



Adsorpsi Senyawa Antibiotik Tetrasiklin Hidrolirida Menggunakan Limbah Serbuk Gergaji dengan Metode Kolom

Mutia Maregianti, Gatut Ari Wardani*, Winda Trisna Wulandari
Departemen Kimia Farmasi, Program Studi Farmasi, STIKes Bakti Tunas Husada, Tasikmalaya, Indonesia

*Corresponding author: gatutariwardani@stikes-bth.ac.id

Abstract

Sawdust is wood grain produced from the sawing process. **Background:** Sawdust contains the main components of cellulose, lignin, hemicellulose and wood extractives. Sawdust is a porous material so water is easily absorbed and fills the pores. **Objective:** This study aims to determine the effect of adsorbent height, flow rate and acidity on the adsorption of tetracycline hydrochloride antibiotic compounds. **Method:** The method used in this research is the column method that varies the adsorbent height, flow rate, and solution pH to determine its effect on the adsorption ability of sawdust. **Results:** Tetracycline adsorption is effective When using the adsorbent in a column with a height of 14 cm, the variation of flow rate is 0.1mL/540 minutes, and pH 4. **Conclusion:** Sawdust has the potential to be used as an adsorbent for tetracycline hydrochloride compounds found in water.

Keywords: Sawdust, Adsorption, Tetracycline Hydrochloride, column method

Abstrak

Serbuk gergaji merupakan butiran kayu yang dihasilkan dari proses menggergaji. **Pendahuluan:** Serbuk gergaji mengandung komponen utama selulosa, lignin, hemiselulosa dan zat ekstraktif kayu. Serbuk kayu merupakan bahan berpori sehingga air mudah terserap dan mengisi pori-pori. **Tujuan:** Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh tinggi adsorben, laju alir dan keasaman pada adsorpsi senyawa antibiotik tetrasiklin hidroklorida. **Metode:** Metode yang digunakan dalam penelitian ini dengan metode kolom yang memvariasikan tinggi adsorben, laju alir, dan pH larutan untuk mengetahui pengaruhnya terhadap kemampuan adsorpsi dari serbuk gergaji. **Hasil:** Adsorpsi tetrasiklin efektif Ketika menggunakan adsorben dalam kolom dengan ketinggian 14 cm, variasi laju alir 0,1mL/540 menit, dan pH 4. **Kesimpulan:** Serbuk gergaji mempunyai potensi untuk dimanfaatkan sebagai adsorben senyawa tetrasiklin hidroklorida yang terdapat pada perairan.

Kata kunci: Serbuk gergaji, Adsorpsi, Tetrasiklin Hidroklorida, metode kolom

PENDAHULUAN

Pada awal tahun 1990-an, hutan alam Indonesia mampu memasok 60-80 jutam³ kayu gergajian per tahun, tetapi pada tahun 2011 menurun menjadi hanya 20 juta per tahun. Sejalan dengan itu, luas hutan alam yang dapat dimanfaatkan potensi kayunya menurun dari 61 juta hektar pada tahun 1993-1994 menjadi hanya 23,64 juta hektar pada tahun 2011 (Keputusan Menteri Kesehatan RI Tentang Standar Pelayanan Minimal Rumah Sakit, 2008).

Serbuk gergaji mengandung komponen utama selulosa, lignin dan zat ekstraktif kayu. Serbuk kayu merupakan bahan berpori sehingga air mudah terserap dan mengisi pori-pori tersebut. Sifat serbuk gergaji yang higroskopik atau mudah menyerap air (Wardono, 2006).

Metode yang digunakan yaitu adsorpsi kolom kelebihan metode dinamis adalah penggunaan aliran pada proses adsorpsinya. Proses adsorpsi menunjukkan di mana molekul akan meninggalkan larutan dan

menempel pada permukaan zat adsorben akibat reaksi kimia dan fisika. Proses adsorpsi tergantung pada sifat zat padat yang mengadsorpsi, sifat antar molekul yang diserap, konsentrasi, temperatur dan lain-lain (Khairunisa, 2008)

Berdasarkan latar belakang di atas peneliti di sini ingin meneliti mengenai pemanfaatan serbuk gergaji sebagai adsorben senyawa antibiotik tetrasiklin HCl. Tujuan penelitian ini untuk mengetahui tinggi adsorben, laju alir dan keasaman pada adsorpsi senyawa antibiotik tetrasiklin HCl

BAHAN DAN METODE

Bahan

Bahan penelitian yang digunakan adalah serbuk gergaji, NaOH, larutan antibiotik tetrasiklin HCl, aquadest, silika gel, buffer pH 4 (buffer asetat), buffer pH 7 (buffer fosfat), buffer pH 10 (buffer Borak-NaOH).

Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu berupa peralatan gelas laboratorium (*pyrex*), Spektrofotometer uv-vis (Agilent Cary 60), FT-IR (Agilent Cary 630), SEM (Phenom Dekstop ProXL), pipet 10 ml, kuvet, spatel, toples, ayakan *mesh* 80, neraca analitik, blander, statif, klem, vial, kolom (*pyrex*), pH Universal, kapas, glass woll.

Metode

Perparasi Serbuk Gergaji

Serbuk gergaji dikeringkan, kemudian dihaluskan menggunakan mesin giling atau blender lalu di ayak (*mesh* 80), serbuk gergaji yang telah di ayak selanjutnya disimpan dalam toples kaca tertutup.

Aktivasi Serbuk Gergaji

Sebanyak 5 gram serbuk kayu yang telah dihaluskan kemudian direndam dalam 50 mL NaOH 1N dihomogenkan dan didiamkan selama 24 jam, lalu saring, kemudian dianalisis dengan menggunakan FTIR

dengan jangkauan bilangan 4000- 450 cm^{-1} dan menggunakan SEM .

Analisis Kuantitatif Spektrofotometer UV-Vis

Penentuan λ max Antibiotik Tetrasiklin HCl

Antibiotik tetrasiklin HCl dengan membuat larutan induk antibiotik tetrasiklin HCl 500 ppm, dengan menimbang 50 mg tetrasiklin HCl dilarutkan dalam aquadest 100 mL kemudian diukur dengan menggunakan spektrofotometer UV- Vis dengan panjang gelombang 200-800 nm.

Pembuatan Kurva Kalibrasi

Pada antibiotik tetrasiklin HCl dibuat larutan induk 500 ppm, dengan menimbang 50 mg tetrasiklin kemudian dilarutkan dengan menggunakan aquadest 100 mL kemudian dibuat deret konsentrasi 10 ppm, 15 ppm, 20 ppm, 25 ppm, dan 30 ppm kemudian diukur dengan panjang gelombang maksimal dengan rentang 0,2-0,8 lalu ditentukan dengan persamaan regresi linier $y = bx \pm a$.

Adsorpsi Antibiotik Pada Kolom

Pada kolom yang telah dirangkai menggunakan statif dan klem dimasukkan kapas, glass woll dan adsorben selulosa. Dialirkan larutan antibiotik tetrasiklin HCl melalui kolom. Dibuka keran dan filtrat dibiarkan jatuh setetes demi setetes. Pengujian dilakukan dengan beberapa variasi yaitu variasi tinggi adsorben, variasi laju alir dan variasi pH larutan. Filtrat yang diperoleh kemudian dianalisis dengan Spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang maksimum.

Variasi Tinggi Adsorben

Variasi tinggi adsorben digunakan dalam metode kolom yaitu 7, 10 dan 14 cm dimasukkan ke dalam kolom dan dialiri larutan tetrasiklin HCl. Filtrat ditampung dan dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Variasi Laju Alir

Adsorben dimasukkan ke dalam kolom sebanyak 5 gram, kemudian kondisi laju alir antibiotik tetrasiklin HCl yang dimasukkan ke dalam kolom divariasikan 0,1, 0,5 dan 1mL/menit. Biarkan filtrat menetes kemudian ditampung dan dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Variasi pH Larutan

Variasi pH yang digunakan yaitu 4, 7 dan 10, Adsorben selulosa dimasukan ke dalam kolom kemudian aliri dengan larutan antibiotik tetrasiklin HCl biarkan filtrat menetes kemudian dianalisis dengan menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Bahan penelitian yang dilakukan adalah serbuk gergaji yang diambil dari penggilingan kayu di daerah Sidamulih Pangandaran dipilih sangat baik selanjutnya dilakukan penyortiran tujuannya agar meminimalisir terbawanya serpihan kayu yang cukup besar setelah itu serbuk dicuci dengan air mengalir dan dikeringkan di bawah sinar matahari kemudian serbuk di haluskan dengan menggunakan blender lalu di ayak *mesh 80*.

Hasil pemeriksaan aktivasi serbuk gergaji yang dilakukan dengan mengambil sebanyak 5 gram serbuk gergaji yang telah dihaluskan kemudian direndam dalam 50 mL NaOH 1 N karena larutan ini dapat merusak struktur lignin pada bagian kistalin dan amorf serta memisahkan sebagian hemiselulosa yang diaktivasi selama 24 jam.

Hasil dari aktivasi berupa pengurangan berat pada sampel yang menunjukkan bahwa kandungan lignin pada serbuk gergaji telah hilang selanjutnya dilakukan pengujian NaOH, pada proses ini untuk menghilangkan lignin (delignifikasi) pada suhu 100°C. Hasil aktivasi serbuk gergaji berupa residu dan filtrat disebut dengan lindi hitam yang berwarna coklat kehitaman sesuai dengan literatur, warna coklat kehitaman dari sisa larutan disebabkan oleh adanya bahan

organik dan anorganik yang larut atau tersuspensi dalam larutan setelah proses aktivasi serbuk gergaji (Lubis, 2008).

Keberadaan lignin yang akan menghalangi proses transfer ion ke sisi aktif adsorben. Proses perendaman serbuk gergaji dengan menggunakan aktivator NaOH dapat dilihat pada Gambar 1 yang dihasilkan larutan yang berwarna hitam, hal tersebut menunjukkan bahwa lignin larut dalam larutan NaOH. Pengujian dengan menggunakan FTIR Proses aktivasi dilakukan dengan perendaman selama 24 jam dengan pelarut NaOH 1 N.



Gambar 1. Aktivasi Serbuk Gergaji Menggunakan NaOH 1 N

Pengujian dengan menggunakan FTIR Proses aktivasi dilakukan dengan perendaman selama 24 jam dengan pelarut NaOH 1 N. Dalam spektra FTIR serbuk gergaji sebelum dan sesudah diaktivasi pada Gambar 2 menunjukkan adanya gugus fungsi -OH, -CH, -CO gugus fungsi yang terlihat pada bilangan gelombang 3289; 2918; 1233 cm^{-1} , gugus yang aktif dapat mengadsorpsi antibiotik tetrasiklin HCl.

Hasil dari FTIR serbuk gergaji sebagai adsorben menunjukkan hasil setelah diaktivasi dengan menggunakan NaOH 1 N terdapat pergeseran bilangan gelombang dari 3327 cm^{-1} sedangkan sebelum diaktivasi bilangan gelombang 3289 cm^{-1} dengan menunjukkan adanya gugus hidroksil. Pergeseran serapan pita ke arah bilangan gelombang 2000 cm^{-1} terdapat gugus (C-H)

perbedaan dapat dilihat sebelum serbuk gergaji diaktivasi pada bilangan gelombang 2918 cm^{-1} dan sesudah diaktivasi menunjukkan panjang gelombang 2900 cm^{-1} yang mengandung gugus alkana.

Sebelum diaktivasi terlihat perbedaan pada panjang gelombang 1233 cm^{-1} menjadi 1318 cm^{-1} adanya gugus-CO pada daerah serapan 1318 cm^{-1} yang menunjukkan gugus ester, sedangkan pada adsorben sebelum diaktivasi pada pita serapan 1233 cm^{-1} sama menunjukkan gugus -CO ester.

Pada Gambar 2 terjadi perubahan yang signifikan antara sebelum dan sesudah diaktivasi dengan menggunakan NaOH 1 N. Hal ini dikarenakan ion OH⁻ dari NaOH akan memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin sedangkan ion Na⁺ akan berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat yang akan menghilangkan lignin dari adsorben serbuk gergaji.

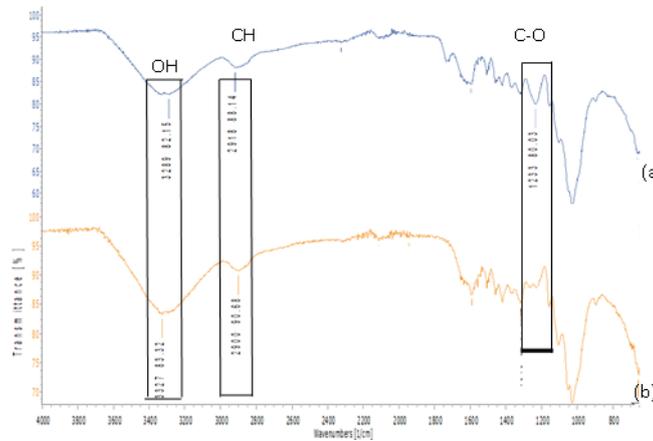
Pada Gambar 2 dapat dilihat bahwa terjadi perubahan yang signifikan antara sebelum dan sesudah diaktivasi dengan menggunakan NaOH 1 N. Hal ini dikarenakan ion OH⁻ dari NaOH akan memutuskan ikatan-ikatan dari struktur dasar lignin (Mandasari & Purnomo, 2016), sedangkan ion Na⁺ akan berikatan dengan lignin membentuk natrium fenolat yang akan menghilangkan lignin dari adsorben serbuk gergaji.

Pemeriksaan permukaan biosorben serbuk gergaji dilakukan dengan menggunakan Scanning Electron Microscope (SEM) tujuannya untuk mengetahui morfologi yang meliputi bentuk dan ukuran dari pori biosorben serbuk gergaji. Serbuk gergaji sebelum diaktivasi ditunjukkan pada Gambar 3 (a) terdapat zat pengotor di permukaan pori-pori dinding rongga serbuk gergaji yang dapat menghalangi proses adsorpsi antibiotik

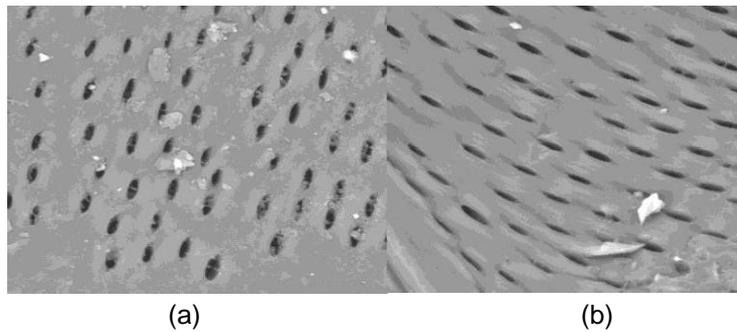
tetrasiklin HCl. Pengotor yang terdapat pada serbuk gergaji dipengaruhi oleh lingkungan sekitar, bahan bakar dari mesin penggilingan kayu, serta zat-zat organik seperti lignin, selulosa, hemiselulosa serta silika. Gambar 3 (b) Pada biosorben terlihat permukaan pori-pori semakin terbuka yang tersebar di permukaan dan dinding rongga biosorben serbuk gergaji terdapat sedikit pengotor. Apabila adsorben bersih dari pengotor maka pori-pori akan semakin banyak dan luas permukaannya akan semakin besar, jika pengotor berkurang maka NaOH 1N efektif dalam mengaktivasi serbuk gergaji dan jika adsorben bersih dari pengotor maka pori-porinya akan semakin terbuka

Pengujian konsentrasi antibiotik tetrasiklin HCl dengan menentukan panjang gelombang maksimum terlebih dahulu yang bertujuan untuk menentukan panjang gelombang pada saat senyawa akan diukur yang akan memberikan absorbansi optimum. Pada saat akan melakukan pengukuran absorbansi optimum yang memiliki sensitifitas tinggi dan liner adanya perubahan pada konsentrasi senyawa yang dihasilkan. Disebabkan karena tetrasiklin memiliki gugus kromofor dan ausokrom, kromofor yang dapat menyerap sinar UV dan sinar tampak sedangkan ausokrom gugus yang tidak dapat ditransisi sehingga dapat ditransisi oleh elektron (Gandjar & Rohman, 2007).

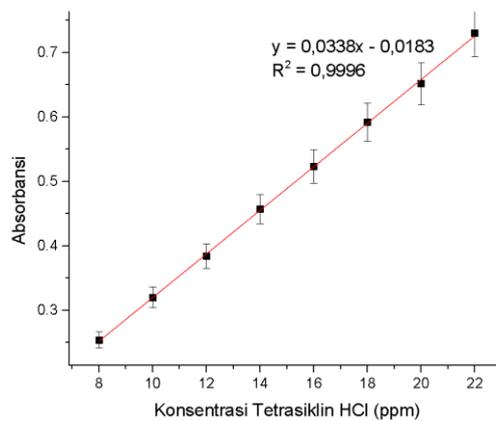
Kurva standar antibiotik tetrasiklin HCl yang didapat yaitu $y = 0,0338x + 0,0183$ dengan koefisien regresi linier $r^2 = 0,9996$ (Gambar 4).



Gambar 2. Spektra FTIR (a) Serbuk Gergaji Sebelum Diaktivasi dan (b) Serbuk Gergaji Sesudah Diaktivasi dengan NaOH 1N



Gambar 3. Hasil Karakterisasi SEM (a) serbuk Gergaji Sebelum Diaktivasi dan (b) Serbuk Gergaji Setelah Diaktivasi dengan NaOH 1 N dengan Pembesaran 5000x



Gambar 4.4 Kurva Kalibrasi Standar Tetrasielin HCl

Pada adsorpsi kolom fase gerak yang digunakan berupa pelarut atau cairan sedangkan fase diam berupa padatan bersifat sebagai adsorben dan tidak boleh larut dalam fase gerak. Fase diam yang digunakan adalah biosorben dari serbuk gergaji yang telah diaktivasi dengan menggunakan NaOH 1N.

Variasi tinggi adsorben seperti terlihat pada Tabel 1 bertujuan mengetahui pengaruh tinggi adsorben terhadap daya serap antibiotik tetrasiklin HCl dengan berbagai variasi yang tinggi yaitu: 7 cm; 10 cm; dan 14 cm.

Hasil dari tinggi adsorben diketahui adsorben dengan tinggi 14 cm memiliki daya adsorpsi yang tinggi dibandingkan dengan tinggi adsorben lain, disebabkan karena adsorben yang volumenya tinggi akan lebih banyak memiliki jumlah partikel dengan banyaknya jumlah partikel permukaan adsorben akan bertambah dan jumlah pori-pori ikut meningkat serta tinggi adsorben adalah faktor yang mempengaruhi suatu proses adsorpsi dan dengan tinggi dari adsorben maka bisa menentukan kebutuhan dari jumlah adsorben.

Tabel 1. Variasi Tinggi Adsorben

Tinggi Adsorben	Hasil % Konsentarsi
7 cm	96,9%
10 cm	98,1%
14 cm	98,3%

Variasi laju alir bertujuan untuk mengetahui pengaruh suatu laju alir larutan terhadap daya serap antibiotik tetrasiklin HCl dengan berbagai variasi laju alir. Dari data (Tabel 2) diketahui adsorben dengan laju alir 0,1 mL/540menit mempunyai daya adsorpsi tinggi dibanding dengan laju alir lain, disebabkan semakin kecil laju alir maka semakin banyak antibiotik tetrasiklin HCl yang terserap dikarenakan laju alir kecil maka waktu kontak antara larutan antibiotik tetrasiklin HCl

semakin lama sehingga antibiotik tetrasiklin HCl teradsorpsi semakin banyak.

Tabel 2. Variasi Laju Alir

Laju Alir	Hasil % Konsentrasi
0,1mL/540 menit	98,3%
0,5mL/180 menit	98%
1mL/90 menit	97,6%

Variasi keasaman pada larutan untuk mengetahui pengaruh pH larutan terhadap daya serap antibiotik tetrasiklin HCl diterapkan berbagai variasi pH larutan yaitu 4; 7; dan 10 dengan mengalirkan larutan antibiotik tetrasiklin HCl dalam kolom. Hasil % konsentrasi antibiotik tetrasiklin HCl yang terserap adalah 97,9%; 96,6%; dan 97,4%. Adsorpsi yang baik dengan tingkat keasaman yang lebih tinggi karena pada pH akan terjadi pengionan dan adsorpsi yang terjadi jika antibiotik membentuk suatu ion yang akan diikat oleh gugus aktif pada adsorben serbuk gergaji. Larutan dapar yang digunakan pada penelitian ini adalah dapar fosfat yang memiliki pKa 3 yang akan mempertahankan pH pada daerah basa.

Larutan buffer basa terjadi dari campuran suatu basa lemah dengan asam kuat di mana basa lemah dicampurkan berlebih, dan jika larutan ditambahkan suatu asam kuat, maka ion H⁺ yang berasal dari asam akan bereaksi dengan ion OH⁻. Hasil diperoleh dari konsentrasi antibiotic tetrasiklin HCl meningkat pada pH 4 dikarenakan gugus adsorben serbuk gergaji yang memiliki muatan negatif yaitu OH⁻ sehingga antibiotik teradsorpsi semakin banyak. Hasil dari konsentrasi pH 4 yaitu 89,8% sedangkan pada pH 7 dan pH 10 konsentrasi menurun, hal ini terjadi karena konsentrasi adsorben serbuk gergaji dengan antibiotik tetrasiklin HCl terjadi kesetimbangan adsorben pada kondisi pH yang mulai mengendap, jika pH meningkat dapat menyebabkan tolakan elektrostatis antara sampel negatif tetrasiklin (TCH⁻).

Pada pH netral atau cenderung basa efisiensi juga menurun disebabkan pada pH netral ion logam mengalami reaksi hidrolisis dalam larutan sehingga tidak stabil dan menyebabkan kemampuan karbon aktif untuk menyerap ion tersebut menurun, sedangkan pada kondisi basa atau pH basa ion logam dapat membentuk endapan hidroksida sehingga proses adsorpsi sulit terjadi.

Serbuk gergaji memiliki gugus fungsi seperti hemiselulosa, selulosa dan lignin yang mengandung gugus -OH yang terikat dan dapat berinteraksi dengan komponen adsorben. Dengan adanya gugus -OH pada selulosa ($C_6H_{10}O_5$)_n yang akan menyebabkan daya adsorpsi lebih kuat pada senyawa yang polar.

KESIMPULAN

Hasil biosorben serbuk gergaji yang dikeringkan pada suhu 75°C selama 4 jam dengan ukuran sebesar 80 mesh dan diaktivasi menggunakan larutan NaOH 1 N, dilakukan pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM) dan FTIR. Pada pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM). Sedangkan hasil dari FTIR tidak terjadi perubahan yang signifikan antara gugus fungsi serbuk gergaji yang sebelum dan sesudah diaktivasi. Hasil gugus yang terdapat dalam serbuk gergaji yaitu -OH, -CH, -CO, dan C-N. Untuk pengujian kinetika adsorben serbuk gergaji tinggi adsorben dalam kolom yang memiliki penyerapan terbaik adalah 14 cm dengan persen penyerapan antibiotik tetrasiklin HCl sebesar 98,3 %, sedangkan pada laju alir hasil dari kolom yang memiliki penyerapan terbaik adalah 0,1 mL/ 540menit dengan persen penyerapan antibiotik tetrasiklin HCl 98,3 % dan tingkat keasaman pada pH larutan dalam kolom yang memiliki penyerapan terbaik adalah pH 4 dengan persen penyerapan antibiotik tetrasiklin HCl 97,9 %.

DAFTAR PUSTAKA

- Gandjar, G. I., & Rohman, A. (2007). *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar.
- Keputusan Menteri Kesehatan RI tentang Standar Pelayanan Minuman Rumah Sakit, Pub. L. No. 129/Menkes/SK/II/2008 (2008).
- Khairunisa, R. (2008). *Kombinasi Teknik Elektrolisis dan teknik Adsorpsi Menggunakan karbon Aktif untuk Menurunkan Konsentrasi Senyawa Fenol Dalam Air*. Universitas Indonesia.
- Lubis, K. (2008). *Transformasi Mikropori ke Mesopori Cangkang Kelapa Sawit terhadap Nilai kalor Bakar Briket Arang cangkang Kelapa Sawit*. Universitas Sumatera Utara.
- Mandasari, I., & Purnomo, A. (2016). Penurunan Ion Besi (Fe) dan Mangan (Mn) dalam Air dengan Serbuk Gergaji Kayu Kamper. *Jurnal Teknik ITS*, 5(1), F11–F16.
- Wardono, A. (2006). *Pemanfaatan Serbuk Gergaji Kayu Jati (Tectona Grandis) Sebagai Campuran Bahan Pengisi Pada Pembuatan Bata Beton Pejalo*. Universitas Negeri Semarang.