



Penentuan Kondisi Operasi Optimum Ekstraksi Pewarna Alami Dari Limbah Serbuk Kayu Ulin (*Eusideroxylon zwageri*) Menggunakan *Response Surface Method*

Apriliantina Putribarafike¹, Edia Rahayuningsih^{2*,3}, Eny Faridah^{3,4}

¹Program Studi Magister Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Jl. Grafika No. 2, Kampus UGM, Yogyakarta, 55281, Indonesia

²Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Gadjah Mada, Jl. Grafika No. 2, Kampus UGM, Yogyakarta, 55281, Indonesia

³Indonesia Natural Dye Institute, Universitas Gadjah Mada, Jl. Kaliurang KM. 4 Sekip Utara Yogyakarta, Kampus UGM, Yogyakarta, 55281, Indonesia

⁴Fakultas Kehutanan, Universitas Gadjah Mada, Jl. Agro Bulaksumur No. 1, Kampus UGM, Yogyakarta, 55281, Indonesia

*E-mail : edia_rahayu@ugm.ac.id

Abstract

The use of natural dyes is an alternative to replace synthetic dyes. One of the natural resources in Indonesia that can be used as a natural dye is wood sawdust of Ulin wood. Phytochemical analysis results showed that the extract of Ulin wood sawdust contains tannin compound, as the chemical of these sawdust is potential as a source of natural dyes. This research is to find the optimum condition of natural dye extraction from Ulin wood sawdust. Variables observed in this research are temperature, the weight ratio of sawdust to the solvent volume, and mixer rotation speed. The extraction process with a third necked flask with a stirrer, condenser, heat mantle, and with water as solvents. Natural dye content on the extract was analyzed by gravimetry. The optimization of operating variables extraction using Response Surface Method (RSM) with Box-Behnken model. The results that the optimum temperature was 90°C, the weight ratio of Ulin wood sawdust to the solvent volume was 0,25 g/mL, and the optimum mixer rotation speed was 250 rpm. In this optimum condition, the natural dye content in the extracts was 1,2054%.

Keywords: Natural dye; Extraction; Ulin wood sawdust; Response Surface Method

Pendahuluan

Pewarna alami adalah senyawa organik berwarna yang diperoleh dari tumbuhan, hewan, dan mineral. Pewarna alami telah digunakan sebagai pewarna tekstil, makanan, dan kosmetik sejak lama. Sejak pewarna sintetis ditemukan, penggunaan pewarna alami mulai ditinggalkan. Pewarna sintetis dapat memberikan warna yang cerah, tahan luntur yang sangat baik, dan harga yang terjangkau membuat tingginya peminat. Namun, pewarna sintetis bersifat karsinogenik dan berbahaya bagi lingkungan, sehingga menarik perhatian masyarakat untuk menggunakan pewarna alami karena pewarna tekstil mulai banyak diminati (Evitasari, et.al., 2019).

Bahan yang digunakan sebagai bahan baku pewarna alami harus berasal dari tumbuhan atau hewan yang memiliki nilai ekonomis rendah, tersedia dalam kapasitas besar dan kontinyu, serta apabila digunakan tidak akan menimbulkan dampak buruk bagi lingkungan (Rahayuningsih, et.al., 2011). Serbuk kayu Ulin memenuhi kriteria tersebut, banyak ditemukan sebagai limbah di Indonesia. Potensi ekstrak serbuk Ulin sebagai pewarna alami masih minim sumber penelitian sebelumnya dan perlu untuk dikembangkan sebagai produk pewarna alami. Amaliyah (2019) melaporkan bahwa hasil dari pengujian analisis fitokimia, senyawa bioaktif dalam ekstrak serbuk kayu Ulin antara lain alkaloid 1,024%, tannin 4,274%, saponin 11,444%, flavonoid 11,916%, dan fenolik 15,363%. Dengan kandungan tannin yang terdapat pada serbuk Ulin tersebut dapat berpotensi sebagai pewarna alami yang menghasilkan warna coklat. Dari latar belakang diatas maka dilakukan penelitian ini dengan metode ekstraksi untuk mengambil zat warna yang terkandung pada serbuk kayu Ulin dengan tujuan untuk mengetahui kondisi operasi optimum proses ekstraksi pewarna alami dilakukan dengan variasi suhu ekstraksi, variasi rasio berat serbuk Ulin dengan volume pelarut dan variasi kecepatan putaran pengaduk. Yuliantari (2017) melaporkan pengaruh suhu, waktu, dan kecepatan pengadukan berbanding lurus terhadap kadar pewarna alami yang dihasilkan yaitu semakin lama waktu dan semakin tinggi suhu serta semakin besar kecepatan putaran pengaduk yang digunakan untuk proses ekstraksi maka hasilnya juga semakin besar dan hasilnya semakin baik, namun tidak melampaui batas waktu dan suhu optimum. Apabila suhu yang digunakan melampaui batas optimum, walaupun zat warna yang dihasilkan banyak tetapi tidak berfungsi sebagai



pewarna yang disebabkan rusaknya pigmen warna dan hilangnya senyawa-senyawa pada larutan karena penguapan. Total hasil zat warna dipengaruhi juga dengan rasio bahan baku dengan pelarut yaitu kekuatan warna yang dihasilkan relatif meningkat (Elksibi, et.al., 2014). Nintasari (2016) melaporkan bahwa konsentrasi maksimum dari ekstrak serbuk kayu adalah pada rasio serbuk dengan pelarut yaitu 1:10, karena semakin banyak serbuk Ulin sebagai bahan baku yang digunakan maka perolehan rendemen yang dihasilkan akan menurun juga. Hal tersebut berakibat larutan ekstrak sudah mencapai kondisi jenuhnya, sehingga larutan ekstrak tersebut tidak bisa larut lagi ke dalam pelarutnya. Kecepatan putaran pengaduk menyebabkan aliran turbulen partikel didalam larutan ekstrak akan semakin besar juga sehingga tumbukan antar partikel akan semakin besar juga, hal ini akan menyebabkan tumbukan antara suatu padatan yang didalamnya terkandung tannin dengan pelarut akan semakin baik. Jika kecepatan putaran pengaduk terlalu besar menyebabkan terjadinya vortex yang menyebabkan aliran turbulen didalam larutan ekstrak semakin rendah membuat partikel-partikel padatan bergerak dengan pelarutnya seperti berputar tanpa adanya tumbukan (Yuniwati, et.al., 2019).

Metode perancangan eksperimen yang digunakan untuk mengetahui kondisi optimum yaitu *Response Surface Methodology* (RSM). Metode ini yaitu menggabungkan konsep matematika dengan konsep statistika yang digunakan untuk menganalisa suatu respon Y yang dipengaruhi oleh beberapa variabel bebas atau faktor X untuk mengoptimalkan suatu respon tersebut (Montgomery, 1991). Penelitian ini adalah ekstraksi zat pewarna alami pada ekstrak serbuk Ulin, Metode RSM dilakukan untuk mempelajari pengaruh variable-variabel dalam proses ekstraksi yaitu suhu, rasio berat serbuk Ulin dengan volume pelarut, dan rasio kecepatan putaran pengaduk. Perancangan percobaan pada penelitian ini didasari pada suatu desain Box-Behnken dengan tiga interval dan tiga variabel. Masing-masing dari variabel proses tersebut dinyatakan dengan kode tiga tingkat (-1, 0 dan +1) yaitu terdiri nilai rendah, tengah, dan tinggi seperti ditunjukkan pada Tabel 1. Model umum dari persamaan RSM sebagai berikut:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^n \beta_i X_i + \sum_{i=1}^n \beta_{ii} X_i^2 + \sum \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j + \varepsilon \quad (1)$$

Di mana : $i = 1, 2, 3$
 $n = 3$

Tabel 1. Faktor dan Kode Interval Box-Behnken

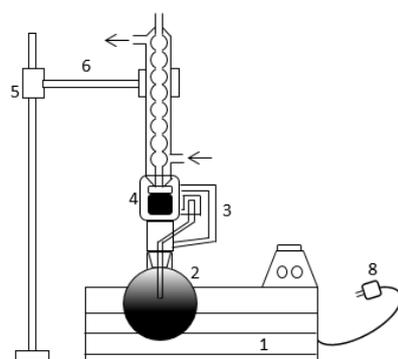
Variabel Independen	Faktor	Kode Interval		
		-1	0	+1
Suhu Proses	X ₁	50	70	90
Rasio Serbuk dengan Pelarut	X ₂	0,1	0,175	0,250
Kecepatan Putaran Pengaduk	X ₃	150	250	350

Metode Penelitian

Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah serbuk kayu Ulin yang diperoleh dari dari beberapa tempat penggergajian kayu Ulin di Samarinda, Kalimantan Timur. Etanol 96% dan air sebagai pelarut.

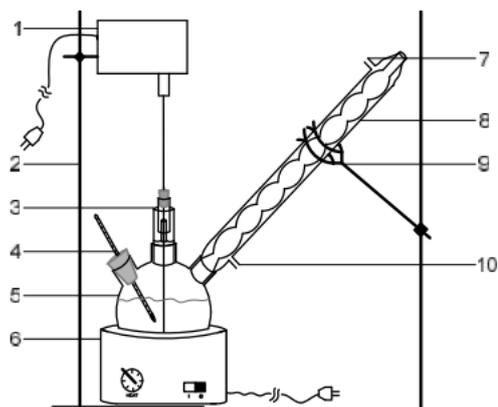
Alat



(a)

Keterangan:

1. Pemanas Mantel
2. Labu Leher Satu
3. Tabung Soxhlet
4. Serbuk dibungkus Kertas Saring
5. Statif
6. Klem
7. Kondensator
8. Steker



- Keterangan:
1. Motor Pengaduk
 2. Statif
 3. Pengaduk
 4. Termometer
 5. Labu leher tiga
 6. Pemanas Mantel
 7. Pendingin masuk
 8. Kondensor
 9. Klem
 10. Pendingin keluar

(b)

Gambar 1. Rangkaian Alat Ekstraksi (a) Alat Ekstraksi *Soxhlet* (b) Alat Ekstraksi dengan Labu Leher Tiga

Prosedur Kerja

Perlakuan pada penelitian ini dibagi menjadi dua perlakuan yaitu yang pertama adalah mencari kandungan zat pewarna alami pada serbuk kayu Ulin dan bagian kedua adalah penentuan kondisi operasi optimum proses ekstraksi zat pewarna alami dari serbuk kayu Ulin.

Menentukan Zat Warna Alami (ZWA) Total

Untuk menentukan kadar dari zat warna alami total di dalam serbuk dilakukan dengan ekstraksi dengan *Soxhlet* seperti yang disajikan pada Gambar 1(a) menggunakan pelarut etanol 96%. Serbuk kayu Ulin sebanyak 3 g dibungkus dengan kertas saring lalu diekstrak dengan etanol 96% sebanyak 500 mL. Proses ekstraksi dijalankan hingga kandungan zat pewarna alami dalam serbuk sudah terekstrak sampai habis atau jenuh, dapat dilihat dari pelarut yang menggenangi padatan sudah tidak mengeluarkan warna lagi. Cara menganalisis kadar total zat warna yang terdapat didalam ekstrak dilakukan dengan analisis gravimetri. Analisis gravimetri dilakukan dengan cara dikeringkan terlebih dahulu *petri dish* kosong dalam oven dan di dinginkan pada desikator. Kemudian *petri dish* kosong ditimbang dengan neraca analitik digital. Ekstrak pekat 10 mL dimasukkan ke dalam *petri dish* kemudian di oven pada suhu 105-110°C selama 1 jam, kemudian didinginkan dalam desikator selama 10 menit. Selanjutnya ditimbang *petri dish* yang berisi ekstrak pekat setelah pengovenan dengan neraca analitik digital dan dicatat hasilnya. Percobaan diulangi hingga diperoleh berat konstan. Pengukuran kadar zat warna alami dilakukan pengulangan sebanyak 3 kali.

Menentukan Kondisi Operasi Optimum Proses Ekstraksi dengan Menggunakan RSM

Rancangan penelitian dengan judul ini alat ekstraksi ditunjukkan pada Gambar 1(b). Proses ekstraksi dijalankan dengan 3 variasi, yaitu suhu (50°C, 70°C, dan 90°C), rasio berat serbuk kayu Ulin dengan pelarut air (0,100 g/mL; 0,175 g/mL; dan 0,250 g/mL), dan kecepatan putaran pengaduk (150 rpm, 250 rpm, dan 350 rpm) semua variasi dilakukan pada waktu ekstraksi 160 menit. Bentuk rancangan eksperimen berdasarkan dengan model *Box-Behnken* ditunjukkan pada Tabel 2. Berdasarkan perancangan tersebut ekstraksi dijalankan sebanyak 15 kali percobaan. Analisa kandungan pewarna didalam ekstrak dilakukan dengan gravimetri caranya sebagai berikut: larutan ekstrak dipipet 10 mL kemudian diendapkan menggunakan sentrifuge dan dipipet sebanyak 5 mL selanjutnya dianalisis secara gravimetri.

Tabel 2. Rancangan Percobaan Berdasarkan Box-Behnken Untuk Optimasi Menggunakan RSM

No	Suhu (°C)	Rasio (g/mL)	Kecepatan Pengaduk (rpm)	Y _{zwa} (%)
1	50	0,100	250	Y _{1zwa}
2	90	0,100	250	Y _{2zwa}
3	50	0,250	250	Y _{3zwa}
4	90	0,250	250	Y _{4zwa}
5	50	0,175	150	Y _{5zwa}
6	90	0,175	150	Y _{6zwa}
7	50	0,175	350	Y _{7zwa}
8	90	0,175	350	Y _{8zwa}
9	70	0,100	150	Y _{9zwa}
10	70	0,250	150	Y _{10zwa}
11	70	0,100	350	Y _{11zwa}
12	70	0,250	350	Y _{12zwa}
13	70	0,175	250	Y _{13zwa}
14	70	0,175	250	Y _{14zwa}
15	70	0,175	250	Y _{15zwa}

Hasil dan Pembahasan

Menentukan Kadar Zat Warna Alami (ZWA) Total

Metode *Soxhlet* digunakan untuk mendapatkan kadar zat warna alami total yang terkandung pada limbah serbuk. Berdasarkan hasil uji gravimetri didapatkan kadar ZWA total pada serbuk kayu Ulin sebesar 5,4311% dalam 3 g serbuk kayu Ulin dengan volume pelarut etanol 500 mL atau dapat dinyatakan 162,9 mg ZWA/260 mL ekstrak pekat. Hasil penelitian yang dilakukan Dahlan, Rahayuningsih, Tawfiequrrahman (2018) mengenai ekstraksi zat warna alami dari daun ketepeng didapatkan hasil ekstrak sebesar 69 mg ZWA/2 g daun. Pada penelitian tersebut, dengan hasil kadar ekstrak sebesar itu sudah dikatakan sangat potensial sebagai bahan baku ZWA. Dengan demikian, limbah serbuk kayu Ulin juga dapat dikatakan memiliki potensial sebagai bahan baku ZWA. Oleh karena itu perlu dilakukan optimasi kondisi operasi ekstrak dari limbah serbuk dan kulit kayu Ulin.

Menentukan Kondisi Operasi Optimal dengan RSM

Dari percobaan yang telah dijalankan didapatkan kadar zat warna alami (Y_{zwa}) pada ekstrak serbuk Ulin ditunjukkan pada Tabel 3

Tabel 3. Hasil Percobaan Optimasi Menggunakan RSM

No	Suhu (°C)	Rasio (g/mL)	Kecepatan Pengaduk (rpm)	Y_{zwa} (%)
1	50	0,100	250	0,7157
2	90	0,100	250	0,7769
3	50	0,250	250	0,9935
4	90	0,250	250	1,2054
5	50	0,175	150	0,7865
6	90	0,175	150	0,7921
7	50	0,175	350	0,7904
8	90	0,175	350	0,8249
9	70	0,100	150	0,7328
10	70	0,250	150	0,8234
11	70	0,100	350	0,7476
12	70	0,250	350	1,1172
13	70	0,175	250	0,8126
14	70	0,175	250	0,8093
15	70	0,175	250	0,8110

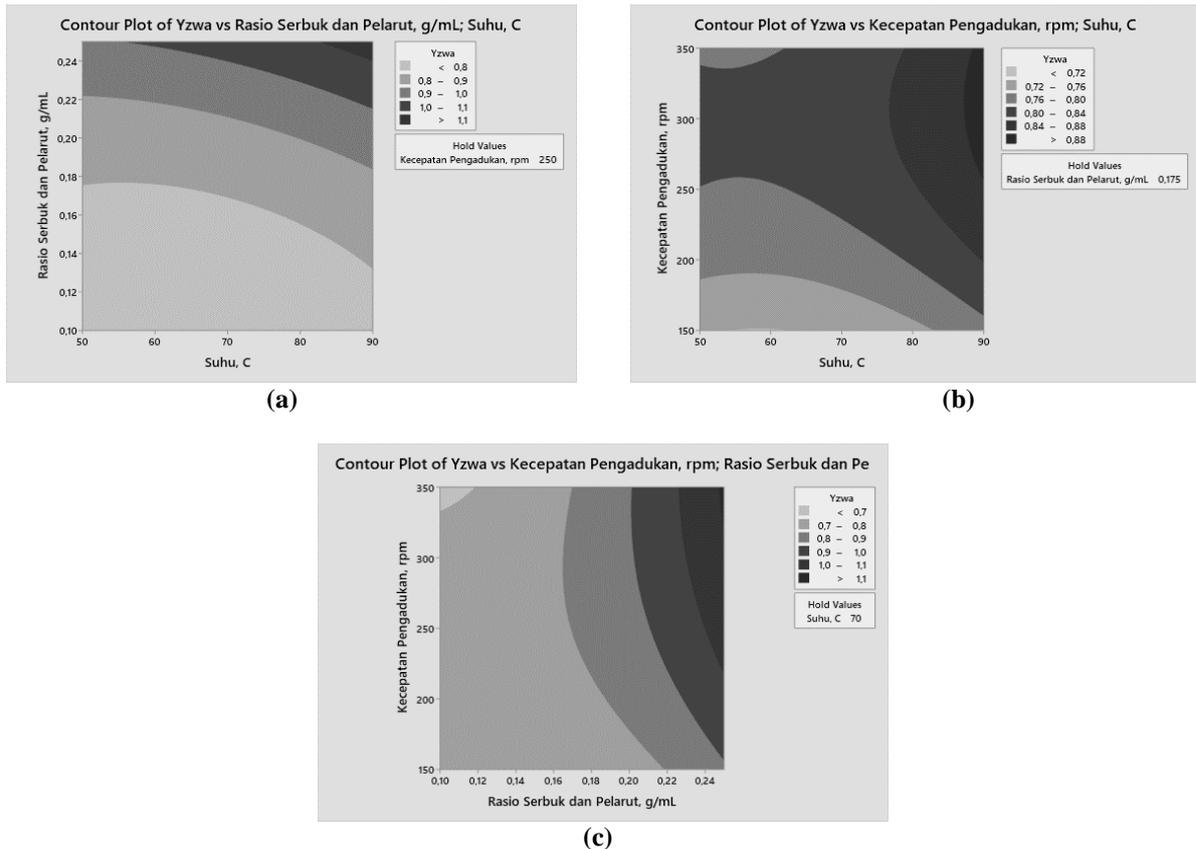
Interaksi antara variabel bebas (X) dan variabel respon (Y) dapat di hitung berdasar hasil yang di dapat dari eksperimen percobaan dengan program Minitab 19, dihasilkan model sebagai berikut:

$$Y_{zwa} = 1,550 - 0,0130 X_1 - 7,39 X_2 + 0,00056 X_3 + 0,000069 X_1^2 + 14,99 X_2^2 - 0,000004 X_3^2 + 0,0251 X_1X_2 + 0,000004 X_1X_3 + 0,00930 X_2X_3 \quad (2)$$

Dari persamaan diatas, variable yang berpengaruh terhadap kadar zat warna alami total adalah suhu (X_1), rasio bahan baku-volume pelarut (X_2), dan kecepatan putaran pengadukan (X_3). Luaran yang didapatkan dari persamaan diatas dihasilkan R^2 sebesar 91,65%. Hal tersebut merupakan keragaman dari data kadar zat pewarna alami total yang dapat menyatakan faktor suhu, rasio bahan baku-volume pelarut, dan kecepatan putaran pengaduk yaitu 91,65% sedangkan sisanya yaitu 8,35% dapat menyatakan faktor lainnya yang tidak termasuk didalam model yang didapatkan. Berdasar data ini dapat dikatakan bahwa dari ketiga variabel bebas tersebut yang dilakukan pada proses ekstraksi ini dapat diterima.

Pengaruh Variabel Proses dan Pemilihan Kondisi Operasi Optimal pada Ekstraksi Serbuk Ulin

Gambar 2 menjelaskan *surface plot* dari pengaruh suhu, rasio bahan baku-volume pelarut, dan kecepatan putaran pengaduk pada ekstraksi zat pewarna alami dari serbuk Ulin. *Surface plot* menjelaskan bahwa hubungan variabel-variabel tersebut dibikin konstan. *Surface plot* ini dapat dipergunakan untuk menganalisa pengaruh dari variabel proses berdasarkan dari persamaan model yang dihasilkan (Elksibi, et.al., 2014).



Gambar 2. Surface plot (a) suhu vs rasio, (b) suhu vs kecepatan pengadukan, (c) rasio vs kecepatan pengadukan

Dari *surface plot* yang dihasilkan pada Gambar 2 (a) dapat dikatakan bahwa perolehan konsentrasi dari kadar zat pewarna alami didalam ekstrak paling besar yaitu 1,0 – 1,1% berada antara suhu 57-90 °C dan bahan baku-volume pelarut yaitu 0,218 – 0,250 g/mL. Dari hasil *surface plot* pengaruh antara suhu dan kecepatan putaran pengaduk (Gambar 2 (b)), dapat dikatakan bahwa kadar zat pewarna alami yang terkandung didalam ekstrak paling besar sebesar 0,84 – 0,88% kisaran antara suhu 77-90 °C dan kecepatan putaran pengaduk 200-350 rpm. Dari Gambar 2 (c), dapat dikatakan rasio berat serbuk-volume pelarut 0,225-0,250 g/mL dan kecepatan putaran pengaduk 220-350 rpm dihasilkan kadar zat warna alami paling paling besar sebesar 1,0-1,1%. Dengan analisis RSM didapatkan kondisi optimal proses ekstraksi yaitu pada suhu 90 °C, rasio berat serbuk-volume pelarut 0,250 g/mL, dan kecepatan putaran pengaduk 250 dihasilkan kadar zat pewarna alami sebesar 1,2054%.

Kesimpulan

Kesimpulan yang didapatkan dari penelitian ini dengan desain eksperimen RSM, didapatkan kondisi operasi optimal dari proses ekstraksi zat pewarna alami dari serbuk kayu Ulin dengan pelarut air yaitu: Suhu = 90°C, rasio bahan baku dan volume pelarut = 0,250 g/mL, dan kecepatan pengadukan = 250 rpm serta dihasilkan kadar zat pewarna alami dalam ekstrak sebesar 1,2054%.

Daftar Notasi

g/mL = gram per mili liter
rpm = revolution per minute

Daftar Pustaka

Amaliyah, D.M., Ratri, Y.L., Raharjo, M.L.. Efektivitas Ekstrak Kayu Ulin (*Eusideroxylon zwageri*) Sebagai Pengawet Alami Kayu Terhadap Serangan Rayap Tanah. Jurnal Riset Industri Hasil Hutan Vol. 11, No.2, Des 2019:85-96. Banjarbaru.



- Dahlan, Z.A.J., Rahayuningsih, E., dan Tawfiequrrahman, A. Optimasi Kondisi Operasi Ekstraksi Zat Warna Alami dari Daun Ketepeng (*Terminalia Catappa*) Menggunakan Response Surface Method. In Seminar Nasional Teknik Kimia Kejuangan (p.6), 2018.
- Elksibi, I., Haddar, W., Ticha, M. B., Gharbi, R., Mhenni, M. F. Development and optimisation of a non conventional extraction process of natural dye from olive solid waste using response surface methodology (RSM), *Food Chemistry*. 2014; 161, 345-352.
- Evitasari, R.T., Rahayuningsih, E., Mindaryani, A. Dyeing of Cotton Fabric with Natural Dye from *Peristrophe bivalvis* Extract. *AIP Conference Proceedings* 2085 (1), 020055, 2019.
- Montgomery, D. C. *Design and Analysis of Experiments*. John Wiley & Sons, New York. 1991
- Nintasari, Rinne., and Desi Mustika Amaliyah. Ekstraksi Zat Warna Alam dari Kayu Ulin (*Eusideroxylon zwageri*), Kayu Secang (*Caesalpinia* sp) dan Kayu Mengkudu (*Morinda citrifolia*) untuk Bahan Kain Sasirangan. *Jurnal Riset Industri Hasil Hutan* Vol. 8, No.1 Juni 2016: 25-32. Balai Riset dan Standarisasi Industri Banjarbaru.
- Rahayuningsih, E., Rahayu, S.S., Raharjo, T.J. The Potential of Sawdust As Raw Material for The Production of Natural Dye. *Chemeca 2011: Engineering a Better World: Sydney Hilton Hotel, NSW, Australia*.
- Yuliantari, Ni Wayan Ayuk., I Wayan Rai Widarta., dan I Dewa Gede Mayun Permana. Pengaruh Suhu dan Waktu Ekstraksi Terhadap Kandungan Flavonoid dan Aktivitas Antioksidan Daun Sirsak (*Annona miricata* L.) Menggunakan Ultrasonik. *Media Ilmiah Teknologi Pangan*. 2017; Vol.4, No.1, 35-42
- Yuniwati, M., Tanadi, K., Andaka, G., Kusmartono, B. Pengaruh Waktu, Suhu, dan Kecepatan Pengadukan Terhadap Proses Pengambilan Tannin dari Pinang. *Jurnal Teknologi*, 2019; Volume 12 Nomor 2, 109-115.

