Bogor

² Jurusan Kimia Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon-Cilegon

E-mail: drtrisatya@gmail.com

ABSTRAK

Penggunaan panel kayu yang direkat dengan urea formaldehida (UF) mengeluarkan emisi formaldehida yang dapat menimbulkan gangguan kesehatan pada pernafasan dan meningkatkan resiko kanker. Emisi formaldehida dari UF dapat diturunkan dengan menambahkan bahan penangkap dalam campuran perekatnya. Penelitian ini menguraikan pengaruh pencampuran arang aktif dalam perekat UF terhadap emisi formaldehida papan partikel kayu karet. Hasil penelitian menunjukkan bahwa penambahan 30% arang aktif dalam campuran perekat urea formaldehida dapat mereduksi emisi formaldehida papan partikel kayu karet hingga 31,6%. Emisi formaldehida pada papan partikel kayu karet yang dibuat dengan campuran 5%-30% arang aktif memenuhi persyaratan standar Indonesia (SNI 03-2105-2006).

Kata kunci: arang aktif, urea formaldehida, emisi formaldehida, papan partikel

ABSTRACT

The utilization of wood panels bonded with urea formaldehyde (UF) could affect respiratory and increase cancer risks due to its formaldehyde emission. The formaldehyde emission could be decreased by adding catching agent in resin. This study evaluated the influence of activated charcoal as catching agent to formaldehyde emission from rubberwood particleboard. The formaldehyde emission from mixed UF and 30% activated charcoal was 31% lower than the untreated resin. Application of 5%-30% activated charcoal in the UF resin met the Indonesian standard on formaldehyde emission value.

Key words: activated charcoal, urea formaldehyde, formaldehyde emission, particleboard

1. PENDAHULUAN

Produk panel kayu interior banyak menggunakan perekat urea formaldehida (UF) karena selain ekonomis (Pari et al, 2004), UF memiliki sifat tahan terhadap kelembaban

tinggi dan tergolong perekat *fast-curing* (Roffael *et al.*, 2010). Selain itu, bahan perekat berbahan dasar formaldehida dapat meningkatkan kerapatan ikatan silang dalam struktur (Pasaribu *et al.*, 2009; Kumar *et al.*, 2013). Namun, salah satu kelemahan UF yaitu mudah terhidrolisis dan berpotensi menghasilkan emisi formaldehida. Jumlah formaldehida yang keluar dari produk panel kayu tergantung dari faktor perekat dan bahan seperti rasio molar, kandungan padatan perekat, agen pengeras (*hardener*), jenis kayu, faktor kondisi pembuatan panel kayu serta faktor eksogen seperti kelembaban, suhu (Pasaribu *et al.*, 2009; Roffael *et al.*, 2010), jumlah lapisan/ketebalan (Böhm *et al.*, 2012), pH dan teknik pengujian emisi (Pasaribu *et al.*, 2009).

Dalam jumlah yang melebihi ambang batas, emisi formaldehida dapat menimbulkan gangguan kesehatan, seperti gangguan pernafasan, iritasi pada kulit dan mata (Wolkoff & Nielsen, 2010), serta meningkatkan resiko kanker (Hawks & Hansen, 2002). Standar Indonesia dan Jepang mensyaratkan nilai maksimal emisi formaldehida 5 mg/L (BSN, 2006) dan 2,1 mg/L (JSA, 2015). Konsentrasi formaldehida yang tersimpan pada produk panel kayu di dalam ruangan dapat bertahan lebih dari lima tahun (Wolkoff & Nielsen, 2010). Untuk mengeliminir resiko terpapar emisi formaldehida, Wolkoff & Nielsen (2010) merekomendasikan untuk mengurangi penggunaan produk panel kayu berperekat UF atau mengurangi kadar formaldehida dalam produk panel kayu yang digunakan dan menambah ventilasi untuk memperlancar sirkulasi udara.

Upaya untuk mengurangi emisi formaldehida dari perekat UF dapat dilakukan salah satunya dengan penambahan arang aktif ke dalam campuran perekat (Pari *et al.*, 2004; Santoso & Pari, 2012). Arang aktif merupakan arang yang telah diaktivasi secara kimia atau fisika sehingga mampu menyerap senyawa bergugus fungsi hidrogen melalui interaksi dipole dan ikatan hidrogen. Arang aktif bersifat polar, basa dan bermuatan positif sehingga dapat mengadsorpsi formaldehida yang bersifat polar dan bermuatan negatif (Pari *et al.*, 2004).

Pengukuran emisi formaldehida dapat dilakukan dengan menggunakan metode Wilhelm Klauditz Institut/WKI, perforator, analisa gas, desikator 2 jam, desikator 24 jam, *small chamber*, *large chamber* dan metode modifikasi Roffael. Prosedur yang dilakukan

dalam metode-metode tersebut yaitu mereaksikan gas formaldehida yang tertangkap oleh cairan, misalnya NaSO_3 , H_2O atau akuades.

Tujuan penelitian ini adalah untuk mendapatkan produk papan partikel berperekat urea formaldehida yang rendah emisi formaldehida dengan penambahan arang aktif sehingga memenuhi standar industri dan tidak membahayakan kesehatan manusia.

2. BAHAN DAN METODE

Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan yaitu neraca analitik, oven, alat kempa panas, ayakan dengan ukuran 100 Mesh, mortar, piknometer 25 ml, pipit tetes, gelas piala 250 ml, viscometer RION VT-04, labu takar, penangas air, buret, jangka sorong, desikator dan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV-1700.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain, partikel kayu karet (*Hevea braziliensis* Muell Arg.), arang aktif dari serbuk kayu gergajian, urea formaldehida, larutan HCl 0,1 N dan 1 N, thiosulfat 0,1 N, larutan pereaksi asetil aseton amonium asetat, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, iodine, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, larutan kanji 1% b/v, NaOH 0,1 N dan 1 N, NH_4OH 10%, larutan formalin 37% dan akuades.

Pengujian Kualitas Perekat

Analisis kualitas perekat urea formaldehida (UF) didasarkan pada (SNI 06-0060-1998). Uji kualitas yang dilakukan meliputi uji visual, bahan asing, viskositas, derajat keasaman, bobot jenis, kadar padatan, waktu gelatinisasi dan kadar formaldehida bebas. Kadar formaldehida bebas diukur dengan cara memasukkan 5 gram contoh perekat dan 12,5 ml air ke dalam erlenmeyer kemudian dikocok. Setelah itu ditambahkan 3 tetes indikator merah metil, 2,5 ml NH_4OH 10% dan 2,5 ml NaOH 1 N dan dipanaskan pada suhu 30°C selama 30 menit. Setelah didinginkan, larutan dititrasi dengan HCl 1 N sampai terjadi pembebasan warna dari hijau menjadi merah ungu. Kadar formaldehida bebas dihitung dengan rumus sebagai berikut.

$$\text{Formaldehida bebas (\%F)} = \frac{(V1 - V2) \times N \times 30,03 \times 100\%}{w \times 100}$$

Keterangan:

- V1 = Volume blanko (ml)
- V2 = Volume HCl contoh (ml)
- W = Bobot contoh (gram)
- N = Normalitas HCl
- 30,03 = Bobot molekul formaldehida

Pembuatan Papan Partikel

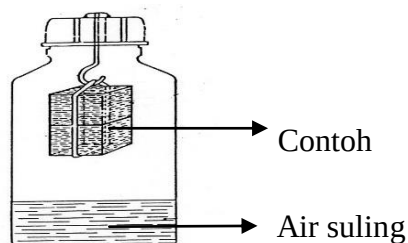
Papan partikel dibuat dari partikel kayu karet dengan ukuran 35 cm x 35 cm x 1,5 cm. Perekat yang digunakan adalah urea formaldehida (UF). Partikel kayu karet dicampur dengan arang aktif sebanyak 0 %, 5 %, 10 %, 20 % dan 30 % dari berat perekat UF, dan selanjutnya dilaburi dengan perekat UF secara merata menggunakan *spraygun*. Campuran partikel, arang aktif dan perekat kemudian dicetak di atas pelat baja dan dikempa pada suhu 110°C dengan tekanan 25 kg/cm² selama 6 menit. Ulangan yang digunakan dalam penelitian ini adalah 3 kali, sehingga total jumlah papan yang dibuat sebanyak 15 lembar. Setelah dikondisikan selama seminggu, papan-papan yang telah dibuat kemudian dipotong menjadi contoh uji.

Pengujian Sifat Fisik Papan Partikel

Pengujian sifat fisik papan partikel dilakukan dengan mengacu SNI 03-2105-2006 Papan Partikel. Parameter sifat fisik yang diuji meliputi kadar air dan kerapatan.

Pengujian Emisi Formaldehida

Pengujian emisi formaldehida dilakukan berdasarkan cara Wilhelm Klauditz Institut/WKI (Roffael, 1993). Contoh uji berukuran 25 mm x 25 mm x 1 mm digantung di dalam botol yang berisi 50 ml air suling (Gambar 1). Botol berisi contoh uji dan tanpa contoh uji (blanko) dipanaskan dengan suhu 40°C di dalam oven selama 24 jam. Setelah itu, botol dikeluarkan dan direndam dalam air selama 30 menit, kemudian larutan contoh dipindahkan ke dalam tempat yang lebih kecil.



Gambar 1. Peletakan Contoh Uji

Sebanyak 25 ml larutan contoh dan 25 ml deret standar larutan formaldehida dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 25 ml pereaksi asetilaseton-amonium asetat, diaduk hingga homogen dan dipanaskan dengan suhu 65°C selama 10 menit di dalam penangas air. Setelah itu didinginkan hingga mencapai suhu kamar. Prosedur yang sama dilakukan terhadap larutan blanko. Larutan tersebut kemudian diukur menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 412 nm.

Standardisasi Larutan Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Sebanyak 20 ml larutan kalium dikromat 0,1 N dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer, kemudian ditambahkan 10 ml kalium iodida 10 % dan 5 ml klorida pekat. Prosedur yang sama dilakukan terhadap larutan blanko dengan menggunakan 20 ml air suling. Setelah tercampur, labu erlenmeyer dikondisikan dalam ruang tertutup selama 10 menit. Setelah itu dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat 0,1 N. Saat larutan berubah warna dari cokelat menjadi kuning terang, larutan dititrasi dengan kanji sampai warna berubah menjadi hijau terang.

Standardisasi Larutan Formaldehida

Sebanyak 20 ml larutan standar formaldehida dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer dan ditambahkan 25 ml larutan iodine dan 10 ml kalium hidroksida, kemudian didiamkan selama 15 menit. Setelah itu ditambahkan 15 ml asam sulfat dan dititrasi dengan larutan natrium tiosulfat. Ketika larutan berubah warna dari cokelat menjadi kuning terang, larutan tersebut dititrasi dengan larutan kanji sampai larutan berubah menjadi tidak berwarna. Prosedur yang sama dilakukan terhadap larutan blanko dengan mengganti larutan

standar formaldehida dengan 20 ml air suling. Konsentrasi formaldehida dihitung dengan formula sebagai berikut.

$$\text{Jumlah formaldehida} = \frac{15,015 (B - S) \times N (Na_2S_2O_3) \times 1000}{20}$$

Keterangan:

- B = Natrium tiosulfat blanko (ml)
S = Natrium tiosulfat contoh uji (ml)
N (Na₂S₂O₃) = Normalitas natrium tiosulfat

Penelitian ini menggunakan rancangan acak lengkap dengan faktor tunggal yang terdiri atas 5 taraf perlakuan berupa pemakaian kadar arang aktif dalam campuran partikel (0 %, 5 %, 10 %, 20 % dan 30 %) dengan 3 ulangan.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Perekat

Perekat UF yang digunakan berbentuk cairan kental, berwarna putih, berbau khas formaldehida dan tidak ditemukan adanya zat asing. Hasil pengujian sifat fisis dan kimia perekat urea formaldehida sebagaimana dalam Tabel 1.

Tabel 1. Sifat fisis dan kimia perekat urea formaldehida

Sifat	Nilai Mutu Urea Formaldehida	
	Hasil uji	Standar (SNI 06-0060-1998)
Bentuk	Cair	Cair
Kenampakan	(+)	(+)
Masa gelatinasi (100°C, menit)	149	≥120
Viskositas (25 ± 1°C), (poise)	2,1	1,5-3,5
Keasaman (pH, 25°C)	8,5	7,6 - 9,2
Bobot jenis	1,27	1,26-1,28
Formaldehida bebas (%)	1,43	≤ 2

Keterangan: (+): putih susu dan bebas dari kotoran

Masa gelatinasi, viskositas, keasaman perekat UF masing-masing berkisar 149 menit; 2,1 poise dan 8,5 (Tabel 1). Sifat arang aktif yang basa dapat memperlambat waktu pengerasan perekat UF yang bersifat netral, sehingga masa gelatinasi perekat meningkat dengan adanya penambahan arang aktif dalam campuran perekat. Masa pengerasan yang berlangsung lambat berpengaruh terhadap proses polimerisasi yang berlangsung sampai seluruh reaktan bereaksi dengan sempurna (Iskandar *et al.*, 2017).

Arang aktif bersifat polar dan hidrofobik (Castilla, 2004) sehingga dapat mengadsorpsi air di dalam perekat, hal ini menyebabkan viskositas meningkat dengan adanya penambahan arang aktif dalam campuran perekat (Pari *et al.*, 2004). Nilai viskositas berpengaruh terhadap kualitas dan masa simpan perekat (Iskandar *et al.*, 2017). Kualitas perekat dengan masa simpan yang singkat relatif lebih rendah karena lebih cepat mengeras (Santoso, 2001). Hasil pengujian terhadap sifat fisis dan kimia perekat UF yang digunakan menunjukkan kesesuaian dengan SNI 06-0060-1998.

Karakteristik Papan Partikel

Hasil uji terhadap sifat fisis dan emisi formaldehida papan partikel kayu karet dengan campuran arang aktif tercantum pada Tabel 2. Nilai rata-rata kadar air papan partikel kayu karet dengan penambahan 0 %, 5 %, 10 %, 20 % dan 30 % arang aktif, masing-masing sebesar 5,89 %; 6,36 %; 6,06 %; 5,91 % dan 8,70 %. Kadar air pada papan partikel cenderung menurun dengan peningkatan konsentrasi arang aktif.

Secara keseluruhan, nilai kadar air contoh uji memenuhi persyaratan standar Jepang (JIS 2015) dan SNI 03-2105-2006 yang mempersyaratkan kadar air untuk papan partikel maksimal 13 % dan 14 %.

Tabel 2. Sifat fisis dan emisi formaldehida papan partikel kayu karet

Sifat	Konsentrasi arang aktif yang ditambahkan					Standar	
	0%	5%	10 %	20 %	30 %	SNI ^{1,2}	JIS ³
Kadar air (%)	8,7 0	6,3 6	6,0 6	5,9 1	5,8 9	≤14	≤13
Kerapatan (g/cm ³)	0,7 2	0,7 4	0,7 4	0,7 4	0,7 2	0,40-0,90	0,40-0,90
Emisi formaldehida (mg/L)	3,4 8	3,0 9	2,9 6	2,8 4	2,3 8	Maks 0,5 (F****) Maks 1,5 (F****) Maks 5 (F**)	Rerata ≤0,3; maks ≤0,4 (F****) Rerata ≤0,5; maks ≤0,7 (F****) Rerata ≤1,5; maks ≤2,1 (F**)

Keterangan: ¹SNI 03-2105-2006; ²SNI 01-6050-1999; ³JIS A 5908:2015

Kerapatan papan partikel berkisar antara 0,72-0,74 g/cm³ (Tabel 2) sehingga dapat digolongkan sebagai papan berkerapatan sedang (BSN, 2006; JIS, 2015). Nilai rata-rata kerapatan papan partikel kayu karet cenderung meningkat dengan adanya penambahan arang aktif sampai dengan 20 %, namun nilai kerapatan menurun pada penambahan konsentrasi arang aktif sebesar 30 %.

Analisis ragam menunjukkan bahwa penambahan arang aktif dalam campuran perekat berpengaruh sangat nyata terhadap kadar air dan berpengaruh nyata terhadap kerapatan papan partikel (Tabel 3). Hasil uji ini menunjukkan hal yang sama dengan penelitian emisi fomaldehida panel yang dibuat dari limbah sisa potongan papan partikel dengan campuran arang aktif 1-3 % (Santoso & Gustan, 2012).

Tabel 3. Analisis ragam kadar air dan kerapatan papan partikel kayu karet

Sifat	Hitung	Nilai F	
		Tabel	
		0,05	0,01
Kadar air (%)	30,80**	3,48	5,99
Kerapatan (g/cm ³)	4,69*	3,48	5,99

Keterangan: *nyata; **sangat nyata

Hasil uji beda menunjukkan kadar air papan partikel kayu karet dengan campuran arang aktif 5 % - 30 % berbeda nyata dengan kadar air papan partikel tanpa campuran arang aktif. Konsentrasi arang aktif dalam campuran partikel tidak berbeda nyata antara satu dengan yang lainnya terhadap kadar air papan partikel (Tabel 4). Kerapatan papan partikel kayu karet yang dicampur arang aktif sebanyak 5 % - 20 % tidak berbeda nyata satu sama lain, namun berbeda nyata bila dibandingkan dengan papan partikel kontrol dan papan partikel dengan campuran 30 % arang aktif.

Tabel 4. Uji beda kadar air dan kerapatan papan partikel kayu karet

Sifat	Nilai rerata				
Kadar air (%)	a ₀	a ₅	a ₁₀	a ₂₀	a ₃₀
	8,70	6,36	6,06	5,91	5,89
Kerapatan (g/cm ³)	a ₅	a ₁₀	a ₂₀	a ₀	a ₃₀
	0,74	0,74	0,74	0,72	0,72

Keterangan: — = tidak berbeda nyata; a = konsentrasi arang aktif; 0 = 0 %; 5 = 5%; 10 = 10 %; 20 = 20 %; 30 = 30 %

Emisi Formaldehida

Nilai rata-rata emisi formaldehida papan partikel kayu karet ini berkisar antara 2,38-3,48 mg/L (Tabel 1). Berdasarkan SNI 03-2105-2006, nilai emisi formaldehida ini masuk dalam kategori F**, yaitu papan partikel yang memiliki nilai emisi formaldehida maksimal 5 mg/L. Keseluruhan papan partikel yang dibuat tidak memenuhi standar JIS A 5908: 2015 karena nilai emisi formaldehidanya $\geq 2,1$ mg/L. Penambahan arang aktif dalam campuran perekat UF dapat mereduksi emisi formaldehida hingga 31,6 %. Emisi formaldehida pada papan partikel kayu karet ini lebih rendah dibandingkan dengan emisi formaldehida pada papan partikel daur ulang dengan campuran arang aktif 3 %, yaitu 3,25 mg/L (Santoso & Gustan, 2012). Hal ini dapat disebabkan masih adanya residu perekat UF pada papan partikel daur ulang tersebut yang mengeluarkan emisi formaldehida. Emisi formaldehida pada kayu lapis mangium dengan campuran perekat UF dan 2 % arang yang diaktivasi dengan NH_4HCO_3 menurun sampai 0,044 mg/L (Pari *et al*, 2004). Emisi formaldehida yang

dapat ditangkap oleh arang aktif pada kayu lapis cenderung lebih besar daripada emisi yang dapat direduksi arang aktif pada papan partikel. Hal ini sejalan dengan yang ditunjukkan oleh Salem *et al.* (2001), yang membandingkan nilai emisi formaldehida pada kayu lapis, papan partikel dan papan serat berkerapatan sedang. Jenis kayu, jenis panel dan ketebalan panel secara signifikan mempengaruhi jumlah formaldehida yang keluar dari produk kayu (Böhm *et al.*, 2012).

Analisis ragam emisi formaldehida menunjukkan bahwa penambahan arang aktif dalam campuran perekat sangat berpengaruh nyata terhadap emisi formaldehida papan partikel kayu karet (Tabel 5).

Tabel 5. Analisis ragam emisi formaldehida papan partikel kayu karet

Parameter	Hitung	Nilai F	
		Tabel	
		0,05	0,01
Emisi formaldehida (mg/L)	5,75*	3,48	5,99

Keterangan: *nyata

Berdasarkan hasil uji beda, konsentrasi arang aktif yang diaplikasikan dalam penelitian ini tidak berbeda nyata satu sama lain (Tabel 6). Emisi formaldehida terendah dicapai pada penambahan 30 % arang aktif dalam campuran perekat dan terdapat kecenderungan dengan meningkatnya konsentrasi arang aktif dalam perekat dapat menurunkan kadar emisi formaldehida dari papan partikel kayu karet. Tingginya konsentrasi arang aktif dalam perekat dapat meningkatkan pola struktur amorf dan makropori (Pari *et al.*, 2004). Selain itu, kemampuan adsorptivitas arang aktif dalam menyerap formaldehida dipengaruhi pula oleh sifat polar yang dimiliki oleh formaldehida (Pari *et al.*, 2004). Iskandar *et al.*, (2017) menyatakan bahwa emisi formaldehida dari kayu lapis yang dibuat dengan menggunakan *extender* dengan kandungan karbohidrat dan air yang tinggi lebih rendah daripada emisi formaldehida pada kayu lapis yang dibuat dengan *extender* dengan kandungan karbohidrat dan air yang sedikit. Hasil yang sama diperoleh Salem *et al.*, (2011) yang meneliti emisi formaldehida pada kayu lapis, papan partikel dan papan serat berkerapatan sedang. Pada penelitian yang menggunakan metode *chamber*

tersebut, emisi formaldehida dari kayu lapis lebih rendah dibandingkan dengan papan partikel dan papan serat berkerapatan sedang. Arang aktif yang digunakan sebagai pengisi (*filler*) pada papan serat berkerapatan sedang yang direkat dengan UF dapat menurunkan emisi formaldehida secara signifikan serta meningkatkan keteguhan rekat internal dan keteguhan lentur patah (Kumar, 2013).

4. KESIMPULAN

Pencampuran arang aktif ke dalam perekat UF masing-masing berpengaruh sangat nyata dan nyata terhadap kadar air dan kerapatan papan partikel kayu karet. Sifat polar dan hidrofobik pada arang aktif menyebabkan arang aktif dapat menyerap air pada perekat sehingga secara nyata menurunkan kadar air papan partikel.

Penambahan arang aktif ke dalam perekat urea formaldehida secara nyata berpengaruh terhadap emisi formaldehida papan partikel kayu karet. Semakin tinggi konsentrasi arang aktif yang ditambahkan dalam campuran perekat akan semakin menurunkan emisi formaldehida dari papan partikel kayu karet. Emisi formaldehida paling rendah diperoleh dari papan partikel yang dibuat dengan campuran perekat dan 30 % arang aktif. Emisi formaldehida yang dikeluarkan papan partikel kayu karet pada penelitian ini memenuhi standar SNI 03-2105-2006, yang masuk dalam kategori F**, dengan nilai emisi formaldehida berkisar antara 2,38-3,48 mg/L.

DAFTAR PUSTAKA

- Badan Standardisasi Nasional (1998). Urea formaldehida cair untuk perekat kayu lapis. SNI 06-0060-1998. Jakarta.
- Badan Standardisasi Nasional (2006). Papan Partikel. SNI 03-2105-2006. Jakarta.
- Böhm, M., Salem, M.Z.M., Srba, J. (2012). Formaldehyde emission monitoring from a variety of solid wood, plywood, blockboard and flooring products manufactured

- for building and furnishing materials. *Journal of Hazardous Material* 221-222: 68-79.
- Castilla, C.M. (2004). Adsorption of organic molecules from aqueous solutions on carbon materials. *Carbon* 41: 867-879.
- Hawks, L.K., and A.B. Hansen. 2002. Formaldehyde. Utah University Extension. <http://www.utah.ac>.
- Iskandar, M.I., Prastiwi, D.A. & Wiyantina, N. (2017). Pengaruh *hardener* dan *ekstender* dalam perekat tanin resosiranol formaldehida terhadap emisi formaldehida kayu lapis. *Jurnal ITEKIMA* 2 (1): 15-25.
- Japan Standards Association. (2015). JIS A 5908: 2015. Particleboards.
- Kumar, A., Gupta, A., Sharma, K.V., Nasir, M., Khan, T.A. (2013). Influence of activated charcoal as filler on the properties of wood composites. *International Journal of Adhesion and Adhesives* 46: 34-39.
- Pari, G., Sofyan, K., Syafii, W. & Buchari. (2004). Arang aktif sebagai bahan penangkap formaldehida pada kayu lapis. *J.Tek.Ind.Pert* 14 (1): 17-23.
- Pasaribu, G., Kusuma, S.S., Parubah, B.S. & Massijaya, M.Y. (2009). Pemanfaatan ekstrak sengon sebagai perekat urea formaldehida pada pembuatan kayu lapis (IV): Kadar emisi formaldehida. Dalam Nawawi., et al (eds.) *Prosiding Simposium Nasional I Forum Teknologi Hasil Hutan 30-31 Oktober 2009*. Bogor.
- Salem, M.Z.M., Böhm, M., Barcik, S. & Beránková, J. (2011). Formaldehyde emission from wood-based panels bonded with different formaldehyde-based resins. *Drvna Industrija* 62 (3): 177-183.
- Santoso, A. (2001). Uji coba pembuatan perekat tanin. Laporan Hasil Penelitian. Puslitbang Teknologi Hasil Hutan. Bogor.
- Santoso, A. & Pari, G. (2012). Sifat papan partikel daur ulang rendah emisi formaldehida. *Jurnal Penelitian Hasil Hutan* 33 (1): 1-10.
- Wolkoff, P. & Nielsen, G.D. (2010). Non-cancer effects of formaldehyde and relevance for setting an indoor air guideline. *Environmental International* 36(7): 788-799.

**KARAKTERISTIK PAPAN PARTIKEL DARI CAMPURAN
PARTIKEL KAYU DAN ARANG**
*(Characteristic of Particleboard Made from Woodchip and Charcoal in Raw
Material Mixture)*

***Adi Santoso^{1,2}, Abdurachman¹ & Dina Alva Prastiwi²**

¹**Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan-Bogor**

²**Sekolah Tinggi Analis Kimia-Cilegon**

E-mail: asanto10@yahoo.com

ABSTRAK

Papan partikel yang menggunakan perekat formaldehida (UF) dapat mengganggu kesehatan, terutama jika digunakan di dalam ruangan dengan ventilasi terbatas. Untuk mengurangi emisi formaldehida, digunakan suatu zat penjerap ke dalam bahan baku produk tersebut. Dalam tulisan ini diuraikan pengaruh penggunaan arang dan arang aktif dalam campuran bahan baku terhadap emisi formaldehida dan sifat fisis-mekanis papan partikel yang menggunakan perekat UF. Hasil penelitian menunjukkan bahwa bahwa jenis dan kadar arang yang dicampurkan ke dalam partikel bahan baku berpengaruh sangat nyata terhadap kualitas papan partikelnya. Pencampuran sebanyak 10% arang yang diaktivasi pada suhu 750°C ke dalam bahan baku menghasilkan papan partikel yang sifat fisik-mekanis dan emisi formaldehida memenuhi persyaratan standar Indonesia dan Jepang.

Kata kunci: Papan partikel, karakteristik, arang aktif, selumbar kayu, urea formaldehida

ABSTRACT

Particle board using the adhesive formaldehyde (UF) can be detrimental to health, particularly if used in the room with limited ventilation. To reduce emissions of formaldehyde, a substance used absorbent raw material into the product. It describes the effect of the use of charcoal and activated charcoal in a mixture of raw materials to the emission of formaldehyde and physical-mechanical properties of particle board that used UF adhesive. The results showed that that the types and levels of charcoal particles mixed into the raw material very significant effect on the quality of the particle board. Mixing as much as 10% of activated charcoal at a temperature of 750°C into raw material produces particle board physical-mechanical properties and formaldehyde emission standards compliant Indonesian and Japan.

Key words: Particleboard, characteristic, active charcoal, woodchip, urea formaldehyde

1. PENDAHULUAN

Produk panel kayu untuk keperluan interior umumnya menggunakan perekat urea formaldehida (UF). Perekat UF yang terbuat dari bahan dasar formaldehida ini mudah terhidrolisis terutama dalam kondisi lingkungan yang lembab sehingga berpotensi menghasilkan emisi formaldehida. Di lain pihak, saat ini masalah lingkungan sedang menjadi isu penting termasuk kesehatan. Menurut hasil penelitian, kandungan emisi formaldehida sebesar 0,1 ppm saja sudah dapat menyebabkan gangguan kesehatan, dan pada konsentrasi tinggi dapat merusak fungsi paru-paru serta menyebabkan kanker (Liteplo *et.al.*, 2002; Dynea, 2005; dan CPSC, 2007). Hasil penelitian juga mengemukakan bahwa formaldehida dapat menyebabkan kanker pada hewan dan mungkin dapat menyebabkan hal yang sama pada manusia, namun sampai saat ini belum diketahui ambang batas konsentrasi formaldehida di mana ancaman kanker dapat dihindarkan. Mengingat hal itu, maka perlu segera diantisipasi guna mencegah kemungkinan produk panel kayu berperekat UF seperti kayu lapis, papan partikel dan papan serat dengan tingkat emisi tinggi sulit diterima pasar karena dianggap tidak ramah lingkungan.

Salah satu cara untuk mengurangi emisi formaldehida dari papan partikel adalah dengan menggunakan zat pengikat dalam campuran perekat UF seperti melamin, fenol, resorsinol dan amonium klorida. Upaya lain dalam menurunkan emisi formaldehida pada produk panel yang menggunakan perekat berbahan formaldehida, adalah dengan menggunakan arang atau arang aktif yang berperan sebagai penjerap emisi formaldehida (Pari, *et al.*, 2006; Park *et al.*, 2006; Santoso dan Pari, 2012; 2015). Arang dan arang aktif sebagai bahan pereduksi emisi formaldehida dalam papan partikel perlu dikaji lebih lanjut perannya dalam mengeliminir gas-gas pencemar lingkungan selain formaldehida agar pemanfaatan papan partikel rendah emisi lebih optimal. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh produk papan partikel dengan tingkat emisi formaldehida yang relatif rendah sehingga tidak membahayakan kesehatan manusia dan produk yang dihasilkan memenuhi standar.

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan antara lain: neraca analitik, timbangan dengan kapasitas 15 kg, oven, *shave shaker* (ayakan) dengan ukuran partikel 100 Mesh, mortar, piknometer 25 ml, pipet tetes, gelas piala 250 ml, viscometer, labu takar 1000 ml; 250 ml; 100 ml dan 50 ml, penangas air, buret, jangka sorong, desikator dan spektrofotometer UV-Vis Shimadzu UV-1700.

Bahan-bahan yang digunakan di antaranya: arang dan arang aktif dari serbuk kayu gergajian, perekat urea formaldehida, selumbar kayu karet, larutan HCl 0,1 N, thiosulfat 0,1 N, larutan pereaksi asetil aseton amonium asetat, $K_2Cr_2O_7$, iodine, biru metilen, $Na_2S_2O_3$, larutan kanji 1% b/v, merah metil, NaOH 0,1 N, NH_4OH 10%, larutan formalin 37%, larutan KOH dan akuades.

B. Metode

Penyiapan dan Pembuatan Papan Partikel

Papan partikel yang dibuat berukuran 35 cm x 35 cm x 1 cm dengan target kerapatan antara 0,5 - 0,9g/cm³, banyaknya perekat yang digunakan kurang lebih 12% dari berat partikel. Bahan baku berupa partikel kayu karet yang telah dikeringkan (kadar air 4 - 8%) dicampur dengan arang dan/atau arang aktif secara merata dengan komposisi yang bervariasi (kadar arang dan/atau arang aktif: 0, 5, 10, 20 dan 30%). Perekat dicampur secara merata lalu dihamparkan di atas plat *stainless steel*, dan dikempa dalam alat pencetak pada suhu kamar selama beberapa menit. Lembaran papan partikel yang terbentuk selanjutnya dikempa pada suhu 110 °C dengan tekanan 12 kg/cm² selama 10 menit. Setiap perlakuan dibuat dalam 3 x ulangan. Papan partikel yang sudah jadi selanjutnya dikondisikan pada suhu kamar selama seminggu sebelum dibuat contoh uji.

Papan partikel yang telah dikondisikan selama 7 hari setelah perekatan, dibuat contoh uji. Tiap lembar papan partikel dipotong untuk contoh uji sifat fisis-mekanis dan emisi formaldehidanya, masing-masing mengacu kepada standar Jepang (JIS, 2003) dan Indonesia (SNI, 2006).

Pengujian Papan Partikel

Pengujian sifat fisis-mekanis yang terdiri atas kadar air, kerapatan, keteguhan rekat internal, kuat pegang sekrup, keteguhan lentur (MOE), keteguhan patah (MOR), dan pengembangan tebal serta emisi formaldehida mengacu kepada SNI (2000) dan JIS (2003), dilakukan di Laboratorium Kimia dan Energi, dan Laboratorium produk majemuk Pusat Penelitian dan Pengembangan Hasil Hutan (P3HH), Bogor.

Analisis Data

Penelitian ini menggunakan rancangan acak lengkap dengan percobaan faktorial, di mana faktor A adalah jenis arang (arang biasa, arang aktif 500, dan arang aktif 750), dan faktor B adalah kadar arang dan/atau arang aktif dalam campuran partikel kayu sebanyak (0, 5, 10, 20 dan 30 %). Untuk melihat pengaruh faktor perlakuan terhadap variabel yang diukur, maka dilakukan analisis keragaman dari data hasil pengamatan, menggunakan uji F, pada tingkat kepercayaan 95% atau 99% (Sudjana, 2006).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Karakteristik Perekat

Hasil rata-rata pengujian sifat fisis-kimia perekat urea formaldehida (UF) yang dipakai dalam penelitian ini disajikan pada Tabel 1. Secara umum perekat urea formaldehida yang digunakan memiliki karakter yang sesuai dalam kisaran persyaratan standar perekat UF menurut SNI (1998), di mana kekentalan, kadar resin padat, kadar formaldehida bebas, dan masa tergelatin perekat UF masing-masing masih dalam kisaran ketentuan standar Indonesia.

Tabel 1. Karakteristik perekat urea formaldehida

Pengujian	Nilai mutu	
	UF	Standar *
Bentuk	Cair	Cair
Kenampakan	(+)	(+)
Masa gelatinasi (100 °C, menit)	137	≥120
Kadar resin padat (%)	63	61 - 67
Viskositas (25 ± 1 °C), (poise)	2,6	1,5-3,5
Keasaman (pH, 25 °C)	8,1	7,6 - 9,2
Bobot jenis	1,26	1,26-1,28
Formaldehida bebas (%)	1,41	≤ 2

*) Sumber: SNI (1998); (+) putih susu dan bebas dari kotoran

Nilai viskositas berpengaruh terhadap kemampuan perekat dalam menembus pori-pori kayu dan juga pada masa simpan perekat. Perekat dengan viskositas tinggi mempunyai masa simpan yang singkat karena lebih cepat mengeras dan kualitas perekatannya menjadi rendah (Santoso *et al.*, 2001).

Keasaman (pH) dan bobot jenis urea formaldehida masih berada dalam kisaran standar perekat. Derajat keasaman (pH) ditetapkan dengan tujuan untuk memperlambat reaksi polimerisasi, sehingga perekat cair stabil dalam waktu relatif lama sewaktu penyimpanan.

Karakteristik Papan Partikel

Hasil uji terhadap kualitas papan yang dibuat dari partikel kayu karet dengan campuran arang maupun arang aktif pada kadar yang bervariasi menggunakan perekat urea formaldehida disajikan pada Tabel 2.

Tabel 2. Sifat fisis - mekanis dan emisi formaldehida papan partikel

Perlakuan		Parameter Uji						
Jenis arang aktif (A)	Kadar Arang (B), %	KA (%)	Kerapatan (g/cm ³)	IB (kg/cm ²)	KP. Sekrup (kg)	MOR (kg/cm ²)	MOE (kg/cm ²)	emisi formaldehida (mg/L)
Non-aktivasi (arang biasa) (a1)	0 (b1)	7,17	0,72	1,90	59,33	106,26	12.275,32	3,45
	5 (b2)	7,31	0,74	1,50	74,13	101,56	12.602,25	4,93
	10(b3)	7,47	0,76	1,46	69,47	106,64	16.597,35	4,67
	20(b4)	6,72	0,66	1,41	64,67	91,92	16.667,92	5,17
	30(b5)	6,05	0,71	1,36	53,73	78,69	18.305,72	6,14
Aktivasi 60 menit/ 500 panas (a2)	0 (b1)	7,17	0,72	1,90	59,33	106,26	12.275,32	3,45
	5 (b2)	3,95	0,73	1,88	40,93	121,32	16.475,52	5,91
	10(b3)	4,65	0,74	1,50	52,93	121,70	15.727,55	7,08
	20(b4)	4,12	0,74	1,45	41,12	92,37	12.604,96	7,02
	30(b5)	4,37	0,74	1,37	40,67	53,60	8.299,10	7,14
Aktivasi 60 menit/ 750 panas (a3)	0 (b1)	7,17	0,72	1,90	59,33	106,26	12.275,32	3,45
	5 (b2)	6,36	0,74	3,44	74,08	147,13	19.458,24	3,09
	10(b3)	6,06	0,74	4,48	73,05	157,20	17.148,75	2,96
	20(b4)	5,91	0,74	3,42	59,73	122,41	15.687,41	2,84
	30(b5)	5,89	0,72	2,31	59,78	99,26	13.386,87	2,72
SNI (2006)		Maks.14	0,4-0,9	Min.1,5	Min.31	Min.82	Min.20.400	0,5 – 5

Kadar Air dan Kerapatan

Kadar air papan partikel ditetapkan dengan metode oven. Nilai rata-ran kadar air papan partikel berkisar antara 3,95 – 7,47%. Keberadaan partikel arang akan mengisi ruang kosong antar partikel yang direkat oleh urea formaldehida sehingga penambahan arang pada partikel bahan baku akan mengurangi sifat higroskopis partikel kayu dan menurunkan kadar air papan, namun karena arang tanpa aktivasi relatif masih mengandung *volatile matter* seperti CO dan senyawa hidrokarbon yang bersifat higroskopis, maka sampai taraf tertentu akan meningkatkan kadar air papan partikel (Pari *et al.*, 2006). Adapun arang aktif

bersifat hidrofobik karena relatif lebih sedikit mengandung *volatile matter* sehingga keberadaannya dalam partikel bahan baku akan menghambat terserapnya air dari udara sehingga kadar air papan akan menjadi rendah. Secara keseluruhan kadar air papan partikel yang dibuat ini memenuhi persyaratan standar, karena nilainya kurang dari 14% (SNI 2006, JIS 2003).

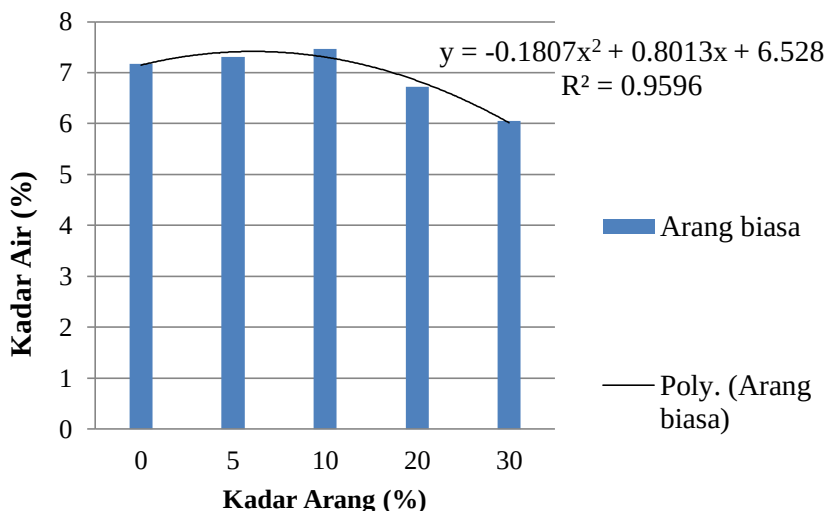
Menurut hasil sidik ragam, perlakuan interaksi antara jenis dengan kadar arang sangat berpengaruh nyata terhadap kadar air maupun kerapatan papan partikel (Tabel 3).

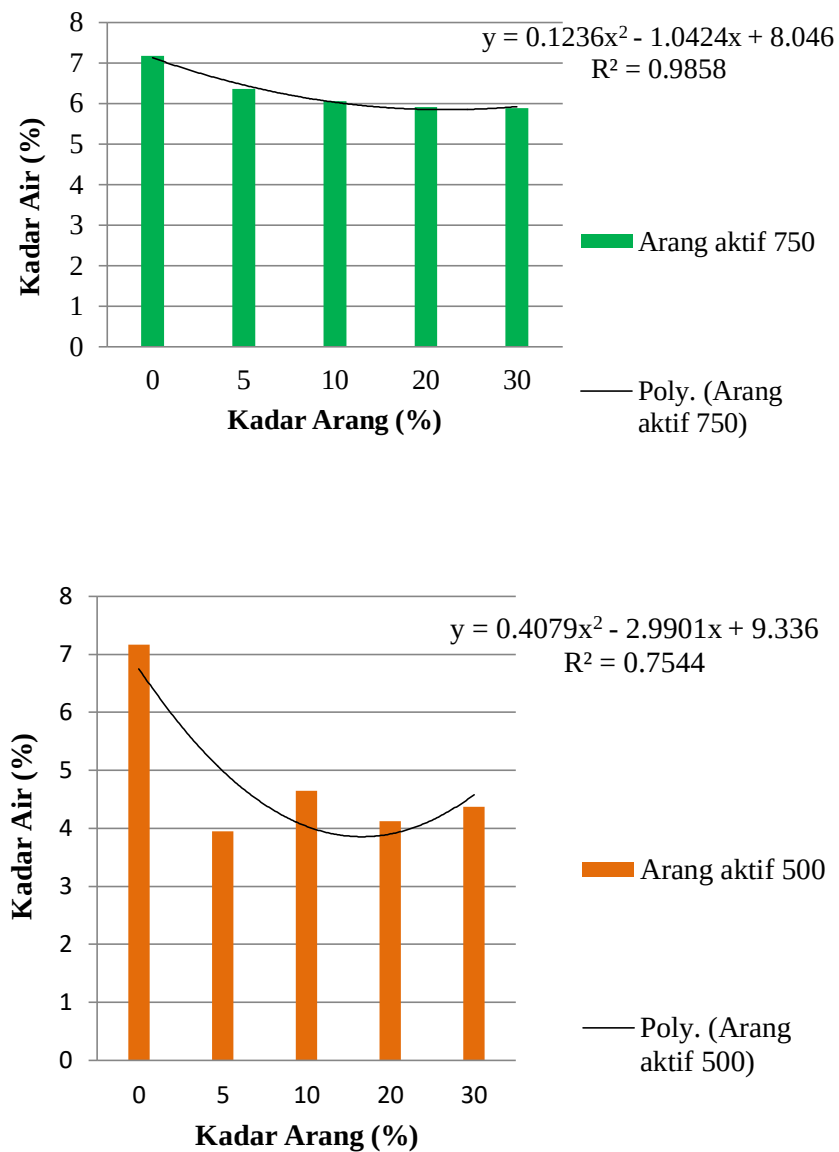
Tabel 3. Ikhtisar sidik ragam pengaruh interaksi jenis dan kadar arang terhadap kadar air dan kerapatan papan partikel

Parameter	Nilai F		
	Hitung	Tabel	
		0,05	
Kadar air (%)	18.29 **	2.27	3.17
Kerapatan (g/cm ³)	508.86 **		

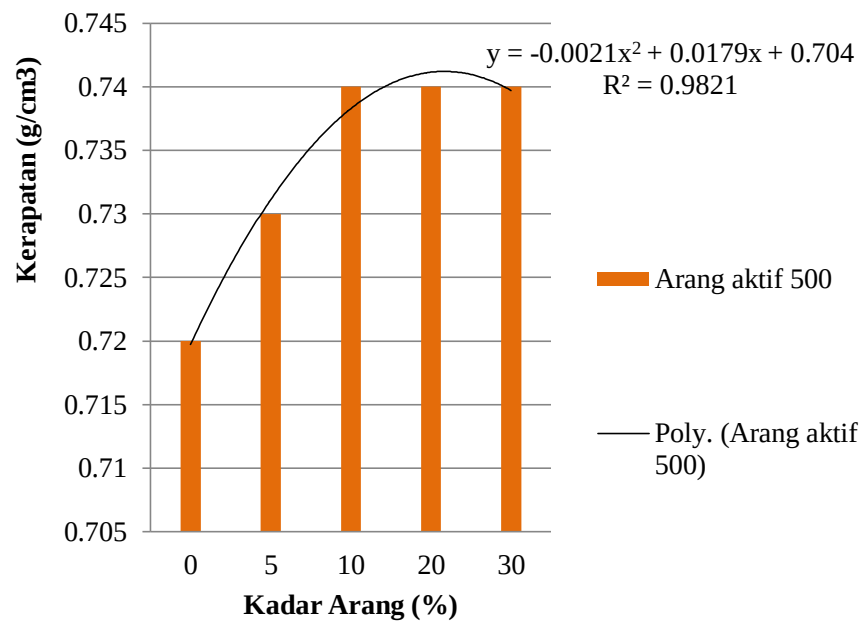
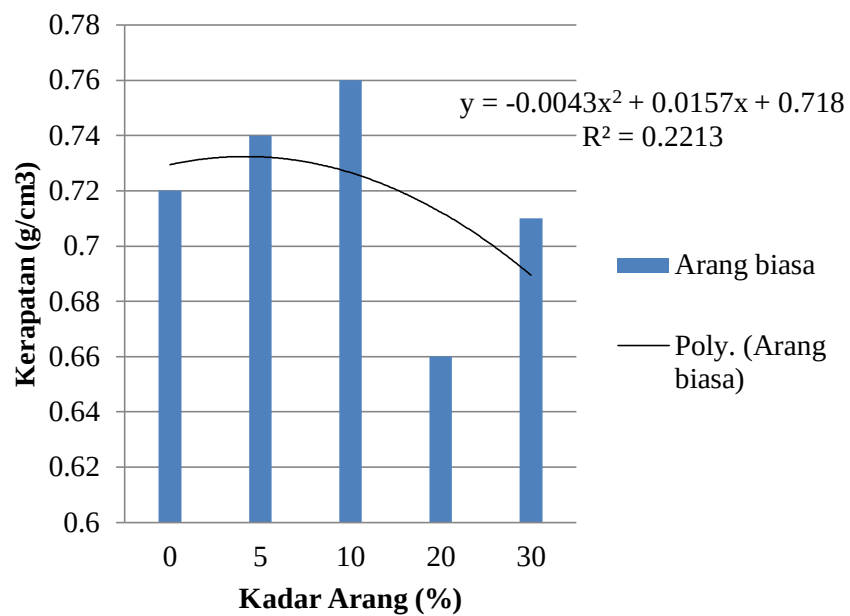
Keterangan: * nyata; ** sangat nyata

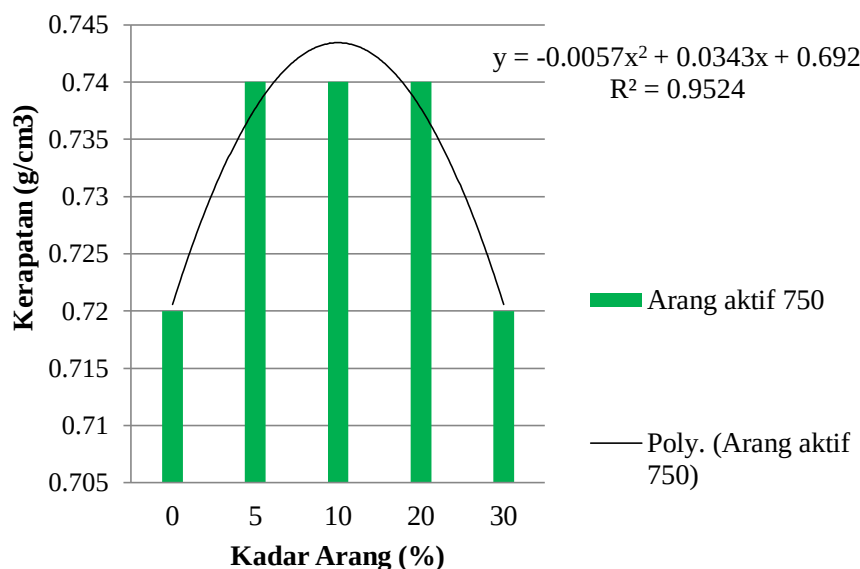
Interaksi antara kadar air (Gambar 1) maupun kerapatan (Gambar 2) papan partikel dengan kadar arang yang digunakan dalam campuran partikel masing-masing dapat dinyatakan dengan persamaan garis regresi kuadratik.





Gambar 1. Interaksi antara kadar air papan partikel dengan kadar arang dalam perekat UF





Gambar 2. Interaksi antara kerapatan papan partikel dengan kadar arang dalam perekat UF yang digunakan

Papan partikel yang dibuat seluruhnya mencapai target kerapatan yang diinginkan, yaitu berkisar antara 0,66 - 0,76g/cm³ (Tabel 2). Produk ini tergolong kepada papan partikel berkerapatan sedang karena nilainya antara 0,4 – 0,9 g/cm³ (SNI, 2006).

Keteguhan Rekat Internal dan Kuat Pegang Sekrup

Keteguhan rekat internal atau dikenal juga dengan keteguhan tarik tegak lurus permukaan (*Internal Bond, IB*) papan partikel, dimaksudkan untuk mengetahui kualitas perekat yang digunakan dalam mengikat adheren, sedangkan pengujian kuat pegang sekrup menggambarkan kemampuan papan partikel untuk menahan sekrup dengan ukuran tertentu. Parameter ini berlaku bagi papan partikel yang memiliki ketebalan minimal 1,5 cm. Nilai rata-rata keteguhan rekat internal papan partikel hasil penelitian ini berkisar antara 1,36 – 4,48 kg/cm² (Tabel 2), yang sebagian besar memenuhi persyaratan standar Jepang maupun Indonesia, karena nilainya > 1,5 kg/cm² (SNI 2006, JIS 2003).

Menurut hasil sidik ragam, perlakuan interaksi antara jenis dengan kadar arang sangat berpengaruh nyata masing-masing terhadap keteguhan rekat internal maupun kuat pegang sekrup (Tabel 4).

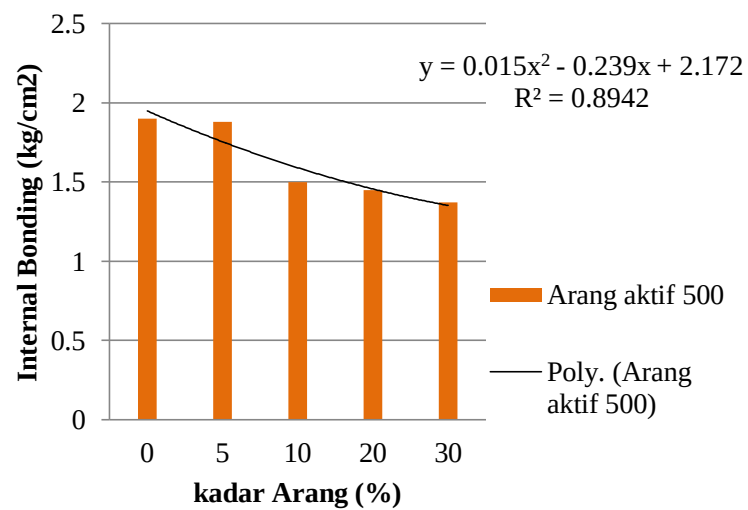
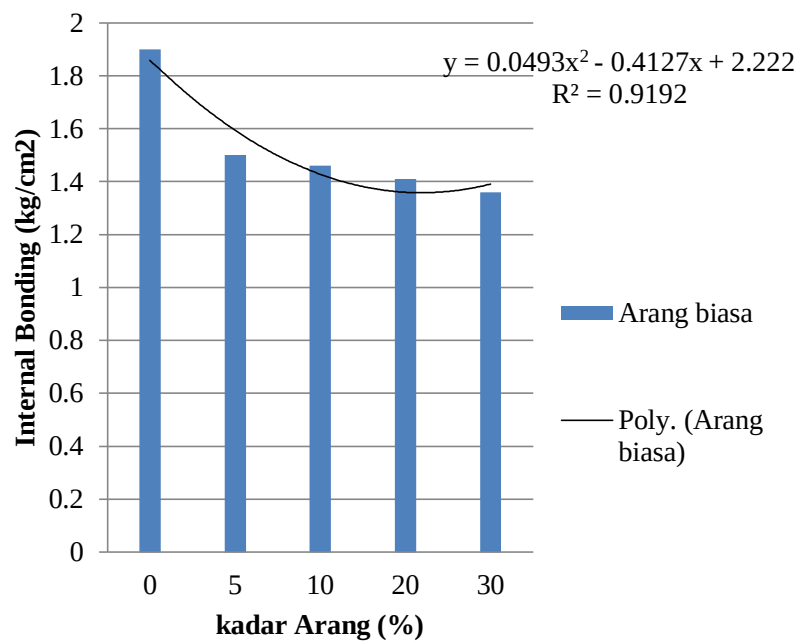
Tabel 4. Ikhtisar sidik ragam pengaruh interaksi jenis dengan kadar arang terhadap keteguhan rekat internal dan kuat pegang sekrup papan partikel

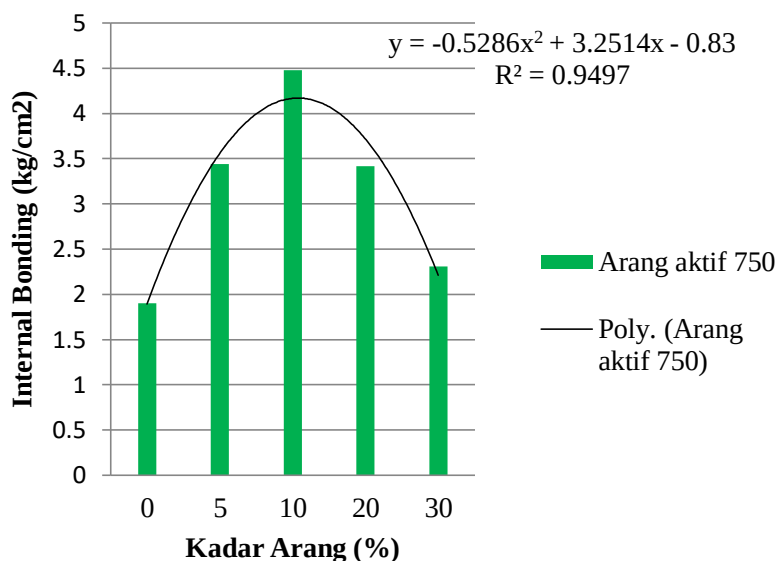
Parameter	Hitung	Nilai F	
		Tabel	
		0,05	
Keteguhan rekat internal (kg/cm ²)	144,98**	2.27	3.17
Kuat pegang sekrup (kg)	5,77**		

Keterangan: * nyata; ** sangat nyata

Penggunaan arang tanpa aktivasi dalam partikel menghasilkan nilai keteguhan rekat internal terbaik pada pemakaian 0%, sementara pencampuran arang yang diaktivasi pada suhu 500°C menghasilkan keteguhan rekat internal papan terbaik pada pemakaian 10%, dan pemakaian arang yang diaktivasi pada suhu 750°C terbaik diperoleh pada pemakaian 5%. Keberadaan partikel arang atau arang aktif akan mengisi ruang kosong antar partikel yang direkat oleh urea formaldehida sehingga akan mengurangi sifat higroskopis partikel kayu, dengan demikian ikatan partikel dengan perekat akan maksimal dan ikatan antar partikel menjadi lebih kompak. Namun pemakaian arang atau arang aktif yang terlalu banyak dalam perekat UF (>10%) ternyata menurunkan keteguhan rekat internal papan, karena sifat arang aktif yang kurang polar (Pari *et al.*, 2006) dibanding partikel kayu sehingga daya ikat perekat dengan partikel jadi berkurang.

Interaksi antara keteguhan rekat internal papan partikel dengan kadar arang yang digunakan dalam campuran partikel masing-masing dapat dinyatakan dengan persamaan garis regresi kuadratik (Gambar 3).

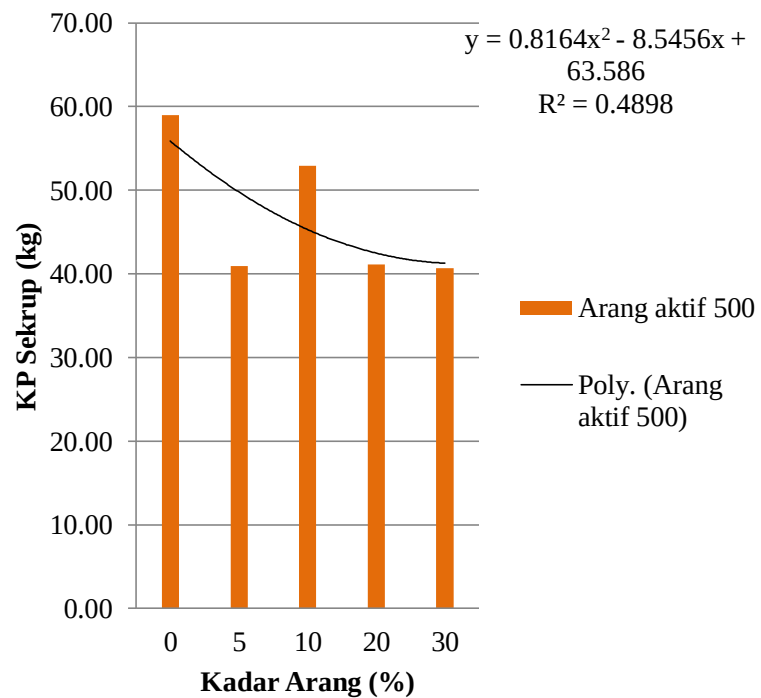
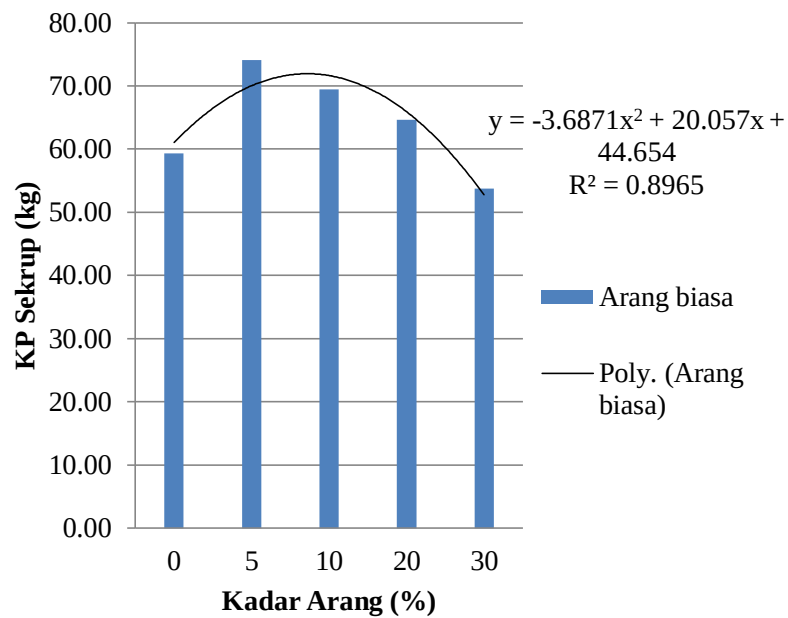


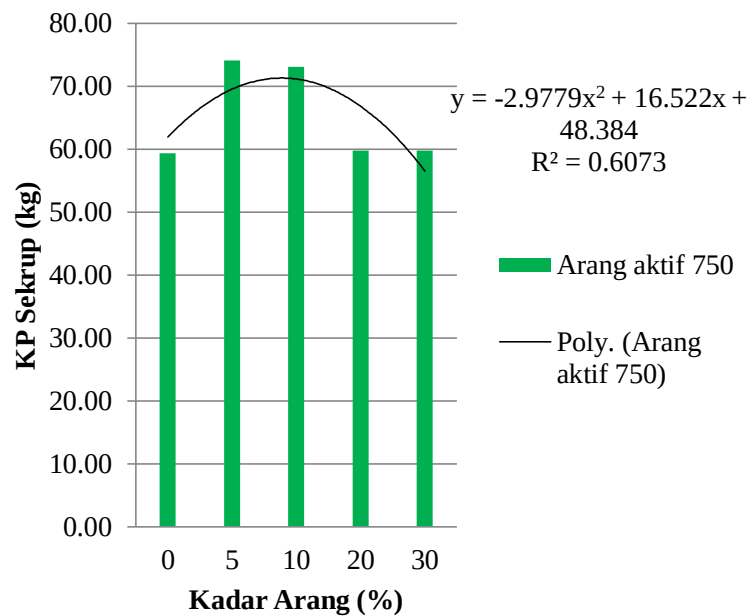


Gambar 3. Interaksi antara keteguhan rekat internal papan partikel dengan kadar arang dalam perekat UF yang digunakan

Hasil pengujian kuat pegang sekrup papan partikel berkisar antara 40,67 – 74,13 kg (Tabel 2), yang menurut hasil sidik ragam, interaksi perlakuan jenis dengan kadar arang sangat berpengaruh nyata terhadap kuat pegang sekrup papan partikel (Tabel 4).

Keberadaan arang maupun arang aktif dalam campuran partikel menghasilkan efek yang serupa, yakni sampai batas tertentu meningkatkan kuat pegang sekrup papan dengan pola hubungan antara kuat pegang sekrup papan partikel dengan kadar arang yang digunakan dalam campuran partikel masing-masing menunjukkan pola persamaan garis regresi kuadratik (Gambar 4).





Gambar 4. Interaksi antara kuat pegang sekrup papan partikel dengan kadar arang dalam perekat UF yang digunakan

Pemakaian arang atau arang aktif yang berlebihan akan melemahkan daya cengkram papan terhadap sekrup. Hal tersebut dikarenakan kurang maksimalnya ikatan partikel dengan perekat akibat terhalang oleh partikel arang atau arang aktif yang bersifat kurang polar dibanding partikel kayu sehingga kuat pegang sekrup papan menjadi berkurang. Kuat pegang sekrup terbaik dicapai pada papan partikel yang menggunakan partikel dengan campuran arang yang diaktivasi pada suhu 750°C sebanyak 5 – 10%, sementara kuat pegang sekrup terbaik pada papan partikel yang menggunakan campuran arang yang diaktivasi pada suhu 500°C sebanyak 10%, dan yang menggunakan arang biasa dicapai dengan kadar arang sebanyak 5% (Gambar 4). Namun demikian nilai kuat pegang sekrup papan partikel ini seluruhnya memenuhi persyaratan standar Jepang dan Indonesia, karena nilainya > 31 kg (SNI 2006, JIS 2003).

Keteguhan Patah dan Keteguhan Lentur

Keteguhan patah (*Modulus of rupture, MOR*) merupakan nilai yang menunjukkan beban maksimum yang dapat ditahan oleh suatu beban persatuan luas sampai bahan tersebut patah, sementara keteguhan lentur (*Modulus of elasticity, MOE*) adalah ukuran kemampuan suatu bahan atau material untuk mempertahankan perubahan bentuk akibat beban yang mengenainya (Haygreen dan Bowyer, 1993).

Nilai rata-rata keteguhan patah dan keteguhan lentur papan partikel berturut-turut berkisar antara 53,60 – 157,20 kg/cm² dan 8.299,10 – 19.458,24 kg/cm² (Tabel 3). Menurut hasil sidik ragam, perlakuan interaksi jenis dan kadar arang sangat berpengaruh nyata terhadap keteguhan patah papan partikel (Tabel 5).

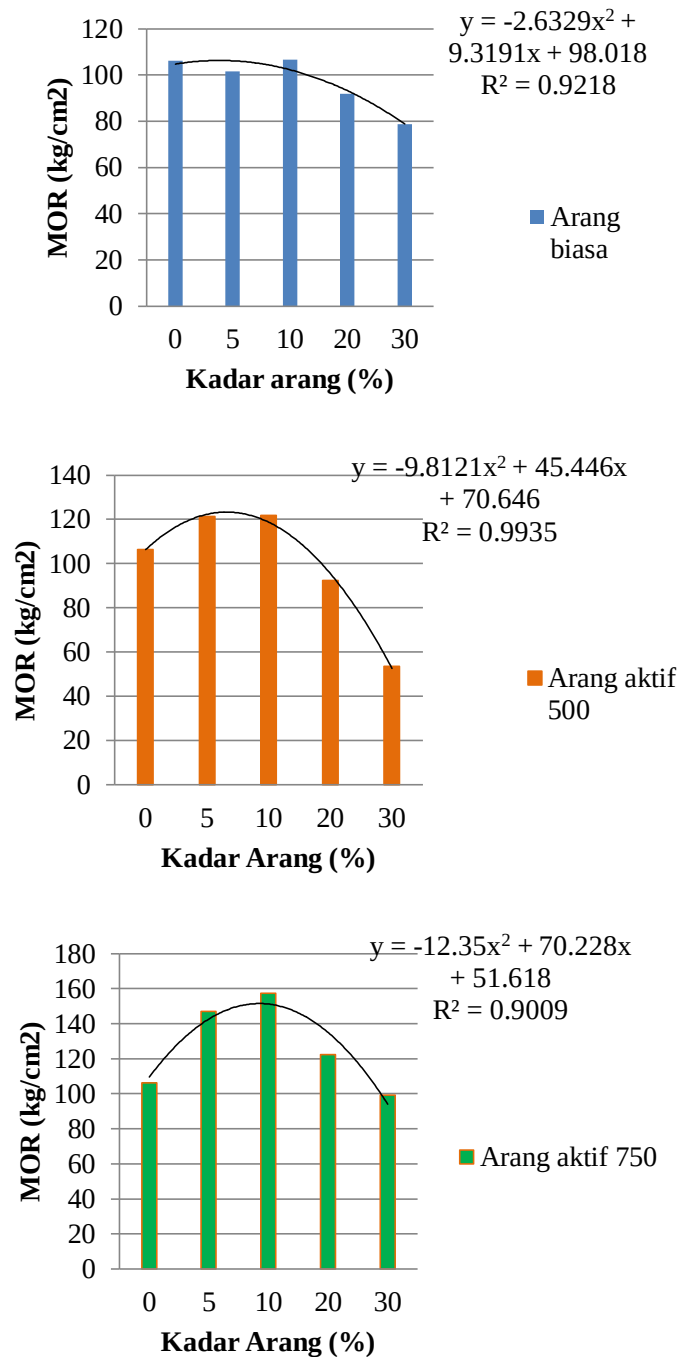
Tabel 5. Ikhtisar sidik ragam pengaruh interaksi jenis dengan kadar arang terhadap keteguhan patah (MOR) dan keteguhan lentur (MOE) papan partikel

Parameter	Nilai F		
	Hitung	Tabel	
		0,05	0,01
Keteguhan patah (kg/cm ²)	23,28**	2.27	3.17
Keteguhan lentur (kg)	117,37**		

Keterangan: * nyata; ** sangat nyata

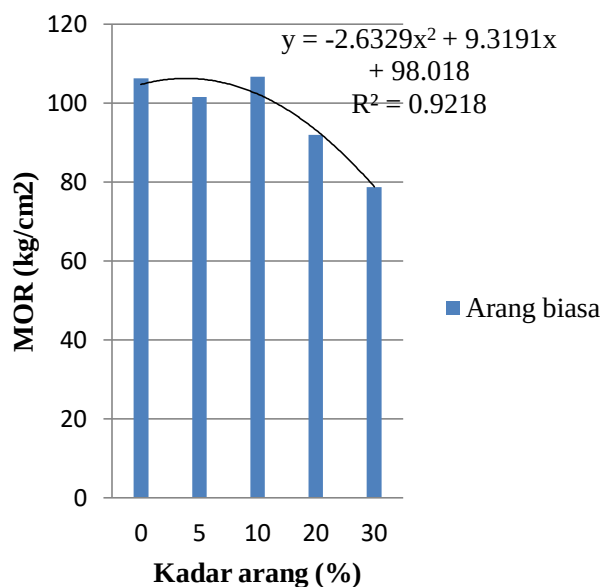
Pencampuran arang maupun arang aktif ke dalam partikel bahan baku sampai batas tertentu meningkatkan keteguhan patah, dengan nilai terbaik yang dicapai masing-masing pada penggunaan 10% dari bobot partikel kayu. Nilai keteguhan patah papan partikel dalam komposisi tersebut seluruhnya memenuhi persyaratan standar Jepang dan Indonesia, karena > 80 kg/cm² (SNI 1996, JIS 2003). Pemakaian arang maupun arang aktif yang berlebihan akan menurunkan keteguhan patah papan. Hal tersebut akibat kurang maksimalnya ikatan partikel dengan perekat karena terhalang oleh partikel arang atau arang aktif yang bersifat kurang polar dibanding partikel kayu sehingga papan menjadi lebih mudah patah.

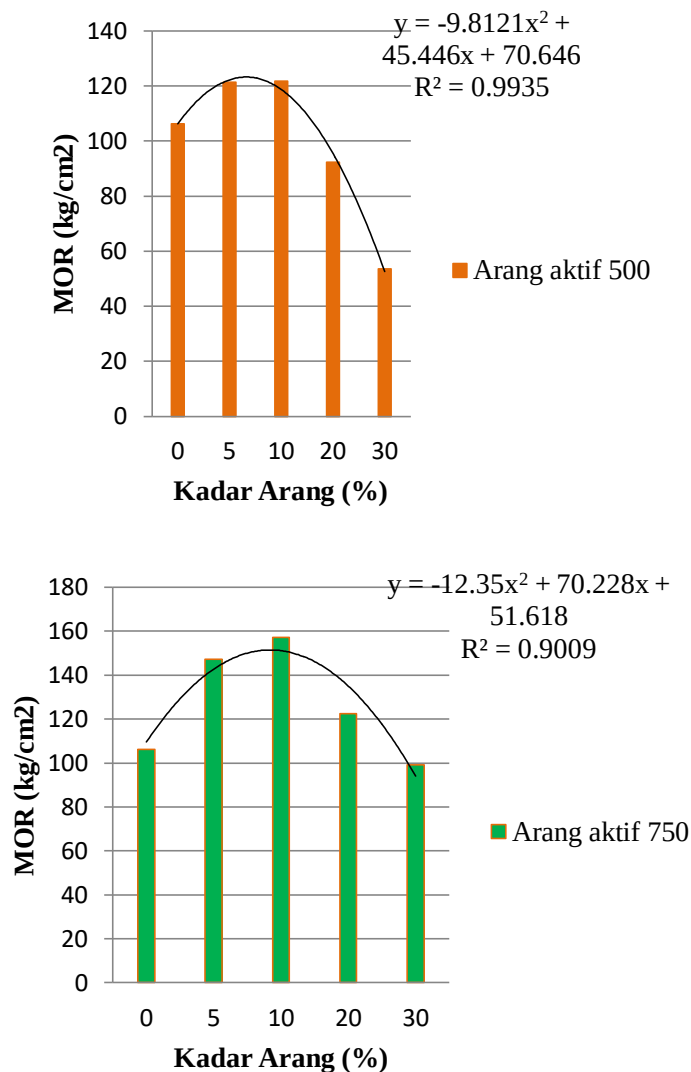
Interaksi antara keteguhan patah papan partikel dengan kadar arang yang digunakan dalam perekat UF dapat dinyatakan dengan persamaan garis regresi kuadratik (Gambar 5).



Gambar 5. Interaksi antara keteguhan patah papan partikel dengan kadar arang dalam perekat UF yang digunakan

Nilai keteguhan lentur papan partikel berkisar antara 8.299,10–19.458,24 kg/cm² (Tabel 2). Menurut hasil sidik ragam, perlakuan interaksi jenis dan kadar arang sangat berpengaruh nyata terhadap keteguhan lentur papan partikel (Tabel 5). Penambahan arang sampai 30% ke dalam partikel bahan baku meningkatkan keteguhan lentur papan, hal ini diduga permukaan arang yang belum diaktivasi mengandung senyawa CO dan CH yang bersifat polar (Pari *et al.*, 2006) sehingga akan menambah daya ikat perekat dengan partikel menjadi lebih kompak dan meningkatkan daya lentur papan. Interaksi antara keteguhan lentur papan partikel dengan kadar arang yang digunakan dalam perekat UF dapat dinyatakan dengan persamaan garis regresi linear (Gambar 6).

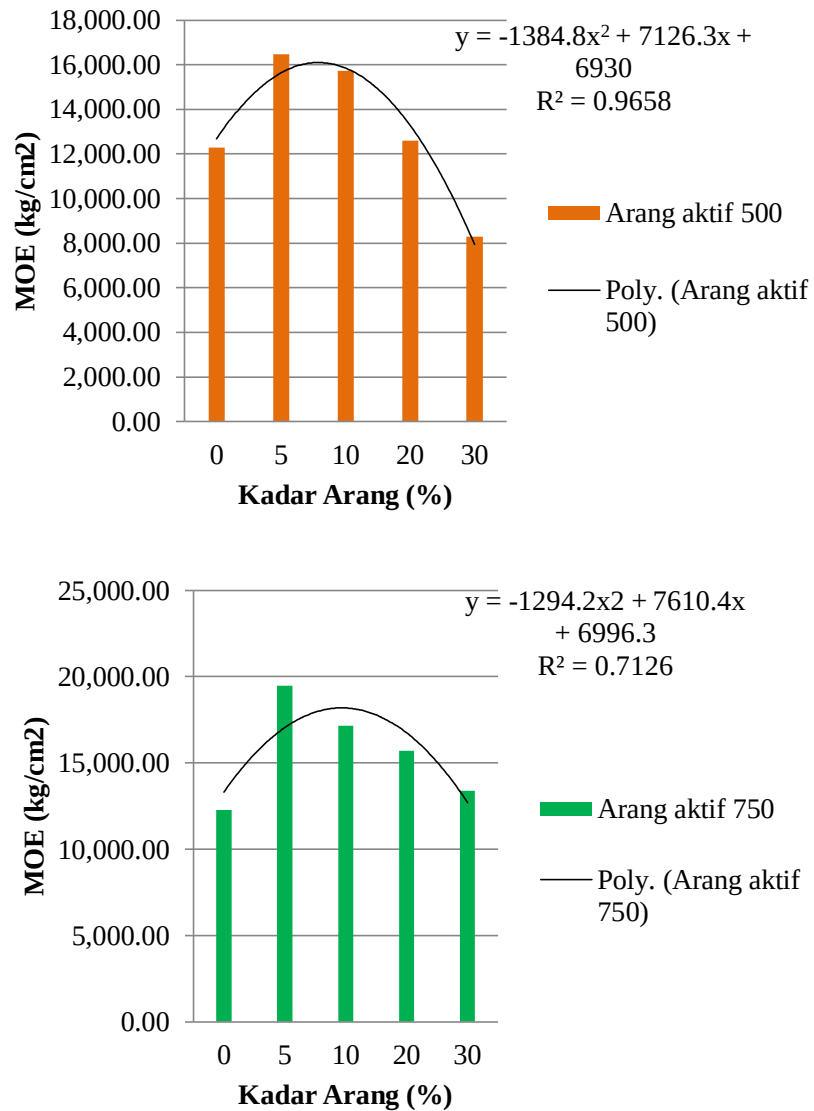




Gambar 6. Interaksi antara keteguhan patah papan partikel dengan kadar arang dalam perekat UF yang digunakan

Penggunaan arang aktif dalam partikel bahan baku sampai batas tertentu meningkatkan keteguhan lentur papan, dengan nilai optimum dicapai pada penggunaan 5% dari bobot partikel kayu. Pemakaian arang aktif yang berlebihan akan menurunkan keteguhan lentur papan. Hal tersebut akibat berkurangnya ikatan partikel dengan perekat karena terhalang oleh partikel arang aktif yang bersifat kurang polar dibanding partikel kayu sehingga papan menjadi lebih kaku. Hubungan antara keteguhan lentur papan partikel dengan kadar arang aktif yang digunakan dalam perekat UF masing-masing dapat

dinyatakan dengan persamaan garis kuadratik (Gambar 7).



Gambar 7. Interaksi antara keteguhan lentur papan partikel dengan kadar arang dalam perekat UF yang digunakan

Nilai keteguhan lentur papan partikel yang menggunakan komposisi seperti tersebut di atas memenuhi persyaratan standar Jepang dan Indonesia, karena nilainya $> 15.000 \text{ kg/cm}^3$ (SNI 1996, JIS 2003), namun tidak memenuhi persyaratan SNI (2006) karena nilainya $< 20.400 \text{ kg/cm}^3$.

Emisi Formaldehida

Salah satu sifat yang kurang disukai dari perekat yang mengandung formaldehida adalah emisi formaldehida dari produk perekatannya, karena dalam jumlah tertentu dapat mengganggu kesehatan (Roffael, 1993). Berkenaan dengan hal tersebut, maka emisi formaldehida dari papan partikel perlu diuji guna mengetahui tingkat keamanannya. Nilai rata-rata emisi formaldehida papan partikel hasil penelitian ini berkisar antara 2,72 – 7,14 mg/L (Tabel 2). Menurut hasil sidik ragam, perlakuan interaksi jenis dan kadar arang sangat berpengaruh nyata terhadap emisi formaldehida papan partikel (Tabel 6).

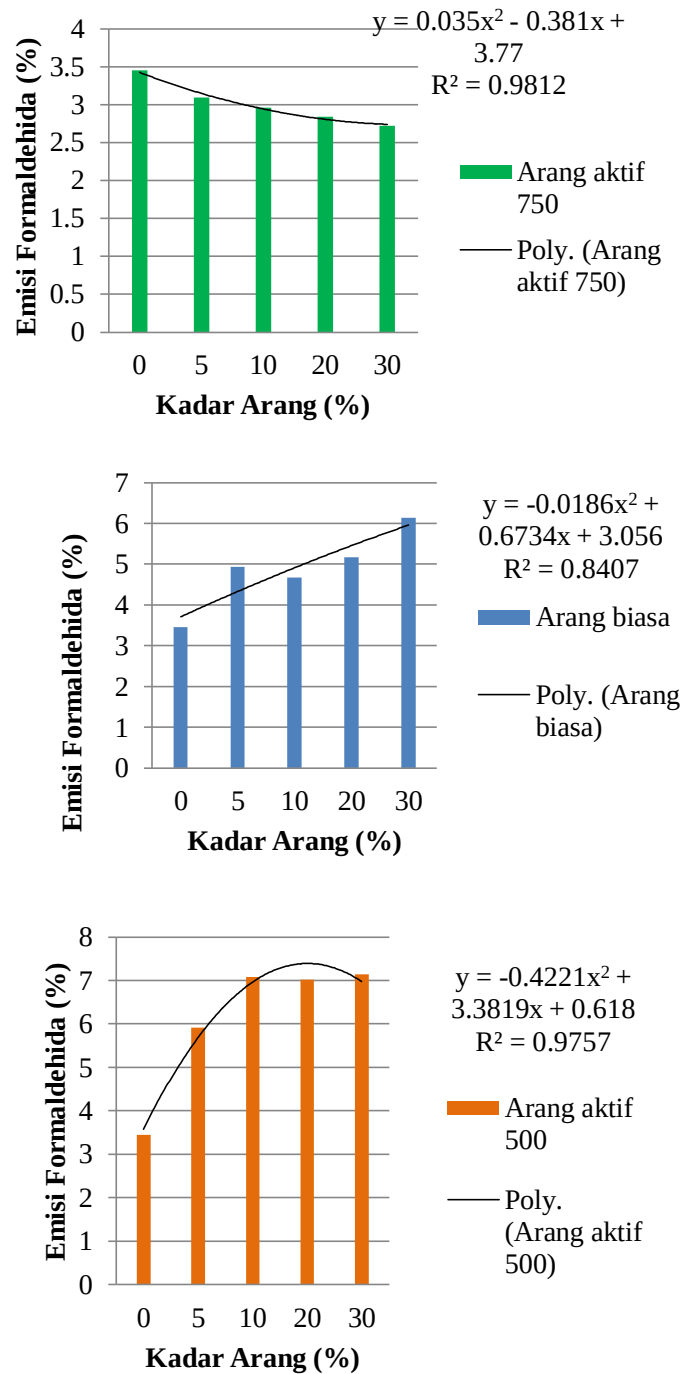
Penambahan arang sampai 30% ke dalam partikel bahan baku meningkatkan emisi formaldehida papan, hal ini diduga permukaan arang yang belum diaktivasi mengandung senyawa CO dan CH yang bersifat polar (Pari *et al.*, 2006) sehingga akan meningkatkan sifat higroskopisitas papan dan akibatnya ikatan perekat dengan partikel akan terganggu dan formaldehida bebas dari perekat yang semula terikat pada selulosa partikel akan terlepas.

Tabel 6. Ikhtisar sidik ragam pengaruh interaksi jenis dengan kadar arang terhadap emisi formaldehida papan partikel

Parameter	Hitung	Nilai F	
		Tabel	
		0,05	0,01
Emisi formaldehida (mg/L)	23,85**	2.27	3.17

Keterangan: * nyata

Interaksi antara emisi formaldehida papan partikel dengan kadar arang yang digunakan dalam perekat UF dapat dinyatakan dengan persamaan garis regresi kuadratik (Gambar 8).



Gambar 8. Interaksi antara emisi formaldehida papan partikel dengan kadar arang dalam perekat UF yang digunakan

Di pihak lain, penggunaan arang yang diaktivasi pada suhu 500°C dalam partikel bahan baku sampai 10% dari bobot partikel kayu, meningkatkan emisi formaldehida papan, sementara penambahan berikutnya sampai 30% relatif sama dengan 10%. Hal ini menunjukkan bahwa permukaan arang yang diaktivasi pada suhu 500°C masih mengandung senyawa-senyawa yang bersifat higroskopis yang berakibat terlepasnya formaldehida bebas dari perekat yang semula terikat pada selulosa partikel.

Interaksi antara emisi formaldehida papan partikel dengan kadar arang aktif yang diaktivasi pada suhu 500°C yang digunakan dalam campuran partikel bahan baku dapat dinyatakan dengan persamaan garis regresi kuadratik (Gambat 8). Dengan demikian arang maupun arang yang diaktivasi pada suhu 500°C tidak dapat dicampurkan ke dalam partikel bahan baku karena tidak mampu menjerap emisi formaldehida papan partikel.

Penggunaan arang yang diaktivasi pada suhu 750°C sampai dengan 30% dari berat partikel kayu menurunkan kadar emisi formaldehida papan partikel dari 3,45 mg/L hingga 2,72 mg/L atau 21%. Hal ini dikarenakan arang aktif tersebut memiliki lebih sedikit mengandung senyawa CO dan hidrokarbon yang bersifat polar selain itu porinya lebih banyak (Pari *et al.*, 2006) sehingga daya jerap terhadap formaldehida meningkat. Nilai emisi formaldehida papan partikel ini memenuhi persyaratan untuk penggunaan di dalam ruangan (klasifikasi E2, interior) karena standar Indonesia dan Jepang mensyaratkan antara 0,5–5,0 mg/L (SNI, 2006 dan JIS, 2003).

Tabel 7. Tingkat emisi formaldehida menurut standar JIS A 5908-2003

Klasifikasi	Maksimum (ppm)	Keterangan
E0	0,5	E0 merupakan kelas emisi terendah dan terbaik
E1	1,5	E1 merupakan kelas emisi tengah
E2	5,0	E2 merupakan kelas emisi terbesar

Sumber : JIS A 5908 : 2003; SNI 01-7140-2005.

Berpedoman kepada nilai emisi formaldehida terendah dari papan partikel yang diteliti ini, maka untuk membuat produk papan partikel sebaiknya menggunakan campuran arang yang diaktivasi pada suhu aktivasi 750°C ke dalam partikel bahan baku sebanyak 30%, namun bila berpedoman pada persyaratan sifat fisis-mekanis dan emisi formaldehida

dengan katagori E₁ bisa menggunakan campuran arang aktif yang diperoleh pada suhu aktivasi 750°C ke dalam partikel bahan baku sebanyak 10%, dengan karakteristik yang sebagian besar memenuhi persyaratan SNI (2006), hanya keteguhan lenturnya yang tidak memenuhi persyaratan karena nilainya $< 20.400 \text{ kg/cm}^2$. Secara garis besar hasil penelitian ini menunjukkan fenomena serupa dengan yang dikemukakan oleh Santoso dan Pari (2012) yang meneliti tentang pengaruh penggunaan arang aktif dalam campuran bahan baku terhadap karakteristik papan partikel, di mana pencampuran arang aktif ke dalam partikel bahan baku mampu meningkatkan kualitas papan partikel dalam hal emisi formaldehida produk tersebut, dengan satu parameter uji yang tidak memenuhi persyaratan yaitu keteguhan lenturnya, sementara keteguhan rekat internal, kadar air, kerapatan, keteguhan patah, kuat pegang sekrup memenuhi persyaratan standar Indonesia dan Jepang.

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini disimpulkan bahwa jenis dan kadar arang yang digunakan ke dalam partikel bahan baku berpengaruh sangat nyata terhadap kualitas papan tiruan. Pencampuran sebanyak 10% arang yang diaktivasi pada suhu 750°C ke dalam partikel bahan baku menghasilkan papan partikel yang kualitasnya (sifat fisik-mekanis dan emisi formaldehida) memenuhi persyaratan standar Jepang (JIS, 2003), dan standar Indonesia (SNI 2006) kecuali keteguhan lenturnya.

5. SARAN

Disarankan untuk membuat produk papan katagori E₂ sebaiknya menggunakan campuran arang aktif yang diperoleh pada suhu aktivasi 750°C ke dalam partikel bahan baku sebanyak 10%.

DAFTAR PUSTAKA

- CPSC. 1997. *An Update On Formaldehyde*: 1997. Revision. <http://www.cpsc.gov>. [27 Marret 2007].
- Dynea. 2005. *Resin for ultra low formaldehyde emission according to the Japanese F**** quality*. San Diego. Manfred Dunky.
- Haygreen, J.G dan Bowyer, J.L. 1996. *Hasil Hutan dan Ilmu Kayu: Suatu Pengantar* (terjemahan). Gadjah Mada University Press. Yogyakarta.
- Liteplo, R.G., R. Beauchamp, M.E. Meek, and R. Chenier. 2002. *Formaldehyde. Concise International Chemical Assessment Document 40*. Geneva. WHO.
- [JIS] Japan Industrial Standar. 2003. Particleboard. JIS A 5908. Tokyo: Japanese Standards Association.
- Pari G., Kurnia S., Wasrin S., and Buchari. 2006. Tectona grandis activated charcoal as catching agent of formaldehyde on plywood glued with urea formaldehyde. *Proceedings of the 8th Pacific Rim Bio-Based Composites Symposium*. Kuala Lumpur. Malaysia.
- Park, S.B., Su-Won K., Jong-Young P., dan Jung-Kwan Roh. 2006. Physical and Mechanical Properties and Formaldehyda Emission of Particleboard with Bamboo Charcoal. *J Forest Science* 69:50-59.
- Roffael, Edmone; transleted from German text and edited by K. C. Khoo, M. P. Koh and C.L. Ong, 1993. *Formaldehyde Release From Particle Board and Other Wood Based Panel*, Malaysia: Forest Research Institute Malaysia (FIRM) with technical assistance from Malaysia-German Forestry Research Project (GTZ)
- Santoso A, S Ruhendi, YS Hadi dan SS Achmadi. 2001. Pengaruh Komposisi Perekat Lignin Resorsinol Formaldehyda terhadap Emisi Formaldehyda dan Sifat Fisis Mekanis Kayu lamina. *J Teknologi Hasil Hutan*. 14(2): 7–15.
- Santoso A dan G Pari. 2012. Pengaruh arang aktif dalam campuran bahan baku terhadap karakteristik papan partikel, *J Penelitian Hasil Hutan*. 30(3): 0216-4329.
- Santoso A dan G Pari. 2015. Sifat Papan Partikel Daur Ulang Rendah Emisi Formaldehyda.

J Penelitian Hasil hutan 33 (1): 1-10.

[SNI] Standar Nasional Indonesia 2006. *Papan Partikel*. Standar Nasional Indonesia. SNI
03-2105-2006. Jakarta

Sudjana. 2006. *Desain dan Analisis Eksperimen*. Bandung. Tarsito

**OPTIMASI TEKNIK PREPARASI SAMPEL PADA PENENTUAN
KADAR ETILENA DI DALAM KOPOLIMER BLOK
POLIPROPILENA**
*(The Optimization of Sample Preparation Technique in Ethylene Content Determination
in Polypropylene Block Copolymer)*

*Agus Malik Ibrahim¹, Ihsan Safari², & Heny Hindriani¹

¹ Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon

² PT Tri Polyta Indonesia

E-mail/telp: sezhomalik@gmail.com /08176318313

ABSTRAK

Sesuai dengan tuntutan konsep kualitas, kandungan komonomer etilena pada polipropilena jenis kopolimer blok harus dianalisis dengan akurat dan presisi, agar hasil polimer yang didapatkan sesuai dengan spesifikasi yang diinginkan, karena tinggi-rendahnya kandungan komonomer tersebut mempengaruhi kekuatan mekanik polipropilena jenis kopolimer blok. Penelitian ini bertujuan mendapatkan metode preparasi sampel yang memberikan hasil analisis paling akurat dan presisi untuk penentuan kadar etilena di dalam polipropilena jenis kopolimer blok. Kadar etilena dalam kopolimer blok polipropilena dibagi dalam 3 parameter, yaitu: kadar total etilena pada kopolimer (Et), kadar etilena pada *ethylene propylene rubber*/EPR (Ec), dan kadar EPR pada kopolimer (Fc). Sampel polipropilena jenis kopolimer blok yang digunakan berbentuk resin (serbuk), dan berasal dari produk salah satu perusahaan polimer di Cilegon dengan grade BI 9,0 GA. Penelitian ini menghasilkan kesimpulan bahwa dari kelima taraf faktor yang digunakan, teknik preparasi sampel yang memberikan hasil optimal adalah taraf faktor ke-5 (resin polipropilena diubah menjadi bentuk film terlebih dahulu, baru kemudian dilakukan proses pemanasan dan pendinginan).

Kata kunci: polipropilena, etilena, kopolimer blok

ABSTRACT

In accordance with the demands of the concept of quality, the ethylene comonomer content of polypropylene block copolymer species must be accurately and precisely analyzed, in order that the polymer yield obtained is in accordance with the desired specification, since the high content of the comonomer affects the mechanical strength of polypropylene block copolymer type. The objective of this research is to obtain sample preparation method which gives the most accurate and precise analysis result for the determination of ethylene content in polypropylene block copolymer. Ethylene content in polypropylene block copolymer is divided into 3 parameters, namely: total ethylene content in copolymer (Et), ethylene content on ethylene propylene rubber/EPR (Ec), and EPR content in copolymer

(Fc). The polypropylene block copolymer type is used in the form of resin (powder), and comes from the product of one of the polymer companies in Cilegon with grade BI 9.0 GA. This research concludes that from the five factors used, the sample preparation technique that gives the optimum result is the 5th factor (polypropylene resin is converted to film form first, then the process of heating and cooling).

Key words: polypropylene, ethylene, block copolymer

1. PENDAHULUAN

Perkembangan dunia industri saat ini berjalan dengan pesatnya. Hal ini menyebabkan tuntutan terhadap kualitas dan daya saing produk yang dihasilkan, demi mempertahankan kepercayaan konsumen dan pangsa pasar. Hal tersebut ditambah lagi dengan persaingan dari para kompetitor yang secara alamiah pasti akan terjadi.

Aplikasi atau penggunaan produk-produk polimer digunakan oleh orang banyak, baik di negara Indonesia, maupun di dunia. Masyarakat pengguna, tentu akan mencoba memahami dan melakukan pemilihan terhadap barang mana yang paling dapat memuaskan kebutuhan dan keinginannya, hal ini berarti masyarakat akan melakukan pertimbangan berdasarkan kualitas suatu produk. Oleh karena itu, peningkatan mutu dan pemuasan kebutuhan konsumen merupakan hal yang wajib dilakukan dalam upaya memenangkan persaingan tersebut.

Polimer diartikan *International of Pure and Applied Chemistry* (IUPAC), sebagai suatu zat yang terbentuk dari molekul-molekul yang besar yang cirinya terdiri dari banyak pengulangan dari satu atau beberapa jenis atom-atom atau kelompok atom (disebut monomer atau unit penyusun) yang dihubungkan satu sama lain secara kovalen yang jumlahnya cukup untuk menyusun serangkaian sifat yang tetap dan tidak akan berubah secara nyata dengan adisi atau pemindahan satu atau beberapa unit penyusun (Hernandez *et al.*, 2000). Selain polimer, dikenal juga istilah kopolimer, yaitu polimer yang tersusun dari dua atau lebih tipe monomer yang berbeda. Salah satu contoh polimer adalah polipropilena yang merupakan jenis kopolimer blok karena tersusun atas propilena sebagai monomer utama, dan etilena sebagai komonomer.

Polipropilena, karena sifat mekanisnya yang kuat menunjukkan perkembangan

industri yang pesat sejak diperkenalkan ke pasaran pada tahun 1965. Banyak upaya telah dilakukan untuk memperbaiki ketangguhan polipropilena, di antaranya memperkenalkan elastomer dengan kopolimerisasi diakui yang paling efektif (Song *et al.*, 2009). Kopolimer blok menempati area penelitian yang luas karena mereka menawarkan berbagai macam kemungkinan dalam komposisi arsitektur, ukuran, dan kimia (Smart *et al.*, 2008). Aplikasi polipropilena jenis kopolimer blok adalah untuk dibuat menjadi suatu barang yang memiliki kekuatan mekanik yang tinggi, contohnya untuk *battery casing* (accu), otomotif, perabot rumah tangga, dan bahan elektronika, karena sifatnya yang tangguh dan tidak mudah pecah pada temperatur rendah. Sesuai dengan tuntutan konsep kualitas tersebut, maka kandungan komonomer etilena pada polipropilena jenis kopolimer blok harus dianalisis dengan akurat dan presisi, agar hasil polimer yang didapatkan sesuai dengan spesifikasi yang diinginkan, karena besar kecilnya kandungan komonomer tersebut berpengaruh terhadap kekuatan mekanik polipropilena jenis kopolimer blok. Parameter kekuatan mekanik polipropilena diantaranya kekuatan tarik, kekuatan tumbukan, kekuatan ayun, dan kelenturan. Penyisipan unit-unit etilena ke dalam polipropilena akan mengacaukan struktur isotaktik yang akan menghasilkan penurunan titik leleh, meningkatkan kejernihan, meningkatkan ketahanan terhadap bahan kimia, fleksibilitas yang baik, dan kekuatan tumbukan yang lebih baik (Butler dan Veazey, 1992).

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

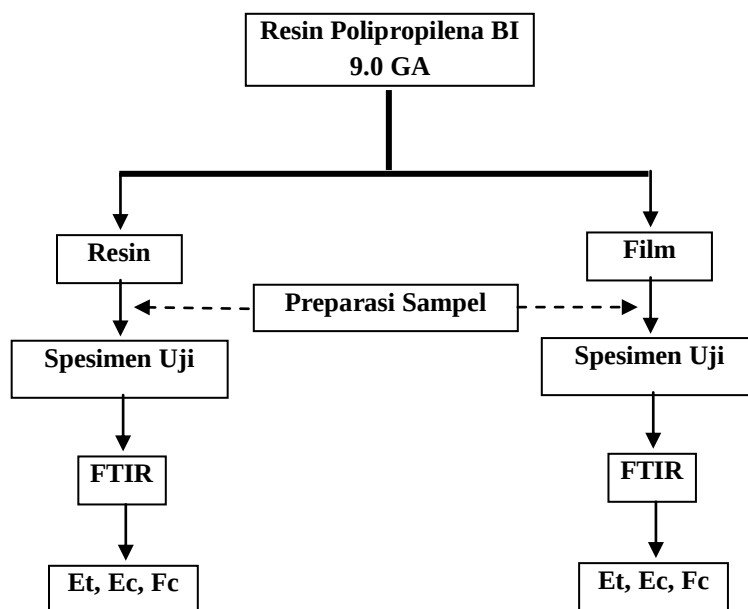
Peralatan yang digunakan adalah *cast film extruder* Killion, pembawa cetakan dengan pegangan kayu, *baking plate stainless steel*, cetakan 4 lubang dengan ukuran 30 x 60 x 0,5 mm, aluminium foil, *hydraulic press machine* dengan *double press*, gunting, dan *Fourier transform infra red spectrometer* (FTIR) BIORAD.

Bahan yang digunakan adalah resin polipropilena grade BI 9,0 GA dan es batu.

B. Metode

Prosedur Secara Umum

Prinsip dasar dalam teknik preparasi sampel yang dilakukan pada penelitian ini mengacu pada prosedur yang dikembangkan oleh *Union Carbide Chemicals and Plastics Company Inc, and Shell Company*. Secara umum, percobaan yang dilakukan adalah dengan membentuk resin kopolimer blok polipropilena menjadi spesimen uji, kemudian kadar etilena (Et, Ec, dan Fc) yang ada pada spesimen uji kopolimer blok polipropilena diukur dengan alat *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Khusus pada taraf faktor ke-5 (P_5), resin polipropilena diubah terlebih dahulu menjadi bentuk lembaran film, kemudian dibuat spesimen uji FTIR.



Gambar 1. Diagram alir percobaan secara umum

Taraf Faktor 1 (P_1)

Cetakan disusun berdasarkan urutan pembawa cetakan, *baking plate*, aluminium foil, cetakan 4 lubang, aluminium foil, *baking plate*. Sampel 1 gram masing-masing ditempatkan pada 4 lubang yang ada pada cetakan. Sampel dan cetakan ditutup dengan aluminium foil dan *baking plate*. Dilakukan pemanasan awal (*pre-heat*) sampel pada *pressure* kontak selama 30 menit (perhatian: *timer* tidak dijalankan). Sampel dipress panas

dengan suhu 230 °C selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel dipress dingin selama 1 menit 20 detik (80 detik).

Taraf Faktor 2 (P₂)

Cetakan disusun berdasarkan urutan pembawa cetakan, *baking plate*, aluminium foil, cetakan 4 lubang, aluminium foil, *baking plate*. Sampel 1 gram masing-masing ditempatkan pada 4 lubang yang ada pada cetakan. Sampel dan cetakan ditutup dengan *aluminium foil* dan *baking plate*. Dilakukan pemanasan awal (*pre-heat*) sampel pada *pressure* kontak selama 30 menit (perhatian: *timer* tidak dijalankan). Sampel dipress panas dengan suhu 230 °C selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel dipress dingin selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel kemudian dipotong-potong dan diaduk supaya homogen. Dilakukan kembali langkah 1, 2, 4, dan 5 terhadap sampel yang telah dipotong-potong tadi.

Taraf Faktor 3 (P₃)

Cetakan disusun berdasarkan urutan pembawa cetakan, *baking plate*, aluminium foil, cetakan 4 lubang, aluminium foil, *baking plate*. Sampel 1 gram masing-masing ditempatkan pada 4 lubang yang ada pada cetakan. Sampel dan cetakan ditutup dengan *aluminium foil* dan *baking plate*. Dilakukan pemanasan awal (*pre-heat*) sampel pada *pressure* kontak selama 30 menit (perhatian: *timer* tidak dijalankan). Sampel dipress panas dengan suhu 230 °C selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel dipress dingin selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel kemudian dipotong-potong dan diaduk supaya homogen. Dilakukan kembali langkah 1, 2, dan 4 terhadap sampel yang telah dipotong-potong. Dilakukan pendinginan dengan mencelupkan cetakan berisi sampel ke air.

Taraf Faktor 4 (P₄)

Cetakan disusun berdasarkan urutan pembawa cetakan, *baking plate*, aluminium foil, cetakan 4 lubang, aluminium foil, *baking plate*. Sampel 1 gram masing-masing ditempatkan pada 4 lubang yang ada pada cetakan. Sampel dan cetakan ditutup dengan *aluminium foil* dan *baking plate*. Dilakukan pemanasan awal (*pre-heat*) sampel pada *pressure* kontak selama 30 menit (perhatian: *timer* tidak dijalankan). Sampel dipress panas dengan suhu 230 °C selama 1 menit 20 detik (80 detik). Sampel dipress dingin selama 1

menit 20 detik (80 detik). Sampel kemudian dipotong-potong dan diaduk supaya homogen. Dilakukan kembali langkah 1, 2, dan 4 terhadap sampel yang telah dipotong-potong. Dilakukan pendinginan dengan cara mencelupkan cetakan yang berisi sampel ke air yang ditambahkan es batu.

Taraf Faktor 5 (P₅)

Ekstrusi film memiliki prinsip yang sama dengan ekstrusi pellet. Namun, pada ekstrusi film, *die* (lubang kecil tempat keluarnya polimer) yang digunakan berbentuk pipih. Lelehan polimer yang keluar dari *die* ditarik oleh *rollers* dan polimer didinginkan dengan mengalirkan udara pada film di *rollers* tersebut. Udara yang diberikan akan mempengaruhi kristalisasi polimer pada film, sedangkan kecepatan *rollers* dapat diatur untuk memperoleh ketebalan film yang diinginkan. Ketebalan film dapat juga ditentukan dengan mengatur kecepatan lelehan polimer yang keluar dari *die*. Semakin cepat putaran *roller*, film yang dihasilkan akan semakin tipis, dan sebaliknya semakin lambat lelehan polimer keluar dari *die*, ketebalan film akan semakin besar. Kondisi film *extruder* diatur sebagai berikut:

Temperatur <i>zone 1</i> : 215 °C	Temperatur <i>Adaptor</i> : 230 °C
Temperatur <i>zone 2</i> : 230 °C	Temperatur <i>Die</i> : 230 °C
Temperatur <i>zone 3</i> : 230 °C	Ketebalan film : 100 μ

Dilakukan *flushing* untuk membersihkan bagian dalam *extruder* dengan menggunakan resin polipropilena sisa. Dilakukan *flushing* kembali dengan menggunakan resin sampel. Putaran *rollers* diatur agar memperoleh ketebalan sesuai dengan yang diinginkan. Resin dimasukkan melalui *hopper*. Film yang dihasilkan digulung sesuai keperluan.

Pengolahan Data

Rancangan percobaan yang digunakan pada penelitian ini adalah rancangan acak sempurna dengan model tetap, karena penelitian ini termasuk ke dalam eksperimen faktor tunggal dan memiliki beberapa taraf. Rancangan acak sempurna adalah rancangan dimana perlakuan dikenakan sepenuhnya secara acak kepada unit-unit eksperimen, atau sebaliknya (Sudjana, 1982). Kebenaran hipotesis diuji melalui uji ANAVA. Jika harga F_{hitung} lebih

besar dari F_{tabel} selanjutnya akan dilakukan uji rata-rata sesudah ANAVA, dengan metode uji rentang Newman-Keuls.

Penentuan Presisi dan Akurasi (ASTM E2586 – 16)

Penentuan presisi dan akurasi dihitung berdasarkan nilai *Z score* dan koefisien variansi (KV). Kedua metode tersebut mengacu pada metode *ASTM methods testing for the mechanical properties testing of polypropylene characterization testing*. Taraf faktor yang memiliki *Z score* paling mendekati 0 adalah teknik preparasi sampel yang menghasilkan hasil analisis paling akurat.

$$Z \text{ Score} = \frac{(\text{Nilai rata – rata satu taraf faktor}) - (\text{Nilai rata – rata total})}{\text{Nilai standar deviasi total}}$$

Koefisien variansi (KV) adalah suatu nilai yang menunjukkan rasio kesalahan standar (penyimpangan) suatu variabel dari nilai variabel yang sebenarnya. Nilai koefisien variansi digunakan untuk menentukan tingkat presisi (kedekatan satu data dengan data yang lain/ketelitian) pada satu taraf faktor. Taraf faktor yang memiliki nilai koefisien variansi paling kecil adalah teknik preparasi sampel yang menghasilkan hasil analisis paling presisi pada penentuan kadar etilena di dalam kopolimer blok polipropilena.

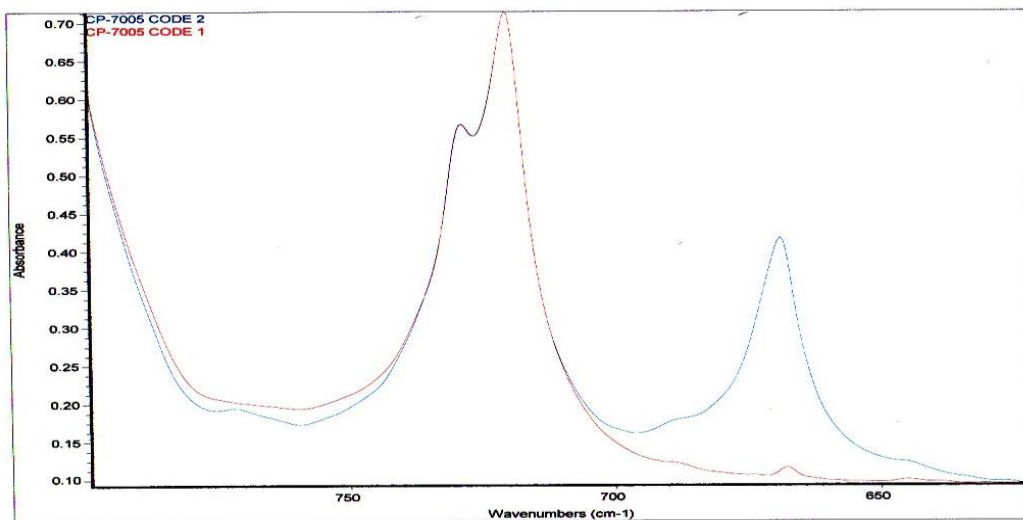
$$KV = \frac{\text{Standar deviasi} \times 100}{\text{Nilai rata – rata}}$$

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Pengukuran dengan FTIR

FTIR adalah instrumen analisis yang dapat digunakan baik secara kualitatif maupun kuantitatif. Penggunaan secara kuantitatif misalnya dalam penentuan kadar Et, Ec, dan Fc di dalam kopolimer blok polipropilena. Dalam penentuan kuantitatif, fungsi FTIR dibantu oleh sebuah program yang dinamakan “*Grimsby-Short*”. Program *grimsby-short* ini membantu menerjemahkan makna dari puncak-puncak (*peak-peak*) yang ditampilkan oleh FTIR melalui kalkulasi/perhitungan dari program tersebut menjadi nilai dalam % berat. Ciri khas dari polipropilena jenis kopolimer blok adalah jika dianalisis menggunakan FTIR,

akan memunculkan *peak* pada area bilangan gelombang 720–735 cm^{-1} . Contoh *peak* kopolimer blok polipropilena ditampilkan pada Gambar 2.



Gambar 2. *Peak* yang dihasilkan dari analisis kopolimer blok polipropilena

Dilihat dari bentuk fisiknya, spesimen uji yang didapat dari hasil pendinginan dengan media air (taraf faktor ke-3, ke-4, dan ke-5) lebih jernih daripada yang didapat melalui pendinginan dengan mesin (taraf faktor ke-1 dan ke-2). Kejernihan spesimen uji ini menunjukkan tingkat keteraturan dalam kristalisasi polimer. Spesimen uji yang jernih berarti susunan kristalnya kurang rapat sehingga akan memudahkan dalam pengukuran dengan FTIR karena jumlah sinar infra merah yang melewati spesimen uji akan lebih banyak daripada spesimen uji yang susunan kristalnya rapat. Kristalisasi merupakan proses fisik yang penting dalam ilmu polimer. Untuk bahan polimer semikristalin seperti polipropilena, kristalisasi terbukti menjadi faktor kunci untuk sifat mekanik akhir (Song *et al.*, 2009).



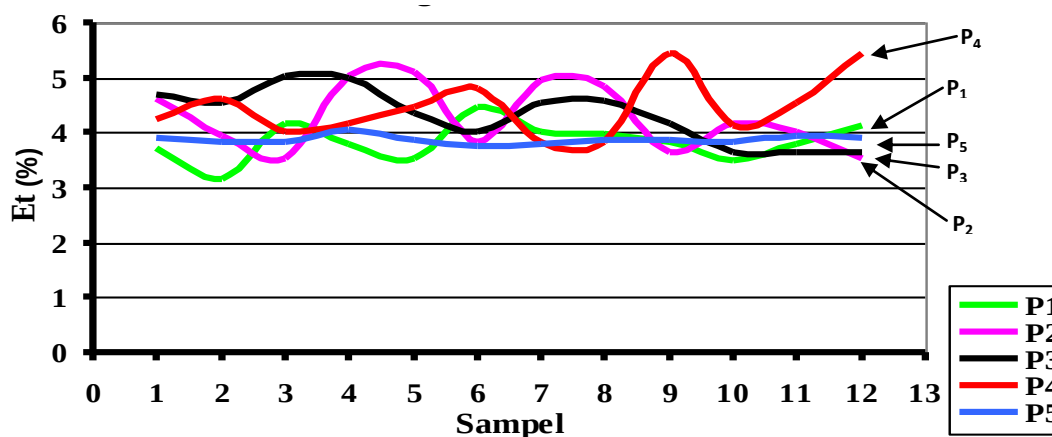
Gambar 3. Spesimen uji kopolimer blok polipropilena

Olefin block copolymer (OBC) telah banyak mendapat perhatian karena polimer ini memiliki beberapa sifat yang sangat diinginkan. Peneliti polimer mewujudkan satu pendekatan untuk memperluas penggunaan poliolefin, dengan mengendalikan mikrostrukturnya, yaitu orientasi dan distribusi komonomer di sepanjang polimer *backbone* (Descour, 2013). Campuran kopolimer berbasis propilena dapat memiliki kinerja mekanik yang lebih baik dari campuran kopolimer yang berbasis etilena (Lin *et al.*, 2011). Salah satu fitur yang paling menarik dari kopolimer blok polipropilena adalah kemampuan untuk merakit diri menjadi struktur nano dengan berbagai morfologi seperti bola, silinder, struktur *bicontinuous*, lamella, dan lain-lain. Studi terperinci baik dari eksperimen maupun pemodelan teoritis telah mengungkapkan bahwa sifat morfologi ditentukan oleh faktor-faktor termasuk parameter interaksi (χ), derajat polimerisasi (N), dan fraksi volume (f), serta arsitektur molekuler. Karena fitur unik ini kopolimer blok polipropilena telah menarik perhatian besar-besaran sebagai elastomer termoplastik, sistem penghantaran obat, litografi, bahan mesopori, dan di banyak area lainnya (Feng *et al.*, 2017).

Kadar Total Etilena pada Kopolimer Blok Polipropilena (Et)

Kadar total etilena yang dihasilkan pada taraf faktor yang ke-5 adalah yang paling stabil di antara taraf faktor yang lain. Data Et dengan nilai paling rendah diperoleh pada data ke-2 taraf faktor ke-1, dan data dengan nilai yang tertinggi diperoleh dari data ke-12

pada taraf faktor ke-4. Gambar 4 dan Tabel 1 menunjukkan perbandingan Et dari kelima taraf faktor.



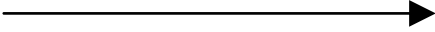
Gambar 4. Grafik perbandingan Et dari 5 taraf faktor

Tabel 1. Perbandingan data Et dari 5 taraf faktor

Nilai	Kadar total etilena (%)				
	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄	P ₅
Minimum	3,15	3,53	3,63	3,83	3,74
Maksimum	4,45	5,09	5,04	5,45	4,06
Jumlah	45,91	51,21	51,86	53,54	46,37
Banyak pengamatan	12	12	12	12	12
Rata-rata	3,83	4,27	4,32	4,46	3,86
Rata-rata total	4,15				
Std Deviasi	0,35	0,61	0,50	0,55	0,08
Std deviasi total	0,51				
KV	9,15	14,23	11,65	12,26	2,08
Z Score	-0,63	0,23	0,34	0,61	-0,55

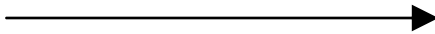
Berdasarkan Tabel 1 di atas dapat dilihat bahwa taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Et pada kopolimer blok polipropilena paling presisi adalah taraf faktor ke-5, karena nilai koefisien variansinya paling kecil di antara taraf faktor yang lain, yaitu 2,08. Urutan tingkat presisi kelima taraf faktor dari yang kurang presisi ke yang paling presisi untuk penentuan Et adalah:

Taraf faktor	P ₂	P ₄	P ₃	P ₁	P ₅
KV	14,23	12,26	11,65	9,15	2,08


Semakin Presisi

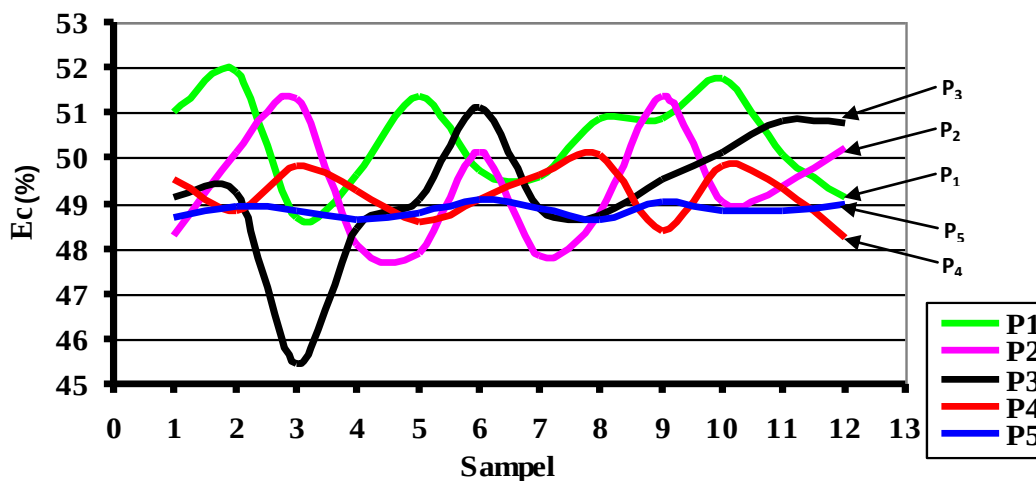
Taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Et pada kopolimer blok polipropilena paling akurasi adalah taraf faktor ke-2, karena nilai Z scorenya paling mendekati 0 di antara taraf faktor yang lain, yaitu 0,23. Urutan tingkat akurasi kelima taraf faktor dari yang kurang akurat ke yang paling akurat untuk penentuan Et adalah:

Taraf faktor	P ₁	P ₄	P ₅	P ₃	P ₂
Z score	-0,63	0,61	-0,55	0,34	0,23


Semakin Akurat

Kadar Etilena pada EPR (Ec)

Hampir serupa dengan grafik dari perbandingan Et, dari grafik terlihat juga bahwa data Ec yang dihasilkan pada taraf faktor yang ke-5 adalah yang paling stabil di antara taraf faktor yang lain. Nilai paling rendah diperoleh pada data ke-3 taraf faktor ke-3, dan data dengan nilai yang tertinggi diperoleh dari data ke-2 pada taraf faktor ke-1. Gambar 5 dan Tabel 2 menunjukkan perbandingan Ec dari kelima taraf faktor.



Gambar 5. Grafik perbandingan Ec dari 5 taraf faktor

Tabel 2. Perbandingan data Ec dari 5 taraf faktor

Nilai	Kadar etilena pada EPR (%)				
	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄	P ₅
Minimum	48,69	47,82	45,45	48,25	48,62
Maksimum	51,93	51,34	51,12	50,08	49,07
Jumlah	604,54	592,37	591,24	590,64	586,09
Banyak pengamatan	12	12	12	12	12
Rata-rata	50,38	49,36	49,27	49,22	48,84
Rata-rata total	49,41				
Std Deviasi	1,06	1,26	1,49	0,60	0,14
Std deviasi total	1,12				
KV	2,11	2,55	3,03	1,21	0,29
Z Score	0,86	-0,04	-0,13	-0,17	-0,51

Berdasarkan Tabel 2 di atas dapat dilihat bahwa taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Ec pada kopolimer blok polipropilena paling presisi adalah taraf faktor ke-5, karena nilai koefisien variansinya paling kecil di antara taraf faktor yang lain, yaitu 0,29. Urutan tingkat presisi kelima taraf faktor dari yang kurang presisi ke yang paling presisi untuk penentuan Ec adalah:

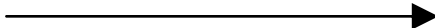
Taraf faktor	P ₃	P ₂	P ₁	P ₄	P ₅
KV	3,03	2,55	2,11	1,21	0,29



Semakin Presisi

Taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Ec pada kopolimer blok polipropilena paling akurasi adalah taraf faktor ke-2, karena nilai Z scorenya paling mendekati 0 di antara taraf faktor yang lain, yaitu -0,04. Maka urutan tingkat akurasi kelima taraf faktor dari yang kurang akurat ke yang paling akurat untuk penentuan Ec adalah:

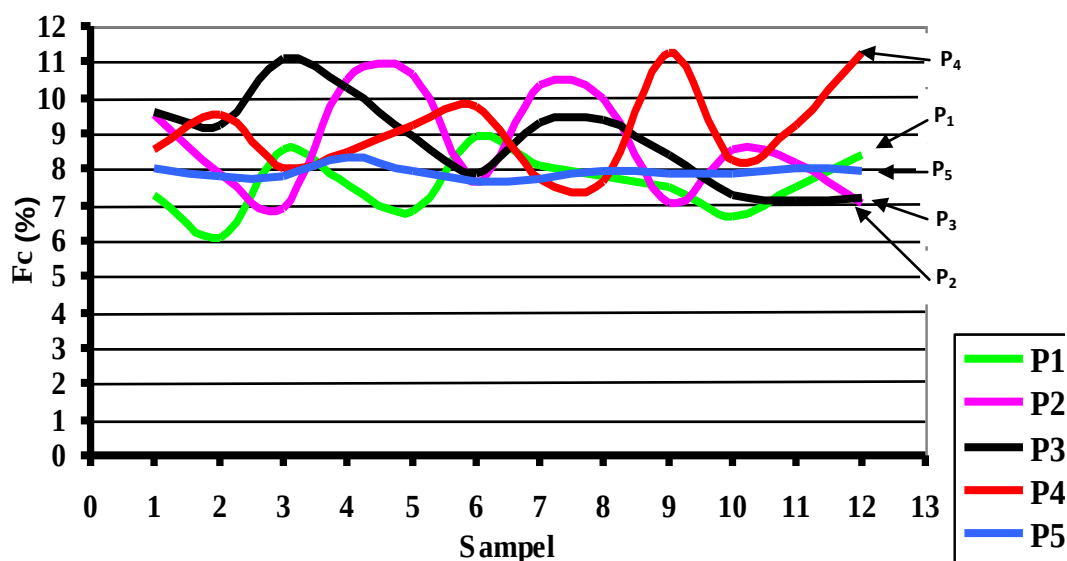
Taraf faktor	P ₁	P ₅	P ₄	P ₃	P ₂
Z score	0,86	-0,51	-0,17	-0,13	-0,04



Semakin Akurat

Kadar Ethylene-Propylene Rubber (EPR) Kopolimer Blok Polipropilena (Fc)

Ketangguhan benturan polipropilena dapat diperbaiki dengan penambahan elastomer seperti EPR. Peningkatan ketangguhan ini dicapai dengan mengorbankan kekakuan dan karakteristik kekuatan, karena penggabungan elastomer menjadi polipropilena menyebabkan pengurangan modulus dan tegangan hasil (Hernandez *et al.*, 2008). Hampir serupa dengan grafik dari perbandingan Et dan Ec, dari grafik terlihat juga bahwa data Fc yang dihasilkan pada taraf faktor yang ke-5 adalah yang paling stabil di antara taraf faktor yang lain. Nilai Fc paling rendah diperoleh pada data ke-2 taraf faktor ke-1, dan nilai yang tertinggi diperoleh dari data ke-12 pada taraf faktor ke-4. Gambar 6 dan Tabel 3 menunjukkan perbandingan Fc dari kelima taraf faktor.



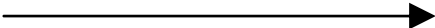
Gambar 6. Grafik perbandingan Fc dari 5 taraf faktor

Tabel 3. Perbandingan data Fc dari 5 taraf faktor

Nilai	Teknik Preparasi Sampel				
	P ₁	P ₂	P ₃	P ₄	P ₅
	Fc (%)	Fc (%)	Fc (%)	Fc (%)	Fc (%)
Minimum	6,06	6,88	7,14	7,66	7,62
Maksimum	8,96	10,63	11,09	11,25	8,34
Jumlah	91,28	104,13	105,68	108,92	94,93

Banyak pengamatan	12	12	12	12	12
Rata-rata	7,61	8,68	8,81	9,08	7,91
Rata-rata total	8,42				
Std deviasi	0,83	1,44	1,27	1,22	0,18
Std deviasi total	1,19				
KV	10,90	16,61	14,37	13,41	2,26
Z Score	-0,68	0,22	0,33	0,56	-0,42

Berdasarkan Tabel 3 di atas dapat dilihat bahwa taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Fc pada kopolimer blok polipropilena paling presisi adalah taraf faktor ke-5, karena nilai koefisien variansinya paling kecil di antara taraf faktor yang lain, yaitu 2,26. Urutan tingkat presisi kelima taraf faktor dari yang kurang presisi ke yang paling presisi untuk penentuan Fc adalah:

Taraf faktor	P₂	P₃	P₄	P₁	P₅
KV	16,61	14,37	13,41	10,90	2,26
					
Semakin Presisi					

Taraf faktor (teknik preparasi sampel) yang memberikan data hasil analisis Fc pada kopolimer blok polipropilena paling akurasi adalah taraf faktor ke-2, karena nilai Z scorenya paling mendekati 0 di antara taraf faktor yang lain, yaitu 0,22. Maka urutan tingkat akurasi kelima taraf faktor dari yang kurang akurat ke yang paling akurat untuk penentuan Fc adalah:

Taraf faktor	P₁	P₄	P₅	P₃	P₂
Z score	-0,68	0,56	-0,42	0,33	0,22
					
Semakin Akurat					

Berdasarkan pembahasan tentang taraf faktor mana yang yang memberikan hasil penentuan kadar etilena paling akurat dan presisi ternyata tidak bisa didapatkan dalam satu paket teknik preparasi. Jika lebih mengutamakan presisi dari hasil-hasil penentuan maka sebaiknya digunakan teknik preparasi taraf faktor ke-5, sedangkan jika lebih

mengutamakan akurasi hasil-hasil penentuan maka sebaiknya digunakan teknik preparasi taraf faktor ke-2.

Analisis Variansi Untuk Rancangan Acak Sempurna

Hasil uji ANAVA menunjukkan bahwa semua nilai F hitung lebih besar dari F tabel, yang artinya bahwa kelima teknik preparasi sampel berbeda nyata baik dari pengukuran Et, Ec, maupun Fc-nya. Tabel 4, 5, dan 6 menunjukkan hasil uji ANAVA untuk Et, Ec, dan Fc. Tahap selanjutnya adalah melakukan uji rata-rata sesudah ANAVA dengan menggunakan uji Newman-Keuls.

Tabel 4. ANAVA untuk data Et

Sumber variasi	Derajat kebebasan (dk)	Jumlah kuadrat-kuadrat (JK)	Rata-rata jumlah kuadrat-kuadrat (RJK)	F		
				Hitung	Tabel	
					0,05	0,01
Rata-rata	1	1.032,44	1.032,44	4,67	2,54	3,68
Antar perlakuan	4	3,92	0,98			
Kekeliruan eksperimen	55	11,55	0,21			
Jumlah	60	1.047,91				

Tabel 5. ANAVA untuk data Ec

Sumber variasi	Derajat kebebasan (dk)	Jumlah kuadrat-kuadrat (JK)	Rata-rata jumlah kuadrat-kuadrat (RJK)	F		
				Hitung	Tabel	
					0,05	0,01
Rata-rata	1	146.508,56	146.508,56	3,70	2,54	3,68
Antar perlakuan	4	15,83	3,96			
Kekeliruan eksperimen	55	58,61	1,07			
Jumlah	60	146.583				

Tabel 6. ANAVA untuk data Fc

Sumber variasi	Derajat kebebasan (dk)	Jumlah kuadrat-kuadrat (JK)	Rata-rata jumlah kuadrat-kuadrat (RJK)	F		
				Hitung	Tabel	
					0,05	0,01
Rata-rata	1	4249,41	4249,41	3,98	2,54	3,68

Antar perlakuan	4	18,81	4,70
Kekeliruan eksperimen	55	64,68	1,18
Jumlah	60	4332,9	

Uji Lanjutan Newman-Keuls

Uji lanjutan Newman-Keuls untuk Et menunjukkan bahwa teknik preparasi sampel yang paling berbeda nyata adalah taraf faktor ke-1 dan ke-4, untuk Ec ke-1 dan ke-5, serta untuk Fc adalah ke-1 dan ke-4, serta ke-1 dan ke-3. Berarti teknik preparasi sampel/taraf faktor yang paling berbeda nyata adalah teknik preparasi sampel taraf faktor ke-1. Artinya, jika teknik preparasi sampel taraf faktor pertama digunakan pada penentuan kadar etilena di dalam kopolimer blok polipropilena, akan menghasilkan hasil analisis yang berbeda nyata dari teknik preparasi sampel yang lainnya. Tetapi paling berbeda nyata disini bukan berarti teknik preparasi ini adalah yang optimal, karena berdasarkan penghitungan *Z score* dan koefisien variansi (KV), teknik preparasi sampel taraf faktor ke-5 adalah yang menghasilkan hasil analisis optimal. Jika ditinjau dari segi waktu memang taraf faktor ke-1 merupakan teknik preparasi sampel yang paling singkat dan paling sederhana untuk dilakukan, tetapi pada penelitian ini tidak menghiraukan faktor waktu/kecepatan pengerjaan, melainkan benar-benar mencari keoptimalan hasil analisis dari 5 taraf faktor.

4. KESIMPULAN

Teknik preparasi sampel yang memberikan hasil paling presisi adalah taraf faktor ke-5 (resin polipropilena dijadikan film terlebih dahulu, baru kemudian dilakukan proses pemanasan dan pendinginan). Teknik preparasi sampel ke-5 memiliki nilai koefisien variansi (KV) 2,08 untuk Et; 0,29 untuk Ec; dan 2,26 untuk Fc. Teknik preparasi sampel yang memberikan hasil paling akurat adalah taraf faktor ke-2 (resin polipropilena dipress panas dan dingin dengan mesin, kemudian dihomogenkan kembali, dan dipress panas dan dingin kembali dengan mesin). Teknik preparasi sampel ke-2 memiliki *Z Score* 0,23 untuk Et; -0,04 untuk Ec; dan 0,22 untuk Fc. Teknik preparasi sampel yang optimal, dengan mempertimbangkan tingkat presisi dan tingkat akurasi adalah taraf faktor ke-5, yang

memiliki tingkat presisi tertinggi, dan tingkat akurasi ke-3 (untuk Et), ke-4 (untuk Ec), dan ke-3 (untuk Fc).

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim. 1998. Material Safety Data Sheet PT. Tri Polyta Indonesia: Propilena.
- Anonim. 1998. Material Safety Data Sheet PT. Tri Polyta Indonesia: Etilena.
- ASTM D3900-05a. Rubber-Determination of Ethylene Units in Ethylene-Propylene Copolymers (EPM) and in Ethylene-Propylene-Diene Terpolymers (EPDM) by Infrared Spectrometry.
- ASTM E2586 – 16. Standard Practice for Calculating and Using Basic Statistics.
- Butler TI, & Veazey EW. 1992. Film Extrusion Manual. Atlanta: Tappi Press.
- Descour CD. 2013. Olefin block copolymers: synthesis and dissection. [Tesis]. Eindhoven: Technische Universiteit Eindhoven. DOI: 10.6100/IR759135.
- Feng H, Lu X, Wang W, Kang NG, & Mays JW. 2017. Block Copolymers: Synthesis, Self-Assembly, and Applications. *Polymers* 2017 (9) 1– 31. DOI: 10.3390/polym9100494.
- Hernández M, Ichazo MN, González J, Albano C, & Santana, O. 2008. Impact Behavior Of Polypropylene/Styrene-Butadiene-Styrene Block Copolymer Blends. *Acta Microscopica* (17) 66 – 71.
- Hernandez RJ, Selke, Susan EM, & Cutler JD. 2000. *Plastics Packaging: Properties, Processing, Applications, and Regulations*. Munich: Hanser Publishers.
- Lin Y, Marchand GR, Hiltner A, & Baer E. 2011. Adhesion of olefin block copolymers to polypropylene and high density polyethylene and their effectiveness as compatibilizers in blends. Elsevier. *Polymer* (52) 1635 - 1644. DOI: 10.1016/j.polymer.2011.02.012.
- Smart T, Lomas H, Massignani M, Merino MVE, Perez LR, & Battaglia G. 2008. Block copolymer nanostructures. *Nanotoday* (3) 38 – 46.1.

- Song S, Feng, J, Wu P, & Yang Y. 2009. Shear-Enhanced Crystallization in Impact-Resistant Polypropylene Copolymer: Influence of Compositional Heterogeneity and Phase Structure. *Macromolecules* 2009, 42, 7067 - 7078. DOI: 10.1021/ma9004764.
- Sudjana. 1982. Desain dan Analisis Eksperimen. Bandung: Tarsito.

**ANALISIS KUALITAS AIR SODA ALAMI ASAL TARUTUNG
SEBAGAI BAHAN BAKU MINUMAN BERKARBONASI**
(Analysis of Nature Sodium Water as a Material of Carbonation Drink)

***Rudyanto Sinaga, Astuty Sinambela, Eko Ahmad Samosir, Willy Sitanggang, Boima Situmeang**

Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Medan
Email/telp: rudyantosinaga@gmail.com/085262897312

ABSTRAK

Pemandian Air Soda di Desa Parbubu merupakan sumber daya alam alami. Air soda alami hanya ada dua di dunia yaitu di Venezuela dan di Indonesia. Tujuan dari penelitian ini adalah melakukan analisis terhadap air soda alami sebagai bahan baku alternatif minuman berkarbonasi. Metode penelitian yang digunakan adalah metode analisis kimia kualitatif dan kuantitatif skala laboratorium. Berdasarkan hasil analisis kimia kualitatif dan kuantitatif dari air soda alami, parameter yang memenuhi standar minuman berkarbonasi adalah Total Dissolve Solution (TDS), Alkalinitas, Sulfat, Besi, kecuali Al dan Cl tidak terdapat pada air soda alami. Air soda alami desa Parbubu dapat digunakan sebagai alternatif minuman berkarbonasi dengan mempertimbangkan kelengkapan parameter standar minuman berkarbonasi dan kadar silika yang cukup tinggi.

Kata kunci: air soda alami, minuman berkarbonasi, soda

ABSTRACT

The Soda Water Baths in Parbubu Villages are water natural resources. Natural soda water is only two in the world that is in Venezuela and in Indonesia. The purpose of this research is to analyze the natural soda water as an alternative raw material of carbonated beverage. The research method used is qualitative and quantitative laboratory scale analysis method. Based on the results of qualitative and quantitative chemical analyzes of natural soda water, parameters that meet carbonated beverage standards are Total Dissolve Solution (TDS), Alkalinitas, Sulfate, Iron, except Al and Cl are absent in natural soda water. Natural soda water in Parbubu village can be used as an alternative carbonated beverage by considering the completion of standard parameters of carbonated beverages and high levels of silica.

Key words: natural soda water, sodium, carbonation drink.

1. PENDAHULUAN

Tarutung merupakan salah satu kecamatan di daerah Kabupaten Tapanuli Utara dengan luas wilayah 107,68 km². Secara geografis Kecamatan Tarutung terletak pada

ketinggian 300-500 m di atas permukaan laut dengan jumlah penduduk sekitar 45.438 jiwa. Tarutung yang terletak di daerah dataran tinggi tersebut dikenal sebagai daerah yang memiliki banyak tempat wisata alami yang tersebar di beberapa daerah, seperti halnya Pemandian Air Panas di Sipoholon dan Pemandian Air Soda di Parbubu. Pemandian Air Soda di Desa Parbubu tersebut merupakan sumber daya alam alami. Menurut Fernando Sinaga, bahwa di dunia hanya ada 2 sumber daya alam Air Soda, yaitu di Venezuela dan di Indonesia. Pada awalnya masyarakat sekitar Desa Parbubu tersebut menyebut air soda sebagai “Aek Rara”. Hal ini diyakini masyarakat karena pada awalnya warna airnya adalah merah. Pada zaman penjajahan Jepang, banyak Tentara Jepang yang mandi di lokasi tersebut yang kemudian menjadi sakit dan bahkan meninggal dunia. Akibatnya, Tentara Jepang marah dan mengebom batu yang ada di tengah lokasi tersebut karena diyakini didiami oleh seekor Naga. Ketika batu tersebut dibom oleh Tentara Jepang, dari dalam batu tersebut keluar air yang berwarna merah yang diyakini sebagai darah dari sang Naga. Air berwarna merah itu kemudian memenuhi kolam tersebut, lalu oleh masyarakat setempat disebut sebagai “Aek Rara”. Namun seiring dengan perkembangan waktu, warna air tersebut berubah menjadi bening dan sebutan “Aek Rara” juga semakin dilupakan masyarakat. Saat ini kolam tersebut lebih dikenal dengan sebutan “Air Soda” sebagai akibat air di kolam tersebut selalu mengeluarkan soda secara alami yang ditandai dengan timbulnya gelembung-gelembung gas pada permukaan Air Soda tersebut secara terus-menerus. Pada kolam Air Soda tersebut terdapat sumber mata air yang selalu mengeluarkan air soda alami secara terus-menerus. (www.artikelbebaskanku.co.cc)

Pada saat ini kolam air soda tersebut sudah mulai dikenal oleh masyarakat di luar kota Tarutung, dan bahkan telah dikenal sampai ke mancanegara. Dikalangan masyarakat setempat selain dikenal sebagai kolam pemandian biasa seperti layaknya kolam pemandian lainnya, air soda juga dikenal mampu dan ampuh menyembuhkan berbagai penyakit kulit. Berdasarkan pengalaman masyarakat jika mandi di kolam air soda, tubuh terasa ringan dan segar, dan pada bagian tubuh akan menempel gelembung gas. Air kolam Soda tersebut memiliki rasa asam dan pedih jika kena mata. Dari hasil pengamatan, jika air kolam soda tersebut dimasukkan dalam botol lalu diguncang akan menghasilkan gelembung gas.

Soda adalah salah satu bahan baku pada pembuatan minuman berkarbonasi. Minuman berkarbonasi adalah minuman segar yang sangat digemari masyarakat terutama golongan kaula muda. Air soda yang dikenal sangat unik ini dapat dikatakan masih sangat alami dan murni karena belum pernah dimanfaatkan lebih lanjut oleh masyarakat dan peneliti menduga bahwa air soda tersebut belum pernah disentuh oleh para peneliti secara laboratorium. Oleh karena itu perlu dilakukan penelitian yang berjudul "Analisis Kualitas Sumber Daya Air Soda di Desa Parbubu I Kabupaten Tapanuli Utara Sebagai Bahan Baku Alternatif Minuman Berkarbonasi".

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Labu ukur, Erlenmeyer, Gelas ukur, Tabung reaksi, Indicator universal, Cawan porselin, Batang pengaduk, Neraca analitis, Botol tempat sampel air soda alami, Botol tempat larutan, Spektronik-20, Spektro-UV vis, Kuvet dan raknya, Tissue, Sabun pembersih, Pipet tetes, Aluminium foil, *Beaker glass*, Corong gelas, TDS meter, Lovibond (tintometer).

Bahan kimia yang digunakan antara lain: H_2SO_4 , HCl , HNO_3 , NaOH , Larutan Fe (II) 100 ppm, Larutan 1,10 phenantrolin (O-fenantrolin), Larutan hidroksilamin hidroklorida, Kalium ferrosianida, Amonium molibdat, $\text{Ba}(\text{OH})_2$, H_2O_2 , CH_3COOH , dan AgNO_3 .

Pengambilan sampel air soda alami dilakukan sebanyak 2 kali, yaitu pada tanggal 1 April dan tanggal 18 Mei 2011. Sampel yang diambil kemudian dimasukkan ke dalam botol polietilen yang diisi penuh sampai tidak terdapat gelembung udara agar soda yang terdapat dalam sampel tidak hilang atau bereaksi dengan oksigen.

B. Prosedur Penelitian

Pembuatan Larutan

1. Larutan HCl 2 M

Memipet sebanyak 8,3 mL larutan HCl pekat (12 M) kedalam labu takar 50 mL. Kemudian menambahkan akuades kedalam labu takar hingga tanda batas. Labu digoncang-goncangkan agar larutan homogen.

2. Larutan H_2SO_4 5 M

Memipet H_2SO_4 18 M sebanyak 28 mL kedalam labu takar yang telah diisi akuades sebanyak 72 mL secara perlahan dari dinding labu. Diperoleh H_2SO_4 dengan konsentrasi 5 M.

3. Larutan Fe (II) 100 ppm

Memasukkan 0,70 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ (FAS) ke dalam labu ukur 1 liter. Menambahkan 2 mL Asam Sulfat 5 M. Menambahkan akuades kedalam labu hingga tanda batas.

4. Larutan 1,10 phenantrolin (O-fenantrolin) 0,1 N

Menimbang 250 mg O-fenantrolin kemudian memasukkannya kedalam labu ukur 250 mL. Menambahkan akuades hingga tanda batas. Mengocok labu hingga larutan homogen. Diperoleh larutan 1,10 phenantrolin (O-fenantrolin) 0,1 N

5. Hidroksilamin hidroklorida 10%

Memipet 10 mL larutan hidroksilamin hidroklorida pekat. Memasukkan kedalam labu ukur 100 mL. Menambahkan akuades hingga tanda batas.

Uji Kualitatif Terhadap Sampel

a. Pengukuran pH

- Membuka tutup botol tempat sampel air soda.
- Mengukur pH dengan menggunakan indikator universal.

b. Uji Kualitatif Terhadap Karbonat (CO_3)

- Mengambil sampel sebanyak 50 mL dan memasukkannya ke dalam gelas kimia.
- Meneteskan kurang lebih 5 mL $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ke dalam sampel.

c. Uji Kualitatif terhadap Besi (Fe)

- Memasukkan sampel sebanyak 50 mL ke dalam gelas kimia.

- Menetesi sampel dengan kalium ferrosianida Fe^{3+} (hingga menghasilkan endapan biru).
- d. Uji kualitatif terhadap Timbal (Pb)
Dengan HCl 6 M
 - Memasukkan sampel sebanyak 10 mL kedalam tabung reaksi
 - Menetesi sampel dengan HCl 6 M sebanyak 1 mLDengan $\text{Ag}(\text{NO}_3)_2$
 - Memasukkan sampel sebanyak 10 mL kedalam tabung reaksi
 - Menetesi sampel dengan HCl 6 M sebanyak 1 mL
- e. Uji kualitatif terhadap mangan (Mn)
 - Memasukkan sampel sebanyak 10 mL ke dalam tabung reaksi.
 - Menetaskan ± 5 mL hidrogen peroksida ke dalam sampel (sampai terbentuk endapan coklat).
- f. Uji kualitatif terhadap aluminium
 - Memasukkan sampel sebanyak 10 mL ke dalam tabung reaksi.
 - Menetaskan NaOH sebanyak 3 mL ke dalam tabung reaksi
 - Menetaskan 1 mL NH_3 ke dalam sampel
 - Menetaskan kurang lebih 1 mL asam asetat ke dalam tabung reaksi
- g. Uji kualitatif terhadap sulfat
 - Sebanyak 2 mL sampel air soda dimasukkan kedalam tabung reaksi
 - Kemudian ditambah 1 mL larutan $\text{Ba}(\text{OH})_2$ 1 M
- h. Uji kualitatif terhadap klorida
 - Sebanyak 2 mL sampel air soda dimasukkan kedalam tabung reaksi
 - Kemudian ditambahkan 2 mL larutan AgNO_3 0,5 M

Uji Kuantitatif Terhadap Sampel

- a. Uji total padatan terlarut (TDS)

Analisa kandungan TDS dalam sampel air dapat ditentukan dengan cara pengukuran potensiometri dengan memakai elektroda pada alat conductivity meter.

Prosedur:

- Menghidupkan alat conductivity meter dan menyetel pada suhu 25 °C
- Membilas dengan akuades
- Mencelupkan dengan larutan standar
- Memasukkan sampel kedalam gelas kimia 100 mL sebanyak 75 mL
- Mencelupkan Alat conductivity meter kedalam sampel

b. Pengukuran Alkalinitas

- Memasukkan sampel kedalam *beaker glass* sebanyak 1 L
- Meneteskan larutan Ca(OH)_2 0,5 M sampai terbentuk endapan putih dan terus meneteskan sampai tidak terbentuk lagi endapan putih
- Menimbang kertas saring kosong yang akan digunakan untuk menyaring endapan
- Menyaring endapan dengan kertas saring yang telah diketahui beratnya
- Mengeringkan endapan dengan kertas saring selama 2 jam
- Menimbang kembali endapan dengan kertas saring.

c. Silika (SiO_2)

- Memasukkan sampel air kedalam *beaker glass* sebanyak 50 mL. Satu untuk larutan standar dan satu lagi untuk sampel
- Menambahkan amonium molibdat sebanyak 2 mL kedalam masing-masing larutan
- Memasukkan 4 mL H_2SO_4 dalam larutan sampel
- Melakukan pengukuran perbandingan warna dengan alat lovibond.

d. Uji kuantitatif sulfat

- 10 mL larutan sampel dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL, kemudian ke dalam larutan ditambahkan HCl hingga pH 1.
- Ke dalam tiap labu ukur ditambah 200 mg $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ padat, kemudian diencerkan dengan akuades hingga tanda batas labu.

- Dikocok selama 1 menit atau sampai BaCl_2 larut dan terbentuk endapan BaSO_4 .
 - Larutan dimasukkan ke dalam kuvet, kemudian dibiarkan selama 5 menit.
 - Mengukur turbidansi larutan dengan panjang gelombang 480 nm.
- e. Uji kuantitatif besi
- Menyiapkan 5 buah labu ukur 50 mL (4 buah untuk larutan standar dan 1 untuk blanko)
 - Memasukkan 0,00 ; 0,25 ; 1,0 ; 1,50 ; 2,50 mL larutan Fe 100 ppm ke dalam masing-masing labu ukur 50 mL. (yang 0,00 mL untuk blanko)
 - Menambahkan ke dalam masing-masing labu 0,5 mL larutan Hidroksilamin hidroklorida 10%, kemudian menambahkan larutan o-fenantrolin 0,1% sebanyak 2 mL, kemudian larutan natrium asetat ditambahkan sebanyak 1 mL lalu larutan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.
 - Perlakuan yang sama untuk 0,00 mL Fe yang digunakan untuk menyet 100% untuk setiap pengukuran.
 - Menentukan panjang gelombang maksimum dengan alat Spektronic-20 antara 450-570 nm, dengan interval 5 nm. (untuk menentukan panjang gelombang maksimum digunakan larutan Fe 1,00 mL).
 - Mengukur absorbansi larutan dengan menggunakan panjang gelombang maksimum yang diperoleh.
- f. Uji kuantitatif terhadap sulfat
- Membuat kurva standart
 - Dari larutan sampel pipet 10 mL pada labu takar 50 ml setelah larutan tersebut diasamkan dengan HCl sehingga pH 1
 - Tambah 200 mg BaCl_2 padat
 - Mengencerkan sampai tanda batas dengan akuades
 - Ukur turbidansi pada 480 nm
 - Tentukan konsentrasinya berdasarkan kurva kalibrasi yang diperoleh

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Tabel 1. Hasil uji kualitatif Air soda

No	Parameter	+/-	Keterangan
1.	pH		pH 6
2.	Karbonat (CO_3^{2-})	+	Endapan putih
3.	Besi (Fe)	+	Endapan biru
4.	Timbal (Pb)	-	Tidak ada endapan
5.	Mangan (Mn)	-	Tidak ada endapan
6.	Aluminium (Al)	-	Tidak ada endapan
7.	Sulfat (SO_4^{2-})	+	Endapan putih
8.	Klorida (Cl^-)	-	Tidak ada endapan

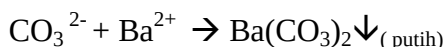
Tabel 2. Hasil Uji Kuantitatif Air Soda

Standar Minuman Berkarbonasi		Kualitas Kimia Air Soda Alami (Ppm)	Alternatif Kimia Sebagai Bahan Minuman Berkarbonasi	Keterangan
Parameter	Karakteristik (Maks) Ppm			
TDS	< 500	321	Masih dibawah ambang batas	Memenuhi
Alkalinitas	< 50	86	Melebihi ambang batas	Perlu dilakukan pengenceran
Klorida (Cl)	< 250	-	Tidak terdapat dalam sampel	Perlu ditambahkan
Sulfat (SO_4)	< 250	43,6	Masih dibawah ambang batas	Memenuhi
Besi (Fe)	< 0,1	10,95	Melebihi ambang batas	Perlu dilakukan pengenceran
Mangan (Mn)	< 0,1	-	Tidak terdapat dalam sampel	Perlu ditambahkan
Aluminium (Al)	< 250	-	Tidak terdapat dalam sampel	Perlu ditambahkan

Reaksi-reaksi dan Pembahasan Terhadap Uji Kualitatif

- a. Uji kualitatif terhadap karbonat (CO_3)

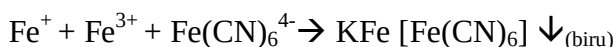
Reaksi :



Pembahasan: dari hasil pengujian diperoleh endapan berwarna putih dalam jumlah yang sedikit, ini menandakan bahwa dalam sampel air soda terdapat karbonat, tapi dalam jumlah yang sedikit.

- b. Uji Kualitatif terhadap Besi (Fe)

Reaksi :



Pembahasan: dari hasil pengujian diperoleh endapan berwarna biru dalam jumlah yang sedikit, ini menandakan bahwa dalam sampel air soda terdapat besi, tapi dalam jumlah yang sedikit.

- c. Uji kualitatif terhadap Timbal (Pb)

1. Dengan HCl 6 M

Reaksi:



2. Dengan $\text{Ag}(\text{NO}_3)_2$

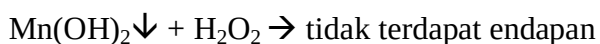
Reaksi:



Pembahasan: dengan penambahan HCl 6 M dan $\text{Ag}(\text{NO}_3)_2$ tidak terdapat endapan, hal ini menandakan bahwa dalam sampel tidak terdapat Pb (timbal).

- d. Uji kualitatif terhadap mangan (Mn)

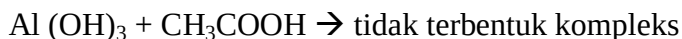
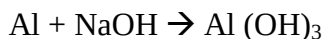
Reaksi :



Pembahasan: dengan penambahan H_2O_2 tidak terdapat endapan, hal ini menandakan bahwa dalam sampel tidak terdapat mangan (Mn).

- e. Uji kualitatif terhadap aluminium

Reaksi:



Pembahasan: pada penambahan natrium hidroksida dan asam asetat, tidak diperoleh larutan berwarna biru (kompleks). Hal ini membuktikan bahwa dalam sampel air Soda tidak terdapat Alumunium.

- f. Uji kualitatif terhadap sulfat

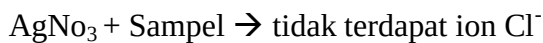
Reaksi:



Pembahasan: terdapat endapan putih yang menandakan adanya sulfat dalam sampel

- g. Uji kualitatif terhadap klorida (Cl)

Reaksi:



Dari hasil uji kualitatif terhadap sampel, komponen yang terdapat adalah besi (Fe), karbonat (CO_3), dan Sulfat (SO_4).

Pembahasan Terhadap Uji Kuantitatif

1. Uji TDS dengan metode potensiometri

Berdasarkan hasil pengukuran total padatan terlarut yang didapat adalah 321, jumlah padatan terlarut dalam sampel sesuai dengan standart minuman berkarbonasi.

2. Pengukuran alkalinitas dengan metode gravimetri

Berat kertas saring awal = 0,52 g

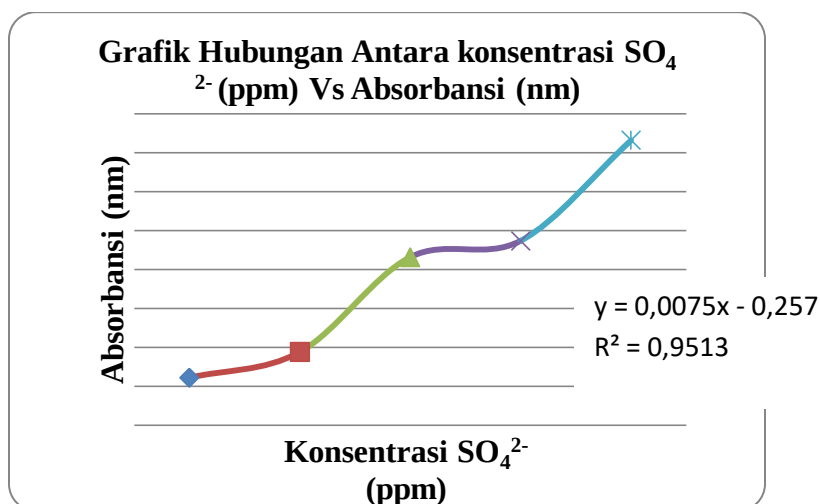
Berat kertas saring + endapan = 0,606 g

Berat endapan CaCO_3 = 0,086 g atau 86 mg

Pembahasan: dari hasil pengukuran diperoleh kadar CaCO_3 sebanyak 86 ppm, hasil ini melewati batas ambang, maka perlu dilakukan pengenceran terhadap sampel.

3. Pengukuran sulfat dengan metode turbidimeter

K₂SO₄ (ppm)	Absorban (A)	Turbidansi (S)
40	0,061	0,061
50	0,094	0,094
60	0,216	0,216
70	0,237	0,237
80	0,366	0,366
Sampel	0,070	0,070



Perhitungan:

Melalui persamaan grafik maka akan dapat dihitung konsentrasi sampel :

$$y = 0,0075 x - 0,257$$

$$R^2 = 0,9513$$

Dimana = y = turbidansi sampel

x = konsentrasi sampel

$$\text{maka, } y = 0,0075 x - 0,257$$

$$0,070 = 0,0075 x - 0,257$$

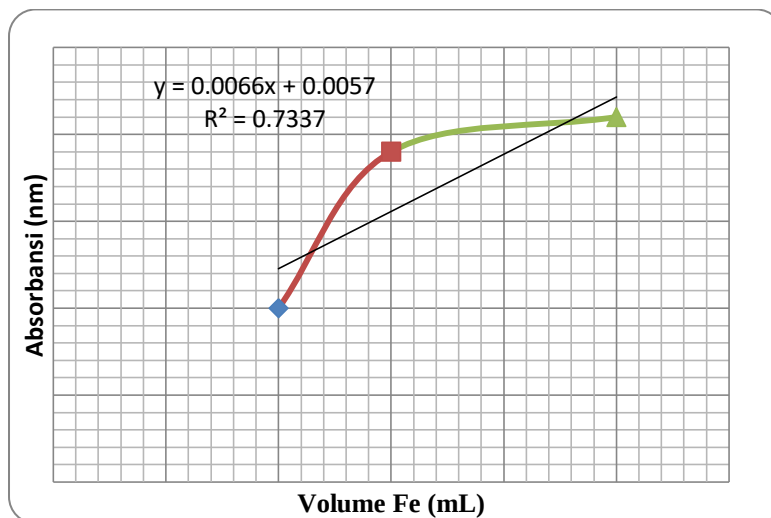
$$0,327 = 0,0075 x$$

$$x = 43,6 \text{ ppm}$$

Dari hasil perhitungan diperoleh kadar sulfat dalam sampel sebesar 43,6 ppm, hal ini sesuai dengan standart.

4. Uji kuantitatif besi (Fe) dengan metode spektrofotometer

Konsentrasi	Absorbansi
1 ml FAS	0,010
1,5 ml FAS	0,009
2,5 ml FAS	0,021
Sampel air soda	0,078



Pembahasan

$$Y = 0,0066x + 0,0057$$

$$R^2 = 0,7337$$

Dari persamaan yang diperoleh dapat ditentukan konsentrasi dengan menggunakan absorbansi yang terukur dari sampel yang menggunakan sampel sebanyak 2,5 mL. Absorbansi yang didapat adalah 0,078.

$$y = 0,0066x + 0,0057$$

$$0,078 = 0,0066x + 0,0057$$

$$0,078 - 0,0057 = 0,0066x$$

$$0,0723 = 0,0066x$$

$$x = 10,95 \text{ ppm}$$

4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian ini disimpulkan bahwa dari hasil analisis kimia kualitatif dan kuantitatif air soda alami, parameter yang memenuhi standar minuman berkarbonasi adalah Total Dissolve Solution (TDS), alkalitas, uji sulfat, dan uji besi. Air soda alami desa Parbubu dapat digunakan sebagai alternatif minuman berkarbonasi dengan mempertimbangkan kelengkapan parameter standar minuman berkarbonasi dan kadar silika yang cukup tinggi.

5. SARAN

Disarankan untuk membuat produk papan katagori E₂ sebaiknya menggunakan campuran arang aktif yang diperoleh pada suhu aktivasi 750°C ke dalam partikel bahan baku sebanyak 10%.

DAFTAR PUSTAKA

- Juniar, Anna. 2009. *Analisis Kimia Kualitatif*. Medan: Universitas Negeri Medan
- Khopkar, S.M. 1990. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: UI-Press
- Svehla, G. 1990. *Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta: PT. Kalman Media Pustaka
- Tim Dosen Kimia Analitik. 2010. *Penuntun Praktikum Kimia Analitik II*. Medan: Universitas Negeri Medan
- <http://www.sejarah> air soda tarutung.com/diakses tanggal 23 september jam 18.23
- <http://www.minuman> berkarbonasi.com/diakses tanggal 23 september jam 18.37
- www.artikelbebaskanku.ac.cc/diakses tanggal 29 september jam 19.25

SINTESIS NANOPARTIKEL MAGNETIK OKSIDA BESI DENGAN
METODE KOPRESIPITASIDAN PENCIRIANNYA
(*Synthesis Iron Oxide Nanoparticles Magnetic by Using
Coprecipitation Method and Its Characterization*)

Agrin Febrian Pradana¹, Sri Sugiarti², Mujamilah³

¹ Sekolah Tinggi Analis Kimia Cilegon-Banten

² Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Institut Pertanian Bogor, Bogor

³ Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, BATAN Serpong, Tangerang Selatan

ABSTRAK

Nanopartikel magnetik oksida besi telah berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi dan dicirikan. Hasil pola XRD menunjukkan keberadaan pola puncak difraksi dari Fe_3O_4 pada parameter *mixer* dan sonikasi. Nilai magnet saturasi diperoleh dari data hasil VSM yang menunjukkan nilai magnet yang cukup besar, yaitu berada di rentang 70-89 emu/gram. Nilai magnet saturasi terbesar diperoleh pada sampel perlakuan *mixer* M5. Ukuran partikel diukur dalam bentuk sampel supernatan dan berada dalam rentang ukuran nanometer untuk setiap sampel perlakuan *mixer* dan sonikasi.

Kata kunci: Oksida besi, nanopartikel magnetik, kopresipitasi, pengadukan, sonikasi

ABSTRACT

The iron oxide magnetic nanoparticles have been successfully synthesized by coprecipitation methods and characterized. The XRD pattern results show the existence of the diffraction peak pattern of Fe_3O_4 on the mixer and sonication parameters. The saturation magnet value is obtained from the VSM result data which shows the magnetic value is large enough, that is in the range of 70-89 emu / gram. The largest magnet saturation value was obtained in M5 mixer treatment sample. The particle size was measured in the supernatant sample form and was in the nanometer size range for each sample of mixer and sonication treatment.

Key words: iron oxide, magnetic nanopartikel, co-precipitation, mixer, sonication

1. PENDAHULUAN

Nanopartikel oksida besi telah menjadi fokus penelitian yang mendalam selama dekade terakhir (Yallapu *et al.*, 2011). Nanopartikel oksida besi memiliki sifat magnet yang dapat dimanfaatkan dalam berbagai aplikasi diantaranya aplikasi biomedis (Yuet *et al.*, 2012), *magnetic resonance imaging* (MRI) (Corr *et al.*, 2008), *targeting drug delivery system* (Misra 2008), sensor (Peng *et al.*, 2011), pengolahan limbah air (Chen *et al.*, 2011), dan

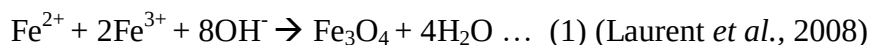
sebagai bahan dasar pembuatan magnet (Ridwan 2003). Kelimpahan oksida besi di alam yang paling banyak berupa mineral *hematite* (α -Fe₂O₃), *maghemite* (γ -Fe₂O₃), *magnetite* (Fe₃O₄), dan *wustite* (FeO) (Waychunaset *al.*, 2005). Beberapa tipe oksida besi lainnya dan sifat respon magnetnya ditampilkan pada Tabel 1.

Tabel. 1 Respons magnet beberapa tipe oksida besi

Mineral	Rumus molekul	Responsmagnet
Goetit	α -FeOOH	antiferromagnetik
<i>AkaganÈite</i>	β -FeOOH	antiferromagnetik
Lepidokrosit	γ -FeOOH	antiferromagnetik
<i>Feroxyhyte</i>	δ' -FeOOH	ferrimagnetik
Ferrihidrit	Fe ₅ HO ₈ ·4H ₂ O	antiferromagnetik
Hematit	α - Fe ₂ O ₃	ferrimagnetik lemah
Maghemit	γ - Fe ₂ O ₃	ferrimagnetik
Magnetit	Fe ₃ O ₄	ferrimagnetik

Sumber: Harris (2002)

Metode sintesis oksida besi salah satunya dengan menggunakan metode kopresipitasi. Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuhnya. Teknik kopresipitasi adalah cara yang paling mudah dan efisien secara kimia untuk membuat oksida besi. Melalui metode ini oksida besi (Fe₃O₄) biasanya disintesis dengan campuran stoikiometri garam besi Fe²⁺ dan Fe³⁺ dalam medium basa. Persamaan reaksi dari pembentukan oksida besi Fe₃O₄ dapat ditulis sebagai persamaan 1 sebagai berikut ini



Keuntungan utama dalam metode kopresipitasi ini adalah sejumlah besar nanopartikel dapat disintesis. Namun, kontrol distribusi ukuran partikel masih terbatas karena hanya faktor kinetik yang dapat mengontrol pertumbuhan kristal. Menurut Tartaj *et al.*,(2006) dalam proses kopresipitasi ada dua tahap yang terlibat, yaitu terjadi nukleasi saat konsentrasi jenuh kritis tercapai dan pertumbuhan secara lambat dari inti oleh difusi zat

terlarut ke permukaan kristal. Untuk menghasilkan nanopartikel oksida besi yang monodispersi maka dua tahap itu harus dipisahkan, yaitu proses nukleasi dihindari saat tahap pertumbuhan kristal berlangsung (Schwarzer dan Peukert 2004).

Oksida besi dilakukan untuk mendapatkan informasi fasa, distribusi ukuran partikel, dan sifat magnetiknya. Fasa ditentukan dengan menganalisis pola difraksi sinar-X sampel dengan menggunakan XRD. Distribusi ukuran partikel ditentukan dengan menggunakan *particle size analyzer* (PSA). Sifat magnetik dianalisis dari kurva histeresis hasil pengukuran dengan *vibrating sample magnetometer* (VSM).

Praktik lapangan ini bertujuan membuat oksida besi yang berukuran nano dengan metode kopresipitasi dan mencirikan sifat-sifatnya meliputi fasa, ukuran partikel, dan sifat magnetiknya. Praktik lapangan ini dilaksanakan di laboratorium biomedis Pusat Studi Teknologi Bahan Maju (PSTBM)-BATAN Gedung 42 Kawasan Puspiptek, Serpong, Tangerang Selatan. Praktik kerja lapangan ini dilaksanakan selama 2 bulan dengan sistem 5 hari kerja dalam satu minggu dan dimulai dari tanggal 1 Juli sampai 31 Agustus 2012. Waktu praktik lapangan dilaksanakan dari hari Senin hingga Jumat pukul 08.00 sampai 16.00 WIB.

2. BAHAN DAN METODE

A. Alat dan Bahan

Proses sintesis menggunakan alat-alat yang meliputi neraca analitik, *mixer*, *ultrasonic probe* “Sonics”, *centrifuge*, indikator universal, dan batang magnet. Pereaksi dan bahan yang digunakan ialah garam Fe; $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dari katalog Merck, pelarut *DI water*, NaOH dari katalog Merck dan AgNO_3 1%.

B. Prosedur Penelitian

Preparasi Sistem Sintesis Nanopartikel Magnetik Oksida Besi

Seluruh sistem peralatan sintesis (*mixer*, ultrasonik, sentifuse), pelarut *DI water*, dan bahan-bahan yang akan digunakan disiapkan.

Preparasi Larutan Garam Fe^{2+} dan Fe^{3+} 1:2 (Modifikasi Wildan *et al.* 2014)

Larutan garam besi $\text{Fe}^{2+} : \text{Fe}^{3+} = 1 : 2$ untuk perlakuan *mixer* dibuat dengan melarutkan 8.6189 gram $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan 23.4499 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ gram dalam 200 mL *DI water*. Larutan tersebut diaduk sampai terbentuk warna merah bata. Dengan cara yang sama, larutan garam besi $\text{Fe}^{2+} : \text{Fe}^{3+} = 1 : 2$ untuk perlakuan sonikasi dibuat dengan melarutkan 8.6012 gram $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ dan 23.3340 $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ gram dalam 200 mL *DI water*.

Preparasi Larutan NaOH

Larutan NaOH untuk perlakuan *mixer* dan sonikasi masing-masing dibuat dengan melarutkan 13.8624 gram dan 13.8349 padatan NaOH dalam 250 mL *DI water*. Larutan diaduk dengan batang pengaduk hingga semua padatan NaOH larut semua.

Pembuatan Nanopartikel Magnetik Oksida Besi

Campuran larutan garam besi $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+} 1 : 2$ dimasukkan secara langsung ke dalam NaOH dan segera dimixer dengan kecepatan 618 rpm selama 10 menit (perlakuan *mixer*) dan di sonikasi selama 10 menit (perlakuan sonikasi). Selama proses tersebut akan terbentuk suspensi berwarna hitam pekat. Suspensi tersebut diukur pH dan didiamkan semalam untuk menyempurnakan reaksi kopresipitasi. Endapan hitam yang terbentuk dipisahkan dari supernatan dengan menggunakan batang magnet permanen.

Endapan kemudian ditambahkan dengan *DI water* dan diaduk dengan *mixer* pada kecepatan 300 rpm selama 5 menit untuk masing-masing perlakuan. Endapan hitam kembali dipisahkan dari supernatan dengan batang magnet permanen. Bila endapan susah dipisahkan dengan batang magnet permanen, pemisahan dilakukan dengan *centifuge* pada kecepatan 12.000 rpm selama 10 menit. Supernatan diukur pH dan kandungan ion Cl^- nya menggunakan $\text{AgNO}_3 1\%$. Pencucian endapan diulang hingga tercapai nilai pH sama dengan nilai pH *DI water* serta kandungan ion Cl^- nya negatif. Supernatan dari setiap pencucian dimasukkan kedalam *syringe* tertutup dan disimpan di *refrigerator*. Endapan basah terakhir dikeringkan dalam cawan petri pada suhu kamar. Setelah kering endapan tersebut ditimbang dan siap diukur untuk menganalisis sifat bahan.

Pencirian Sampel

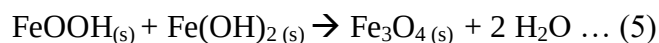
Karakterisasi fasa dilakukan menggunakan alat XRD Shimadzu XD-610 (3 kW; 60kV; 60 mA) dengan tabung X-Ray CuK α , rentang 2θ dari 10-80° dengan kecepatan pemayaran sebesar 0,05°/s, penentuan ukuran partikel dilakukan menggunakan *Particle Size Analyzer*, Zetasizer Nano ZS, Malvern dan sifat magnetik diukur menggunakan *Vibrating Sample Magnetometer* OXFORD 1.2H.

2. HASIL DAN PEMBAHASAN

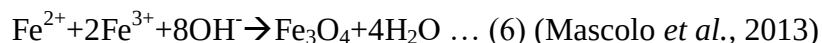
Pembentukan Oksida Besi dengan Metode Kopresipitasi

Oksida besi disintesis dengan metode kopresipitasi mengikuti persamaan 1 dengan rasio Fe²⁺: Fe³⁺ adalah 1:2. Menurut Mascolo *et al.*, (2013) rasio tersebut adalah rasio stoikiometri untuk mendapatkan magnetit (Fe₃O₄) yang menghasilkan kemurnian yang tinggi. Beberapa faktor yang dapat menjadi parameter dalam sintesis oksida besi dengan metode kopresipitasi, yaitu rasio garam besi, medium alkali, pH, dan temperatur (Babes *et al.*,)

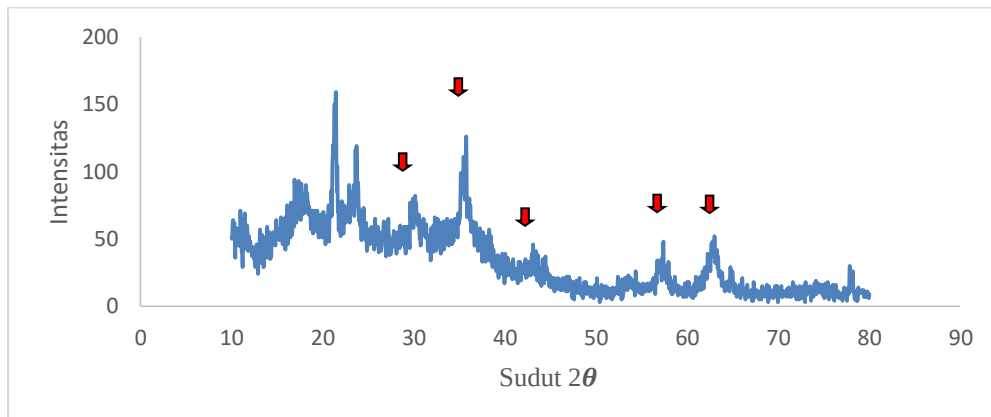
Persamaan reaksi dalam mekanisme pembentukan Fe₃O₄ mengikuti persamaan dibawah ini:



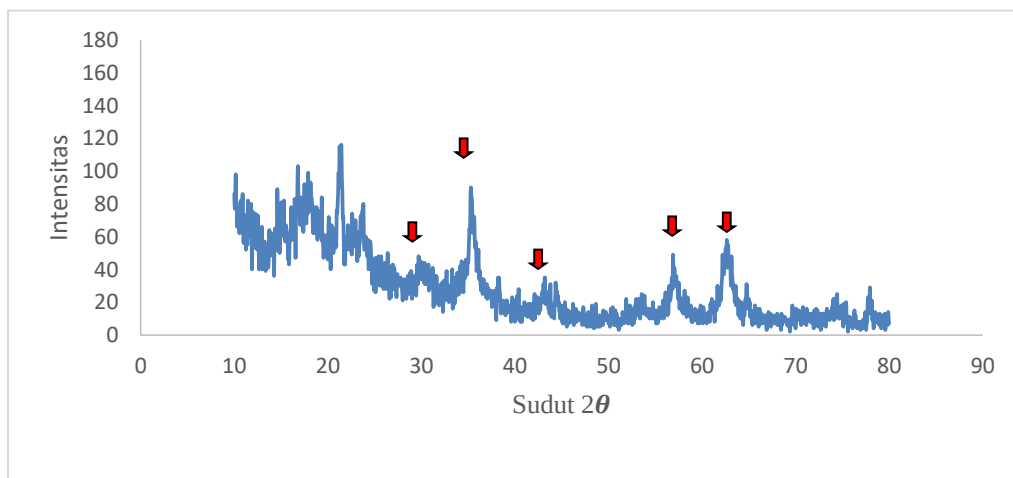
Memberikan persamaan reaksi keseluruhan:



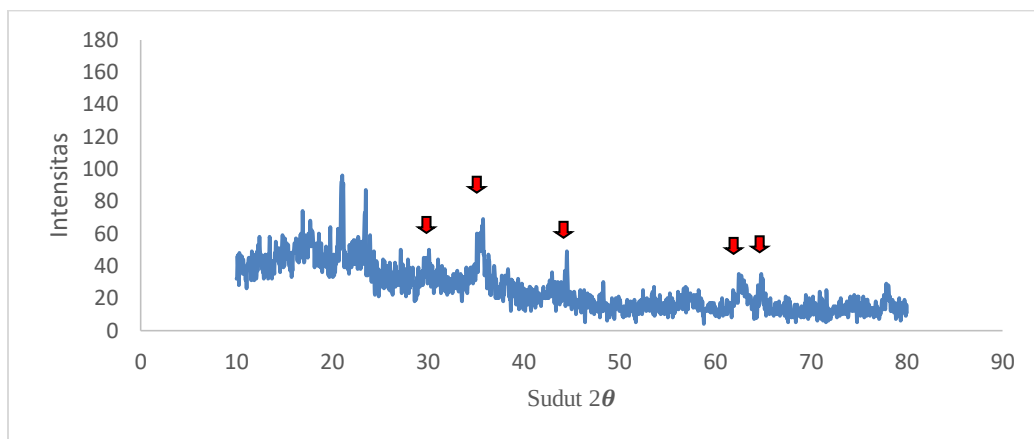
Ion Fe²⁺ dan Fe³⁺ secara bersama-sama mengendap menjadi besi (II) dan besi (III) hidroksida dengan cepat. Selanjutnya Besi (III) hidroksida terdekomposisi secara perlahan menjadi FeOOH_(s) yang akan bereaksi dengan Besi (II) hidroksida membentuk endapan hitam nanopartikel magnetik Fe₃O_{4(s)}.



Gambar 2. Pola difraksi sinar-X oksida besi Fe_3O_4 dengan mixer hari ke-0



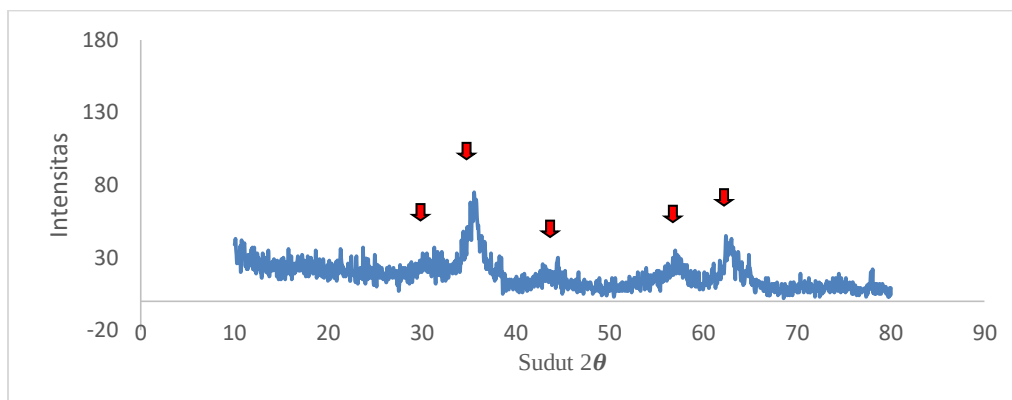
Gambar. 3 Pola difraksi sinar-X oksida besi Fe_3O_4 dengan mixer hari ke-5



Gambar. 4 Pola difraksi sinar-X oksida besi Fe_3O_4 dengan mixer hari ke-13

Berdasarkan hasil kesesuaian pola difraksi tersebut, tiga sampel M0, M5, dan M13 menunjukkan adanya pola puncak-puncak Fe_3O_4 yang berarti pada tiga sampel hasil produk sintesis tersebut telah terbentuk fasa Fe_3O_4 . Namun, pada daerah sudut theta yang kecil (*small angle*), terlihat adanya puncak-puncak difraksi yang tidak dapat diidentifikasi sebagai puncak Fe_3O_4 . Puncak-puncak tersebut kemungkinan adalah puncak-puncak difraksi yang dimiliki oksida besi lainnya, yaitu FeO. Berdasarkan data JCPDS untuk FeO (No. 46-1312) menunjukkan puncak-puncak difraksi dengan intensitas relatif tinggi berada di daerah tersebut, yaitu sudut 16.503, 19.070, dan 27.083. Hal ini dapat terjadi karena kemungkinan pada perlakuan *mixer* sebelum terbentuk fasa Fe_3O_4 , fasa FeO terbentuk terlebih dahulu.

Berbeda dengan sintesis dengan perlakuan sonikasi, pada pola difraksi sinar-X yang dihasilkan tidak ditemukan pola dengan puncak yang relatif tinggi di daerah *small angle*. Gambar 4 menunjukkan pola difraksi sinar-X dengan sonikasi.



Gambar. 5 Pola difraksi sinar-X oksida besi Fe_3O_4 dengan sonikasi

Pola difraksi sinar-X yang dihasilkan dari sampel SS tersebut memiliki pola yang sama dengan pola difraksi sinar-X Fe_3O_4 yang menandakan produk sintesis dengan sonikasi berhasil membentuk Fe_3O_4 yang diinginkan. Namun, puncak-puncak yang dihasilkan sangat lebar. Beberapa hal dapat membuat puncak pada kurva XRD melebar yaitu, kesalahan pada alat dan bentuk kristalin yang tidak teratur (Ermrich dan Oppen 2011).

Analisis Ukuran Partikel dengan PSA

Salah satu cara analisis untuk mengetahui ukuran dari suatu partikel adalah dengan menggunakan *particle size analyzer* (PSA). Pada pengukuran ini digunakan sampel supernatan yang berisi nanopartikel magnetik terdispersi dalam medium *DI water* dan membentuk koloid. Supernatan yang diukur diambil dari beberapa tahapan hasil pencucian nanopartikel magnetik.

Lampiran 4 menunjukkan hasil tiga kali ulangan pengukuran ukuran partikel dengan menggunakan PSA. Hasilnya menunjukkan partikel-partikel pada sampel berukuran berada di rentang skala nanometer, yaitu berkisar 0.2-1000 nm (Buzea *et al.* 2007). Beberapa peneliti ada yang membatasi ukuran untuk suatu nanopartikel, yaitu 50 nm (Krishnan 2010) atau 100 nm (Bormet.*al*2006). Hal tersebut didasarkan atas fakta bahwa beberapa sifat fisik nanopartikel dibutuhkan dalam ukuran tersebut untuk kepentingan tertentu. Namun, kisaran yang di klasifikasikan sebagai ukuran nanopartikel secara umum adalah 1 mikron atau 1000 nm (Buzea *et al.* 2007).

Hasil pengukuran pada sampel SM0-10 Gambar 6 (Lampiran 4) menunjukkan hasil yang berbeda dari sampel yang lainnya yang hanya berkisar antara 35-45 nm (Tabel 2). SM0-10 terukur rata-rata ukuran partikelnya sebesar 1157 nm dan menghasilkan *polydispersity index* (PdI) yang sangat besar, yaitu 0.789 . Nilai PdI yang besarnya lebih dari 0.7 menunjukkan bahwa sampel memiliki distribusi ukuran yang sangat luas dan tidak cocok diukur menggunakan teknik *dynamic light scattering*(DLS) pada PSA (Malvern 2011). Kemungkinan sampel SM0-10 saat diukur pada PSA membentuk agregat dalam koloid yang menyebabkan ukurannya bertambah besar, sehingga terbaca pada PSA sebesar 1157 nm. Hal ini dibuktikan dengan hasil Z-Average pada sampel SM0-10 sebesar 3643.0. Nilai yang cukup besar dari sampel nanopartikel magnetik yang lainnya (Tabel 2). Nilai Z-Average adalah parameter yang paling stabil untuk pengukuran dengan teknik DLS pada bentuk koloid. Pengukuran Z-Average sangat sensitif dengan perubahan kecil di dalam sampel sampai bisa mendeteksi kehadiran agregat di sampel (Malvern 2011)

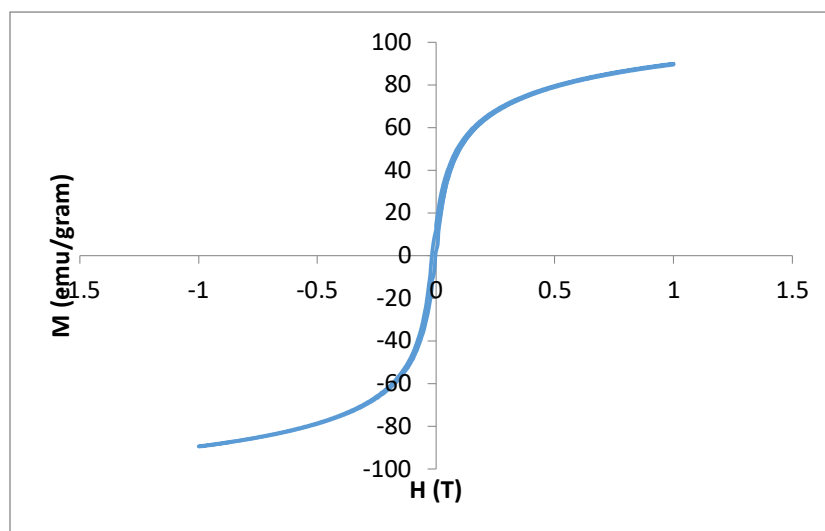
Tabel. 2 Karakteristik beberapa sampel supernatan nanopartikel magnetik

Sampel	Z-Average	Ukuran (d.nm)	Polydispersity Index
SM0-8	227.0	37.10	0.277
SM0-10	3643.0	1157.00	0.789
SM5-2	125.8	40.38	0.363
SM5-8	520.9	33.02	0.512
SS-6	79.4	37.83	0.261
SS-12	126.4	45.82	0.287

Analisis Sifat Magnet dengan VSM

Sifat magnet dari nanopartikel oksida besi dianalisis dengan menggunakan alat *vibrating sample magnetometer* (VSM). Sampel yang diukur berupa supernatan dan padatan nanopartikel magnetik oksida besi dari sintesis dengan menggunakan *mixer* dan

sonikasi. Gambar 11-14 (Lampiran 5) menunjukkan kurva histeresis hubungan antara nilai magnet saturasi (M_s) per gram dengan medan magnet (H) untuk sampel perlakuan *mixer* dan Gambar 15 (Lampiran 5) untuk perlakuan sonikasi.



Gambar. 6 Sifat magnetik padatan nanopartikel magnetik pada sampel M5

Berdasarkan kurva histeresis yang dihasilkan seperti pada Gambar 6, oksida besi menunjukkan sifat magnet yang bersifat superparamagnetik. Sifat tersebut membuat oksida besi akan bersifat magnet jika diberi medan magnet, namun akan kembali normal jika medan magnet dihilangkan (Hervault dan Nguyen 2014).

Tabel. 3 Sifat magnet saturasi beberapa sampel padatan nanopartikel magnetik

Sampel	M_s (emu/gram)
M0	70.4
M5	89.4
M13	70.8
M42	74.6
SS	56.4

Pengaruh waktu pada perlakuan *mixer* tidak berpengaruh besar terhadap nilai magnet saturasi sampel padatan nanopartikel oksida besi. Tabel 3 menunjukkan nilai magnet saturasi (Ms) per gram sampel. Dapat dilihat nilai Ms untuk sampel *mixer*, yaitu M0, M5, M13, dan M42 secara umum tidak berbeda jauh. Namun, pada sampel M5 menunjukkan nilai magnet saturasi yang paling besar dari semua sampel yang dianalisis dengan VSM, yaitu sebesar 89,4 emu/gram. Harga Ms maksimal untuk Fe_3O_4 adalah 92 emu/gram (Harris 2002). Berbeda dengan perlakuan sonikasi nilai Ms yang diperoleh sangat kecil diantara semua sampel, yaitu sebesar 56.4 emu/gram. Hal ini berkorelasi dengan hasil pola XRD sampel SS (Gambar 5) yang menunjukkan ketidakteraturan kristalin, sehingga menyebabkan nilai magnet yang rendah.

Perlakuan sonikasi memungkinkan partikel padatan oksida besi yang terbentuk lebih kecil dibanding dengan perlakuan *mixer*. Hal itu dapat menyebabkan nilai magnet saturasinya berbeda, yang semakin kecilnya partikel maka semakin kecil juga nilai magnet saturasinya.

4. KESIMPULAN

Nanopartikel magnetik oksida besi telah berhasil disintesis dengan metode kopresipitasi dan dicirikan. Hasil pola XRD menunjukkan keberadaan pola puncak difraksi dari Fe_3O_4 pada parameter *mixer* dan sonikasi. Nilai magnet saturasi diperoleh dari data hasil VSM yang menunjukkan nilai magnet yang cukup besar, yaitu berada di rentang 70-89 emu/gram. Nilai magnet saturasi terbesar diperoleh pada sampel perlakuan *mixer* M5. Ukuran partikel diukur dalam bentuk sampel supernatan dan berada dalam rentang ukuran nanometer untuk setiap sampel perlakuan *mixer* dan sonikasi.

5. SARAN

Perlu ada penelitian lebih lanjut untuk mengoptimalkan sintesis nanopartikel magnetik oksida besi. Perlakuan sebaiknya dilakukan dengan kondisi inert atau dengan bantuan aliran gas N_2 pada setiap perlakuan. Pengulangan pengerjaan juga perlu dilakukan

agar memperoleh akurasi dan ketepatan nilai yang baik. Penggunaan basa yang sesuai diperlukan guna mencapai kondisi yang optimum terhadap nilai magnet saturasi. Pengukuran ukuran partikel sebaiknya juga diukur sampel padatannya sehingga dapat membandingkan ukuran partikel dalam fasa padatan maupun dalam fasa supernatan koloid.

DAFTAR PUSTAKA

- Abareshi M. 2010. Fabrication, characterization, and measurement of thermal conductivity of Fe₃O₄ nanofluids. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*. 322:3895-3901.
- Borm P J A, Robbins D, Haubold S, Kuhlbusch T, Fissan H, Donaldson K, Schins R P F, Stone V, Kreyling W, Lademann J, Krutmann J, Warheit D, Oberdorster E. 2006. The potential risks of nanomaterials: a review carried out for ECETOC (review). *Particle and Fibre Toxicol*. 3(11)
- Buzea C, Blandino IIP, Robbie K. 2007. Nanomaterials and nanoparticles: sources and toxicity. *Biointerphases*. 2(4)
- Chen C, Gunawan P, Xu R. 2011. Self-assembled Fe₃O₄-layered double hydroxide colloidal nanohybrids with excellent performance for treatment of organic dyes in water. *Journal of Materials Chemistry*. 21(4): 1218–1225.
- Corr SA, Byrne SJ, Tekorite R, Meledandri CJ, Brougham DF, Lynch M, Kerskens C, O'Dwyer L, Gun'ko YK. 2008. Linear assemblies of magnetic nanoparticles as MRI contrast agents. *Journal of the American Chemical Society*. 130:4214–4215.
- Ermrich M, Oppen D. 2013. *XRD for the Analyst Getting Acquainted with the Principle*. Almelo (NL): PANalytical
- Harris LA. 2002. Polymer stabilized magnetite nanoparticle and poly(propylene oxide) modified styrene-dimethacrylate network [disertasi]. Blacksburg, Virginia (US): Polytechnic Institute and State University
- Hervault A, Nguyen TKT. 2014. Magnetic nanoparticle-based therapeutic agents for thermo-chemotherapy treatment of cancer. *Nanoscale*. 6:11553-11573. doi: 10.1039/c4nr03482a
- Krishnan KM. 2010. Biomedical nanomagnetism: A spin through possibilities in imaging, diagnostics, and therapy. *IEEE Transactions on Magnetics*. 46(7):2523-2558. doi: [10.1109/TMAG.2010.2046907](https://doi.org/10.1109/TMAG.2010.2046907)

- Laurent, S.; Forge, D.; Port, M.; Roch, A.; Robic, C.; Vander Elst, L.; Muller, R.N. 2008. Magnetic iron oxide nanoparticles: Synthesis, stabilization, vectorization, physicochemical characterizations, and biological applications. *Chemical Review*.108:2064–2110.
- Mascolo MC, Pei Y, Ring TA. 2013. Room temperature co-precipitation synthesis of magnetite nanoparticles in large pH window with different bases. *Materials*.6:5549-5567. doi: 10.3390/ma6125549
- Misra RDK. 2008. Magnetic nanoparticles carrier for targeted drug delivery:perspective, outlook and design. *Material Science Technology*. 24:1011–1019.
- Peng XH, Wang YJ, Tang XL, Liu WS. 2011. Functionalized magnetic coreshell $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2$ nanoparticles as selectivity-enhanced chemosensor for Hg(II). *Dyes and Pigment*. 91:26-32.
- Ridwan, Sulungbudi GT, Mujamilah. 2009. Sintesis bahan magnet barium hexaferrite memanfaatkan sumber daya alam lokal. *Jurnal Sains Materi Indonesia*. 5(1):29-33
- Schwarzer HC, Peukert W, 2004. Tailoring particle size through nanoparticle precipitation. *Chemical Engineering Communications*. 191:580–608.
- Tartaj P, Morales MP, Veintemillas-Verdaguer S, GonzalezCT, SernaCJ. 2003. The preparation of magnetic nanoparticles for applications in biomedicine. *Journal of PhysicsD: Applied Physics*. 36:182-197
- Tartaj P, Morales MP, Veintemillas-Verdaguer S, GonzalezCT, SernaCJ. 2006. Synthesis, properties, and biomedical applications of magnetic nanoparticles. *Handbook of Magnetic Materials*. 16:403-482
- Waychunas GA, Kim CS, Banfield JF. 2005. Nanoparticulate iron oxide minerals in soils and sediments: unique properties and contaminant scavenging mechanism. *Journal of Nanoparticle Research*. 7: 409-433
- Wildan ZL, Salam R, Pramano EY. 2014. Pembuatan nanopartikel oksida Fe dengan metode kopresipitasi. *Laporan Teknis PSTBM BATAN*
- Yallapu MM, Othman SF, Curtis ET, Gupta BK, Jaggi M, Chauhan SC. 2011. Multifunctional magnetic nanoparticles for magnetic resonance imaging and cancer therapy. *Biomaterials*. 32:1890–1905.
- Yu MK, Park J, Jon S. 2012. Targeting strategies for multifunctional nanoparticles in cancer imaging. *Theranostics*. 2(1):3-44. doi: 10.7150/thno.3463



9 772548 947772