



TESIS - TK185401

EKSTRAKSI ZAT WARNA DARI TELANG (*Clitoria ternatea* L.) DAN TARUM (*Indigofera tinctoria* L.) DENGAN MENGGUNAKAN METODE ULTRASOUND-ASSISTED EXTRACTION (UAE) DAN MICROWAVE-ASSISTED EXTRACTION (MAE)

ACHMAD QODIM SYAFAATULLAH
02211850010003

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.

Departemen Teknik Kimia
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
2020



TESIS-TK185401

EKSTRAKSI ZAT WARNA DARI TELANG (*Clitoria ternatea* L.) DAN TARUM (*Indigofera tinctoria* L.) DENGAN MENGGUNAKAN METODE ULTRASOUND-ASSISTED EXTRACTION (UAE) DAN MICROWAVE-ASSISTED EXTRACTION (MAE)

ACHMAD QODIM SYAFAATULLAH
02211850010003

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN TEKNOLOGI PROSES
DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA
FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI DAN REKAYASA SISTEM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2020

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar

Magister Teknik (M.T.)

Di

Institut Teknologi Sepuluh Nopember

Oleh:

ACHMAD QODIM SYAFAATULLAH

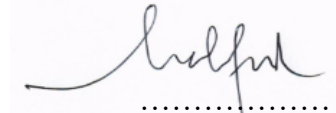
NRP: 02211850010003

Tanggal Ujian: 3 Agustus 2020

Periode Wisuda: September 2020

Disetujui Oleh:

Pembimbing:



1. Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA.
NIP: 1961 08 02 1986 01 1001

Penguji

1. Dr. Lailatul Qadariyah, S.T., M.T.
NIP: 1975 03 06 2002 12 2002
2. Prof. Dr. Ir. Ali Altway, M.Sc
NIP: 1951 08 04 1974 12 1001
3. Dr. Siti Machmudah, S.T., M.Eng.
NIP: 1973 05 12 1999 03 2001



Kepala Departemen Teknik Kimia
Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem



Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
NIP: 1975 03 06 2002 12 2002

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin, segala puji bagi Allah SWT yang dengan rahmatnya telah memberikan penulis kekuatan dan kesabaran dalam menyelesaikan laporan tesis dengan judul: **EKSTRAKSI ZAT WARNA DARI TELANG (*Clitoria ternatea* L.) DAN TARUM (*Indigofera tinctoria* L.) DENGAN MENGGUNAKAN METODE *ULTRASOUND-ASSISTED EXTRACTION* (UAE) DAN *MICROWAVE ASSISTED EXTRACTION* (MAE).**

Melalui kesempatan ini pula, penulis ingin mengucapkan terima kasih atas segala bantuan dan pertolongannya atas terselesainya laporan tesis ini kepada :

1. Orang tua penulis, Bapak Dewoso Suyadi dan Ibu Siti Khodijah yang dengan sabar dan nasihatnya sehingga memberikan semangat kepada penulis dalam menyelesaikan laporan ini.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA selaku pembimbing dan juga kepala laboratorium Proses Reaksi Kimia dan Konversi Biomassa, Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
3. Bapak Dr. Eng Widiyastuti, S.T., M.T., selaku Kepala Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
4. Rekan-rekan pascasarjana departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri dan Rekayasa Sistem, Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya
5. Keluarga besar Institut Teknologi Sepuluh Nopember serta semua pihak lain yang terlibat dalam penyusunan laporan tesis ini hingga selesai yang tidak bisa penulis sebutkan satu per satu.

Penulis merasa masih terdapat banyak kekurangan dalam penulisan laporan ini, oleh karena itu penulis mngharapkan saran dan kritik untuk kesempurnaan penelitian ini ke depannya. Terima kasih.

Surabaya, 27 Juli 2020

Penulis.

**EKSTRAKSI ZAT WARNA DARI TELANG (*Clitoria ternatea* L.) DAN
TARUM (*Indigofera tinctoria* L.) DENGAN MENGGUNAKAN METODE
ULTRASOUND-ASSISTED EXTRACTION (UAE) DAN MICROWAVE
ASSISTED EXTRACTION (MAE)**

Nama Mahasiswa : Achmad Qodim Syafaatullah
NRP : 02211850010003
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA

ABSTRAK

Permintaan zat warna semakin hari semakin meningkat. Sebagian besar proses pewarnaan menggunakan pewarna sintetis dikarenakan memiliki banyak keunggulan. Akan tetapi pewarna sintetis apabila terakumulasi berlebihan akan berdampak buruk pada kesehatan tubuh maupun ekosistem lingkungan. Salah satu alternatif untuk mengurangi resiko bahaya penggunaan pewarna sintetis adalah menggunakan zat warna alami. Bunga telang (*Clitoria ternatea* L.) dan daun tarum (*Indigofera tinctoria* L.) dapat dijadikan sumber warna alami. Bunga telang mengandung antosianin dan daun tarum mengandung indigo yang merupakan sumber warna biru alami. Metode ekstraksi digunakan adalah *Ultrasound-Assisted Extraction* dan *Microwave-assisted Extraction*. Metode ini UAE maupun MAE merupakan pengembangan metode ekstraksi yang saat ini banyak dikembangkan karena prosesnya yang efisien dan efektif serta bahan baku yang memiliki keuntungan baik dari segi kuantitas maupun kualitas.

Tujuan dari penelitian ini adalah Mempelajari proses pembuatan zat warna alami dari daun tarum dan bunga telang dengan metode UAE dan MAE, Menentukan model kinetika untuk ekstraksi daun tarum dan bunga telang dengan menggunakan metode UAE dan MAE, Mengetahui perbandingan hasil ekstrak daun tarum dan bunga telang menggunakan metode UAE dan MAE. Berdasarkan hasil penelitian ini didapatkan *yield* ekstraksi antosianin bunga telang dengan menggunakan *ultrasound-assisted extraction* adalah 7,125% pada suhu 60°C, rasio F/S 0,02, dan waktu 70 menit. Sedangkan pada ekstraksi daun tarum, didapatkan *yield* tertinggi pada metode *ultrasound-assisted extraction* sebesar 5,75% pada suhu 60°C, rasio F/S 0,02 dan waktu 50 menit dan *yield* tertinggi pada metode *microwave-assisted extraction* sebesar 4,85% pada kondisi yang

sama. Sehingga dapat disimpulkan metode UAE lebih efektif dan efisien dibandingkan MAE untuk mengekstrak zat warna indigo daun tarum. Selain itu, hasil analisa FT-IR menunjukkan ekstraksi menggunakan metode UAE menghasilkan gugus yang fungsi yang memiliki tingkat kemiripan senyawa indigo murni (64,07%) lebih tinggi dibandingkan dengan metode MAE (39,11%).

Kata Kunci: *Clitoria ternatea L., Indigofera tinctoria L., ultrasound-assisted extraction, microwave-assisted extraction, antosianin, indigo.*

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR ISI

| | |
|---|-----|
| HALAMAN JUDUL | i |
| HALAMAN PENGESAHAN..... | vii |
| KATA PENGANTAR | xi |
| ABSTRAK | iv |
| DAFTAR ISI..... | vii |
| DAFTAR GAMBAR | ix |
| DAFTAR TABEL | xi |
| BAB 1 PENDAHULUAN | iv |
| 1.1 Latar Belakang..... | 1 |
| 1.2 Rumusan Masalah | 3 |
| 1.3 Tujuan Penelitian..... | 3 |
| 1.4 Manfaat Penelitian..... | 4 |
| BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA | 5 |
| 2.1 Tarum (<i>Indigofera tinctoria</i> L.)..... | 5 |
| 2.2 Telang (<i>Clitoria ternatea</i> L.)..... | 7 |
| 2.3 Zat Warna | 7 |
| 2.4 Zat Warna Antosianin..... | 10 |
| 2.5 Zat Warna Indigo..... | 11 |
| 2.6 Metode Ekstraksi Konvensional..... | 12 |
| 2.7 Metode Ekstraksi Ultrasonik (<i>Ultrasound-assisted Extraction</i>) | 14 |
| 2.8 Metode Ekstraksi Gelombang Mikro (<i>Microwave-assisted Extraction</i>) | 17 |
| 2.9 Analisis Spektrofotometri UV-Vis | 18 |
| 2.10 Pemodelan Kinetika pada Proses Ekstraksi | 19 |
| 2.11 Analisa dengan Design Expert RSM | 21 |
| 2.12 Penelitian Sebelumnya | 22 |
| BAB 3 METODOLOGI PENELITIAN..... | 27 |
| 3.1 Garis Besar Penelitian | 27 |
| 3.2 Bahan dan Alat | 27 |
| 3.3 Prosedur Penelitian..... | 29 |
| 3.4 Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian | 36 |
| 3.5 Pemodelan Matematika | 38 |

| | |
|---|----|
| BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN..... | 41 |
| 4.1 <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> | 41 |
| 4.2 <i>Microwave-assisted Extraction</i> | 42 |
| 4.3 Parameter yang Berpengaruh pada Ekstraksi Zat Warna Bunga Telang dengan Metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> | 43 |
| 4.4 Parameter yang Berpengaruh pada Ekstraksi Zat Warna Daun Tarum dengan Metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> dan <i>Microwave-assisted Extraction</i> | 47 |
| 4.5 kebutuhan Daya pada Ekstraksi Zat Warna Daun Tarum dengan Metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> dan <i>Microwave-assisted Extraction</i> | 57 |
| 4.6 Pemodelan Kinetika pada Ekstraksi Zat Warna dari Bunga Telang dan Daun Tarum dengan Metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> dan <i>Microwave-assisted Extraction</i> | 60 |
| 4.7 Optimasi pada Ekstraksi Zat Warna Indigo Daun Tarum menggunakan Metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> dan <i>Microwave-assisted Extraction</i> | 69 |
| 4.8 Analisa Indigo pada Ekstrak Tarum (<i>Indigofera tinctoria</i> L.)..... | 81 |
| BAB 5 KESIMPULAN | 85 |
| DAFTAR PUSTAKA | 87 |
| LAMPIRAN | 93 |
| APPENDIKS A CONTOH PERHITUNGAN | |
| APPENDIKS B HASIL ANALISA FT-IR | |

DAFTAR GAMBAR

| | |
|---|----|
| Gambar 2.1 Struktur Zat Warna Indigo | 6 |
| Gambar 2.2 Daun Tarum | 6 |
| Gambar 2.3 Bunga Telang (<i>Clitoria ternatea</i> L.)..... | 7 |
| Gambar 2.4 Struktur Antosianin | 11 |
| Gambar 2.5 Proses Pengambilan Indigo..... | 12 |
| Gambar 3.1 Skema Alat Metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> | 28 |
| Gambar 3.2 Skema Alat Metode <i>Microwave-assisted Extraction</i> | 29 |
| Gambar 4.1 Pengaruh Lama Waktu Ekstraksi terhadap Yield Antosianin metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02 | 44 |
| Gambar 4.2 Pengaruh Suhu terhadap Yield Antosianin metode <i>Ultrasound-assisted Extracion</i> pada rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit..... | 45 |
| Gambar 4.3 Pengaruh Rasio Bahan dengan Pelarut terhadap Yield Antosianin metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> pada suhu 60°C dan waktu 70 menit... | 46 |
| Gambar 4.4. Pengaruh Lama Waktu terhadap Yield Indigo metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02 | 48 |
| Gambar 4.5 Pengaruh Lama Waktu terhadap Yield Indigo metode <i>Microwave-assisted Extraction</i> pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02 | 49 |
| Gambar 4.6 Pengaruh Suhu Ekstraksi metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> terhadap Yield Indigo pada rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit..... | 51 |
| Gambar 4.7 Pengaruh Suhu Ekstraksi terhadap Yield Indigo metode <i>Microwave-assisted Extraction</i> pada rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit | 52 |
| Gambar 4.8 Pengaruh Rasio F/S (g/mL) terhadap <i>Yield</i> Indigo metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02 | 53 |
| Gambar 4.9 Pengaruh Rasio F/S (g/mL) terhadap <i>Yield</i> Indigo metode <i>Microwave-assisted Extraction</i> pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02..... | 54 |
| Gambar 4.10 Pengaruh Rasio CaO dengan Bahan terhadap Yield Indigo metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> pada suhu 60oC, rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit | 56 |
| Gambar 4.11 Pengaruh Rasio CaO dengan Bahan terhadap Yield Indigo metode <i>Microwave-assisted Extraction</i> pada suhu 60°C, rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit | 56 |
| Gambar 4.12 Profil Suhu <i>Micowave</i> dengan berbagai Daya | 57 |
| Gambar 4.13 Pengaruh Daya terhadap Yield Indigo metode <i>Microwave-assisted Extraction</i> pada suhu 60°C, rasio F/S 0,02 dan waktu 20 menit | 59 |

| | |
|---|----|
| Gambar 4.14 Kebutuhan Energi pada metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> dan <i>Microwave-assisted extraction</i> dengan waktu 30 menit..... | 59 |
| Gambar 4.15 Kinetika ekstraksi pada ekstraksi zat warna biru antosianin bunga telang dengan metode <i>ultrasound-assisted extraction</i> (rasio F/S 0,02 g/mL, suhu 60°C, dan frekuensi 40 Hz): (a) Model orde satu; (b) Model orde dua dan (c) Perbandingan antara model kinetika ekstraksi | 62 |
| Gambar 4.16 Kinetika ekstraksi pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum dengan metode <i>ultrasound-assisted extraction</i> (rasio F/S 0,02 g/mL, suhu 60°C, dan frekuensi 40 Hz): (a) Model orde satu; (b) Model orde dua dan (c) Perbandingan antara model kinetika ekstraksi | 65 |
| Gambar 4.17 Kinetika ekstraksi pada ekstraksi zat warna biru daun tarum dengan metode <i>microwave-assisted extraction</i> (rasio F/S 0,02 g/mL, suhu 60°C, dan daya 150 W): (a) Model orde satu; (b) Model orde dua dan (c) Perbandingan antara model kinetika ekstraksi | 66 |
| Gambar 4.18 Plot kontur 2D dan 3D yang menunjukkan pengaruh dari suhu (a), rasio F/S (b), pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode <i>ultrasound-assisted extraction</i> dengan <i>box-behnken design</i> (BBD) | 74 |
| Gambar 4.19 Plot kontur 2D dan 3D yang menunjukkan pengaruh dari suhu (a), rasio F/S (b), dan waktu ekstraksi (c) pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode <i>microwave-assisted extraction</i> dengan <i>box-behnken design</i> (BBD) | 81 |
| Gambar 4.20. Grafik FTIR zat warna <i>indigo</i> (98%) dan indirubin (97,5%)..... | 82 |
| Gambar 4.21. Grafik FTIR zat warna <i>indigo</i> dari <i>Indigofera tinctoria</i> L. menggunakan <i>ultrasound-assisted extraction</i> dan <i>microwave-assisted extraction</i> | 83 |

DAFTAR TABEL

| | |
|---|----|
| Tabel 2.1 Gugus dan Struktur Kromofor | 8 |
| Tabel 2.2 Sifat - sifat Senyawa Aktif pada Pewarna Alami | 9 |
| Tabel 4.1 Pengaruh berbagai daya terhadap laju pemanasan | 58 |
| Tabel 4.2 Linierisasi model kinetika orde satu dan orde dua dari ekstraksi antosianin bunga telang dengan metode <i>ultrasound-assisted extraction</i> | 63 |
| Tabel 4.3 Linierisasi model kinetika orde satu dan orde dua dari ekstraksi zat warna indigo dengan metode <i>ultrasound-assisted extraction</i> dan <i>microwave-assisted extraction</i> | 67 |
| Tabel 4.4 Faktor pada desain eksperimen pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode <i>ultrasound-assisted extraction</i> dengan <i>box-behnken design</i> (BBD) | 69 |
| Tabel 4.5 Hasil dan desain eksperimen pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode <i>ultrasound-assisted extraction</i> dengan <i>box-behnken design</i> (BBD) | 70 |
| Tabel 4.6 Analisis varian (ANOVA) untuk hasil respon dari <i>quadratic</i> model untuk mengidentifikasi faktor-faktor signifikan | 70 |
| Tabel 4.7 <i>Summary</i> dan <i>fitting statistics</i> dari ANOVA | 72 |
| Tabel 4.8 Faktor pada desain eksperimen pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode <i>microwave-assisted extraction</i> dengan <i>box-behnken design</i> (BBD) | 75 |
| Tabel 4.9 Hasil dan desain eksperimen pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode <i>microwave-assisted extraction</i> dengan <i>box-behnken design</i> (BBD) | 76 |
| Tabel 4.10 Analisis varian (ANOVA) untuk hasil respon dari <i>quadratic</i> model untuk mengidentifikasi faktor-faktor signifikan | 76 |
| Tabel 4.11 <i>Summary</i> dan <i>fitting statistics</i> dari ANOVA | 77 |
| Tabel 4.12 Gugus fungsi FTIR zat warna <i>indigo</i> dari <i>Indigofera tinctoria</i> L. ... | 83 |
| Tabel 4.13 Korelasi Kemiripan Ekstrak Zat Warna Indigo Daun Tarum dengan metode <i>Ultrasound-assisted Extraction</i> | 83 |
| Tabel 4.14 Korelasi Kemiripan Ekstrak Zat Warna Indigo Daun Tarum dengan metode <i>Microwave-assisted Extraction</i> | 84 |

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Perkembangan industri semakin hari semakin meningkat, baik di bidang sandang, pangan, kosmetik, farmasi, maupun warna. Hampir sebagian besar permintaan konsumen terhadap warna semakin meningkat, baik pada permintaan pewarnaan pada makanan maupun pakaian. Hal ini, mengakibatkan penggunaan konsumen akan warna sintetis meningkat pula. Keunggulan dari pewarna sintetis yaitu variasi warna beraneka ragam, ketersediaan warna lebih terjamin, praktis, lebih mudah, lebih murah digunakan serta ekonomis. Disamping itu, pewarna sintetis lebih stabil, lebih tahan terhadap berbagai kondisi lingkungan, daya mewarnai lebih kuat dan memiliki rentang warna yang lebih luas serta tidak mudah luntur dan berwarna cerah (Pujilestari, 2017).

Penggunaan pewarna sintetis sebagai pewarna makanan atau minuman dapat berdampak negatif karena kandungan logam berat yang berada dalam pewarna sintetis tidak dapat dihancurkan dalam sistem pencernaan manusia dan akan terakumulasi di dalam tubuh. Oleh karenanya, penggunaan zat pewarna makanan alami khususnya untuk makanan sangat perlu dianjurkan karena lebih aman dari segi kesehatan (Leong *et al.*, 2017).

Sedangkan pada penggunaan pewarna sintetis pada industri tekstil atau pakaian menghasilkan limbah yang berdampak ke lingkungan. Limbah zat warna ini umumnya merupakan senyawa organik *non-bioregradable* yang dapat menyebabkan pencemaran lingkungan terutama lingkungan perairan. Senyawa zat warna di lingkungan perairan dapat mengalami dekomposisi secara alami oleh adanya cahaya matahari, namun reaksi ini berlangsung relatif lambat, karena intensitas cahaya UV yang sampai ke permukaan bumi relatif rendah sehingga akumulasi zat warna ke dasar perairan atau tanah lebih cepat daripada fotodegradasinya. Limbah tersebut dapat menaikkan kandungan organik seperti COD, BOD, TSS, dan pH. Jika hal ini

melampaui ambang batas yang diperbolehkan, maka gejala yang paling mudah diketahui adalah matinya organisme perairan (Tayade and Adivarekar, 2014).

Oleh karena itu, salah satu alternatif yang dilakukan adalah mengganti pewarna sintetis dengan pewarna alami. Telang dan tarum adalah beberapa contoh tanaman yang dapat diambil manfaatnya sebagai pewarna alami. Telang adalah tanaman yang termasuk famili Fabacea, ordo Fabales, Kelas Mangnoliopsida, Genus Clitoria L., dan spesies Clitoria ternatea (Budiasih, 2017). Telang secara luas tumbuh di area tropis termasuk Asia Tenggara. Bunganya ada yang putih, biru, merah atau ungu. Tanaman telang ini termasuk tanaman pagar yang merambat. Bunganya muncul sendiri atau berdua, besar dan mencolok. Dari bunganya terdapat zat warna antosianin yang dapat diekstrak sebagai pewarna alami. Sedangkan tarum adalah tanaman yang dimanfaatkan secara luas sebagai sumber pewarna biru. Jenis ini sebagai tanaman penutup tanah dan sebagai pupuk hijau, khususnya diperkebunan teh, kopi dan karet. Daunnya digunakan dalam pengobatan tradisional untuk menyembuhkan penyakit ayatan dan gangguan syaraf, untuk luka dan borok (Gowri, 2013; Wahyuningsih, Wulandari, Wartono, Munawaroh, & Ramelan, 2017). Dari daunnya juga, mengandung zat glukosa indikan yang dapat menjadi zat warna indigo.

Proses ekstraksi zat warna dari daun tarum dan bunga telang yang digunakan masih tergolong konvensional. Karena pada proses ini membutuhkan waktu ekstraksi yang lama, dan pelarut yang banyak. Yield yang dihasilkan dari ekstraksi pewarna alami sangat rendah dibandingkan dengan dari ekstraksi pewarna sintesis. Dari penelitian terdahulu, ekstraksi zat warna alami dari *curcuminoid* menggunakan metode Ultrasonic Assisted Extraction memberikan hasil ekstraksi tiga kali lebih banyak daripada metode ekstraksi konvensional. (Rouhani S, Alizadeh N, Salimish, 2009). Penelitian lain yang menggunakan metode Ultrasonic Assisted Extraction menyatakan bahwa ekstraksi senyawa pada tanaman dan bunga dengan metode Ultrasonic Assisted Extraction mampu melakukan ekstraksi 18 kali lebih cepat dibandingkan dengan metode *steam distillation* dan 2,5 kali lebih cepat dibandingkan dengan metode *superheated water extraction* (SWE). (Gutierrez, Roldan, Ruiz Jimenez J, 2008). Hal

ini menunjukkan bahwa ekstraksi menggunakan metode Ultrasonic Assisted Extraction dapat menghemat energi, waktu dan biaya.

Untuk mempersingkat waktu dan memperkecil pelarut yang dibutuhkan serta menghasilkan yield yang maksimum dari ekstraksi zat warna biru pada daun tarum dan bunga telang, digunakan metode ultrasonik assisted extraction dan microwave assisted extraction. Pada penelitian ini, akan dibandingkan metode antara metode ultrasonik Assisted Extraction dengan metode maserasi yang telah umum dilakukan. Dari metode ultrasonik dan metode maserasi ini akan didapat kondisi optimum untuk menghasilkan yield maksimum .

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana proses ekstraksi zat warna alami dari daun tarum (*Indigofera tinctoria* L.) dan bunga telang (*Clitoria ternatea* L.) dengan metode *Ultrasound-Assisted Extraction* (UAE) dan *Microwave-Assisted Extraction* (MAE)?
2. Apa saja kondisi operasi ekstraksi baik dengan metode UAE maupun MAE?
3. Bagaimana model kinetika untuk ekstraksi daun tarum (*Indigofera tinctorial* L.) dan bunga telang (*Clitoria ternatea* L.) dengan menggunakan metode UAE dan MAE?
4. Bagaimana perbandingan hasil ekstrak daun tarum dan bunga telang menggunakan metode UAE dan MAE?

1.3 Tujuan Penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk:

1. Mempelajari proses pembuatan zat warna alami dari daun tarum (*Indigofera tinctoria* L.) dan bunga telang (*Clitoria ternatea* L.) dengan metode *Ultrasound-Assisted Extraction* (UAE) dan *Microwave-Assisted Extraction* (MAE).

2. Menentukan kondisi operasi yang terbaik baik dengan menggunakan ekstraksi UAE maupun MAE.
3. Menentukan model kinetika untuk ekstraksi daun tarum (*Indigofera tinctorial* L.) dan bunga telang (*Clitoria ternatea* L.) dengan menggunakan metode UAE dan MAE.
4. Mengetahui perbandingan hasil ekstrak daun tarum dan bunga telang menggunakan metode UAE dan MAE

1.4 Manfaat Penelitian

Dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat, antara lain:

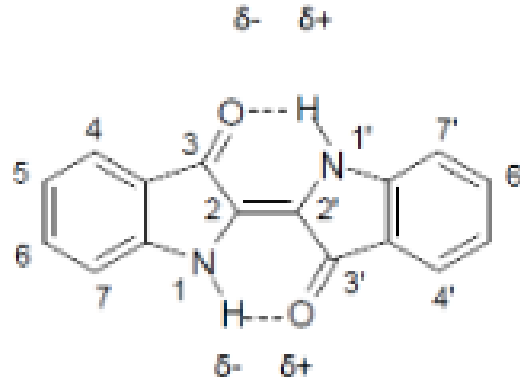
1. Memberikan informasi mengenai proses ekstraksi daun tarum (*Indigofera tinctorial* L.) dan bunga telang (*Clitoria ternatea* L.) dengan metode UAE dan MAE yang tepat dan efektif dalam mendapatkan yield yang optimal.
2. Sebagai bahan referensi untuk penelitian lain yang tertarik dengan pengembangan metode ekstraksi zat warna dari daun tarum dan bunga telang.
3. Hasil penelitian ini dapat dijadikan referensi untuk pengembangan skala industri untuk ekstraksi zat warna alami di Indonesia.

BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Tarum (*Indigofera tinctoria* L.)

Tumbuhan ini dikenal dengan nama: Tom jawa, tarum alus, tarum kayu (Indonesia), indigo (Inggris), nila, tarum (Malaysia), tagung-tagung, taiom, taiung (Filipina). Merupakan tumbuhan asli Afrika Timur dan Afrika bagian Selatan serta telah diperkenalkan ke Laos, Vietnam, Filipina dan Indonesia (Sumatera, Jawa, Sumba dan Flores) (Adalina Y, 2010; Chanayath, Lhieochaiphant, & Phutrakul, 2002). Pigmen warna yang ditimbulkannya dikelompokkan ke dalam pewarna lemak karena ditimbulkan kembali pada serat melalui proses redoks, pewarna ini seringkali memperlihatkan kekekalan yang istimewa terhadap cahaya dan pencucian. Jenis-jenis indigofera dimanfaatkan secara luas sebagai sumber pewarna biru. Jenis ini sebagai tanaman penutup tanah dan sebagai pupuk hijau, khususnya diperkebunan teh, kopi dan karet. Daunnya digunakan dalam pengobatan tradisional untuk menyembuhkan penyakit ayan dan gangguan syaraf, untuk luka dan borok (Gowri, 2013; Wahyuningsih, Wulandari, Wartono, Munawaroh, & Ramelan, 2017). Budidaya dan perdagangan internasional secara besar-besaran dimulai dalam abad 16 di India dan Asia Tenggara. Di Indonesia indigofera masih dibudidayakan di beberapa desa Pantai Utara Jawa dan diseluruh wilayah Indonesia Bagian Timur yang digunakan untuk mewarnai kain tradisional dan kain untuk keperluan upacara adat (Chanayath et al., 2002). Tanaman indigofera mengandung glukosida indikan. Setelah tanaman ini direndam di dalam air, proses hidrolisis oleh enzim akan mengubah indikan menjadi indoksil (tarum putih) dan glukosa. Indoksil dapat dioksidasi menjadi tarum biru. Kandungan daun *Indigofera arecta* terdiri dari: N 4,46 %, P₂O₅ 0,02%, K₂O 1,95%, CaO 4,48 % menurut bobot kering (Adalina Y, 2010).



Gambar 2.1 Struktur Zat Warna Indigo



Gambar 2.2 Daun Tarum

Tanaman indigofera termasuk perdu kecil dengan percabangan tegak atau memencar, tertutup indumentum yang berupa bulu-bulu bercabang dua. Daunnya berseling, bersirip ganjil kadang-kadang beranak daun tiga atau tunggal. Bunganya tersusun dalam suatu tandan di ketiak daun, bertangkai, daun kelopaknya berbentuk genta bergerigi lima, daun mahkotanya berbentuk kupu-kupu. Buah bertipe polong, berbentuk pita, lurus atau bengkok, berisi 1-20 biji. Semainya dengan perkecambahan epigeal, kepingbijinya tebal, cepat rontok. Dapat tumbuh hingga 1,650 meter di atas permukaan laut (dpl) dan tumbuh subur di tanah gembur yang kaya akan bahan organik. Sebagai tanaman penghasil pewarna ditanam di dataran tinggi dan sebagai tanaman sekunder di tanah sawah, lahan berdrainase cukup baik. Sebagai tanaman penutup tanah dapat ditanam di kebun dengan sedikit naungan atau tanpa naungan. Menyukai iklim panas dan lembab dengan curah hujan tidak kurang dari 1.750 mm/th (Adalina Y, 2010).

2.2. Telang (*Clitoria ternatea* L.)

Telang termasuk famili Fabacea, ordo Fabales, Kelas Mangnoliopsida, Genus *Clitoria* L., dan spesies *Clitoria ternatea* (Budiasih, 2017). Telang secara luas tumbuh di area tropis termasuk Asia Tenggara. Bunganya ada yang putih, biru, merah atau ungu. Tanaman telang ini termasuk tanaman pagar yang merambat. Daunnya berbentuk elips hingga bulat, yang ukuran 6,5 x 4 cm. Bunganya muncul sendiri atau berdua, besar dan mencolok. Secara tradisional, akarnya digunakan untuk pengobatan asma, sakit tenggorokan, dan penyakit kulit. Akar yang diberikan madu dan ghee sebagai tonik yang umum untuk anak-anak untuk meningkatkan kemampuan mental. Akar juga digunakan untuk epilepsi. Biji dan daun secara luas digunakan tonik otak dan untuk meningkatkan memori dan intelijen. Bunga digunakan sebagai penangkal untuk gigitan ular. Bijinya digunakan untuk sendi yang bengkak, sedangkan biji halus dicampur dengan air panas atau dingin dapat digunakan untuk masalah urin (Al-Snafi, 2016; Budiasih, 2017; R. & M.S., 2018).



Gambar 2.3 Bunga Telang (*Clitoria ternatea* L.)

2.3. Zat Warna

Zat warna merupakan suatu bahan kimia yang memberikan warna (Scwartz,1996). Proses pembuatan zat warna sintetik ini biasanya melalui perlakuan pemberian asam sulfat atau asam nitrat yang seringkali terkontaminasi oleh arsen atau

logam berat lain yang bersifat racun sehingga berbahaya untuk kesehatan dan lingkungan (Winarno, 1984). Zat warna memiliki bermacam-macam klasifikasi seperti klasifikasi zat warna berdasarkan sumber diperolehnya, bentuk kimia, dan cara pemakaiannya. Klasifikasi zat warna berdasarkan sumber diperolehnya terdiri dari:

1. Zat warna alam adalah zat warna yang dibuat dengan menggunakan tumbuh-tumbuhan, binatang, dan mineral.
2. Zat warna buatan (sintetik) adalah zat warna yang dibuat dari hasil penyulingan residu dan minyak bumi.

Molekul zat warna merupakan gabungan dari zat organik tidak jenuh dengan kromofor sebagai pembawa warna dan aoksokrom sebagai pengikat warna dengan serat. Gugus kromofor merupakan suatu bagian dari molekul yang dapat menyerap panjang gelombang tertentu dari cahaya tampak dan merefleksikan warna tertentu. Umumnya gugus kromofor mengandung atom nitrogen, oksigen, atau sulfur. Ketiga atom tersebut dapat membentuk *single bond* atau *double bond*. Beberapa nama gugus kromofor dan struktur kimia yang berperan dalam penyerapan cahaya dapat dilihat pada Tabel 2.1.

Tabel 2.1 Gugus dan Struktur Kromofor

| Group | Struktur |
|-----------------------|------------------|
| Karbonil | >C=O |
| Azo | -N=N- |
| Nitroso | -N=O |
| Nitro | -NO ₂ |
| <i>Thio</i> -karbonil | -C=S |
| <i>Azomethine</i> | -N=C< |

Gugus aoksokrom merupakan suatu gugus fungsional bersifat jenuh yang jika terikat pada suatu gugus kromofor maka akan menyebabkan timbulnya pergeseran puncak serapan gugus kromofor tersebut ke panjang gelombang yang lebih besar dan juga mempertinggi intensitasnya. Gugus aoksokrom yang tidak terikat dengan

kromofor tidak dapat memberikan warna. Gugus auksokrom terdiri dari dua golongan (Taqim, 2010), yaitu :

- Golongan ion positif (kation): $-\text{NH}_2$, $-\text{NHR}$, $-\text{NR}_2$
- Golongan ion negative (anion): $-\text{OH}$, $-\text{COOH}$, $-\text{SO}_2\text{OH}$

Pada umumnya pewarna alami rentan terhadap pH, sinar matahari dan suhu tinggi serta umumnya bersifat higroskopis. Zat warna alam untuk bahan tekstil maupun untuk pewarna makanan dan minuman pada umumnya diperoleh dari hasil ekstrak berbagai bagian tumbuhan. Tumbuhan-tumbuhan yang dapat dimanfaatkan sebagai pewarna diantaranya adalah daun pohon nila (*Indigofera*), bunga telang (*Clitoria ternatea L.*), kulit pohon soga tingi (*Ceriops candolleana arn*), kayu tegeran (*Cudraina javanensis*), kunyit (*Curcuma*), teh (*Tea*), akar mengkudu (*Morinda citrifelia*). (Cahyani & Novidayasa, 2016)

Umumnya zat warna alam terbentuk dari kombinasi tiga unsur, yaitu karbon, hidrogen dan oksigen. Tetapi, ada beberapa zat warna yang mengandung unsur lain seperti nitrogen pada indigotin dan magnesium pada klorofil (Azmi & Nurandria, 2017). Beberapa kandungan senyawa aktif pada pewarna alami terdapat pada table II.2.

Tabel 2.2 Sifat - sifat Senyawa Aktif pada Pewarna Alami

| Golongan | Jumlah Pigmen | Warna | Sumber senyawa | Larut Dalam | Kestabilan |
|-----------------|----------------------|----------------------|-----------------------|--------------------|----------------------------|
| Antosianin | 120 | Oranye, merah | Tanaman | Air | Peka terhadap pH dan panas |
| Flavonoid | 600 | Tak berwarna, kuning | Tanaman | Air | Agak tahan panas |
| Beta Antosianin | 20 | Tak berwarna | Tanaman | Air | Tahan panas |
| Tanin | 20 | Tak berwarna, kuning | Tanaman | Air | Tahan panas |

| | | | | | |
|------------|-----|---------------------|-------------------------|------------|-----------------|
| Betalain | 70 | Kuning, merah | Tanaman | Air | Peka pada panas |
| Kuinon | 200 | Kuning sampai hitam | Tanaman, bakteri, algae | Air | Tahan panas |
| Xanton | 20 | Kuning | Tanaman | Air | Tahan panas |
| Karotenoid | 300 | Tak berwarna | Tanaman | Lemak | Tahan panas |
| Khlorofil | 25 | Hijau, coklat | Tanaman | Air, lemak | Peka pada panas |

(Clydesdale FM, Francis FJ, 1979)

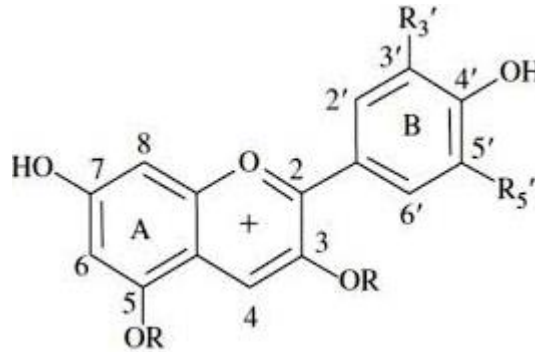
2.4. Zat Warna Antosianin

Antosianin merupakan sub-tipe senyawa dari keluarga flavonoid, dan merupakan anggota kelompok senyawa yang lebih besar yaitu polifenol. Beberapa senyawa antosianin yang umum ditemukan adalah *pelargonidin*, *peonidin*, *sianidin*, *malvidin*, *petunidin*, dan *delfinidin*. Antosianin sendiri banyak digunakan sebagai pewarna alami makanan.

Secara kimia, semua antosianin merupakan turunan suatu struktur aromatik tunggal, sianidin. Pembentukan pigmen sianidin ini dengan penambahan atau pengurangan gugus hidroksil atau dengan metilasi atau glikosilasi. Antosianidin adalah aglikon antosianin yang terbentuk bila antosianin dihidrolisis dengan asam. Antosianidin yang paling umum adalah sianidin yang berwarna merah lembayung, jingga yang disebabkan oleh pelargonidin yang gugus hidroksilnya kurang satu dibandingkan sianidin. Sedangkan warna merah senduduk, dan biru umumnya disebabkan oleh delfinidin yang gugus hidroksilnya lebih satu dibandingkan sianidin (Sulistiawati & Swastika, 2017).

Antosianin dapat terdegradasi selama proses ekstraksi, pengolahan makanan, dan penyimpanan. Faktor-faktor yang mempengaruhi stabilitas antosianin adalah modifikasi struktur spesifik antosianin (glikosilasi, asilasi dengan asam alifatik atau

aromatik), pH, temperature, cahaya, keberadaan ion logam, oksigen, kadar gula, enzim, dan pengaruh sulfur dioksida.

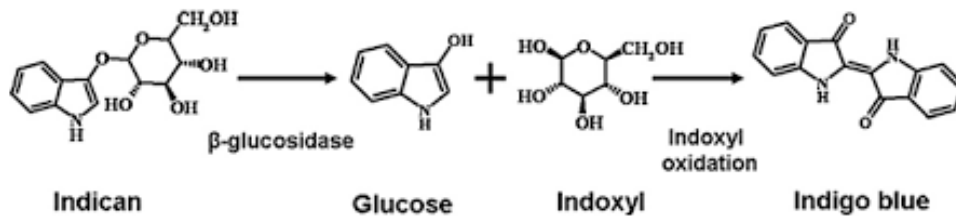


Gambar 2.4. Struktur Antosianin

Antosianin di dalam larutan mempunyai lima bentuk kesetimbangan yang tergantung pada kondisi pH, diantaranya adalah kation flavilium, basa karbinol, kalkon, basa quinoidal, dan quinoidal anionik. Pada pH yang sangat asam, bentuk paling dominan antosianin adalah kation flavilium di mana bentuk ini paling stabil dan berwarna merah. Sedangkan pada pH tinggi, senyawa antosianin paling dominan yang terbentuk adalah basa quinodal yang berwarna biru (Utama & Pratomo, 2014).

2.5. Zat Warna Indigo

Indigo merupakan kelompok senyawa karbonil, adalah salah satu zat pewarna tertua yang dikenal dalam hal zat pewarna alami. Merupakan derivat (turunan) dan kelompok senyawa organik glukosida yang tidak berwarna dari bentuk "enol"nya dari suatu indoksil, misalnya indikan. Tanaman nila (*indigofera*) mengandung glukosida indikan. Setelah tanaman ini direndam di dalam air terjadi proses hidrolisis oleh enzim, menurut Hassan Shadily dan Prof. Mr. Ag. Pringgodigdo dalam bukunya disebutkan bahwa glukosida indikan juga dapat dihidrolisis dengan asam encer, dalam bukunya yang berjudul pengantar kimia buku panduan mahasiswa kedokteran Darmin Sumardjo menyebutkan asam yang digunakan untuk menghidrolisis gugus glikosida adalah asam mineral, yang akan mengubah indikan menjadi indoksil (tarum) dan glukosa. Indoksil dapat dioksidasi menjadi indigo dengan warna biru (Adalina Y, 2010; Sumarlan, S. H., Susilo, B., Mustofa, A., & Mu'nim, 2018)



Gambar 2.5 Proses Pengambilan Indigo

(Kim, Lee, Shin, & Kim, 2009)

2.6. Metode Ekstraksi Konvensional

Ekstraksi adalah suatu metode operasi yang digunakan dalam proses pemisahan suatu komponen dari campurannya dengan menggunakan sejumlah massa bahan (solven) sebagai tenaga pemisah. Apabila komponen yang akan dipisahkan (solute) berada dalam fase padat, maka proses tersebut dinamakan pelindihan atau leaching. Proses pemisahan dengan cara ekstraksi terdiri dari tiga langkah dasar:

1. Proses penyampuran sejumlah massa bahan ke dalam larutan yang akan dipisahkan komponen – komponennya.
2. Proses pembentukan fase setimbang.
3. Proses pemisahan kedua fase setimbang.

Di bidang industri, ekstraksi sangat luas penggunaannya terutama jika larutan yang akan dipisahkan terdiri dari komponen – komponen :

1. Mempunyai sifat penguapan relatif yang rendah.
2. Mempunyai titik didih yang berdekatan.
3. Sensitif terhadap panas.
4. Merupakan campuran azeotrop.

Beberapa jenis metode konvensional diantaranya:

1. Maserasi

Maserasi merupakan cara penyarian sederhana yang dilakukan dengan cara merendam simplisia dalam cairan penyari selama beberapa hari pada temperature kamar dan terlindung dari cahaya. Metode maserasi digunakan untuk menyari simplisia yang

mengandung komponen kimia yang mudah larut dalam cairan penyari, tidak mengandung benzoin, tiraks dan lilin. Keuntungan dari metode ini adalah peralatannya sederhana. Sedangkan kerugiannya antara lain waktu yang diperlukan untuk mengekstraksi sampel cukup lama, cairan penyari yang digunakan lebih banyak, tidak dapat digunakan untuk bahan-bahan yang mempunyai tekstur keras seperti benzoin, tiraks, dan lilin.

2. Perkolasi

Perkolasi adalah cara penyarian dengan mengalirkan penyari melalui simplisia yang telah dibasahi. Keuntungan metode ini adalah tidak memerlukan langkah tambahan yaitu sampel padat telah terpisah dari ekstrak. Kerugiannya adalah kontak antara sampel padat tidak merata atau terbatas dibandingkan dengan metode refluks, dan pelarut menjadi dingin selama proses perkolasi sehingga tidak melarutkan komponen secara efisien.

3. Soxhletasi

Soxhletasi merupakan penyarian simplisia secara berkesinambungan, cairan penyari dipanaskan sehingga menguap, lalu uap cairan penyari terkondensasi menjadi molekul-molekul air oleh condenser dan turun menyari simplisia dalam klongsong dan selanjutnya masuk kembali ke dalam labu alas bulat setelah melewati pipa sifon.

Keuntungan metode ini adalah dapat digunakan untuk sampel dengan struktur yang lunak dan tidak tahan terhadap pemanasan secara langsung. Sedangkan kerugian metode ini adalah ekstrak yang terkumpul pada wadah di bawah dan terus-menerus dipanaskan sehingga dapat menyebabkan reaksi penguraian oleh panas.

4. Refluks

Metode ini adalah metode untuk mengekstraksi sampel-sampel yang mempunyai tekstur kasar dan tahan terhadap pemanasan langsung. Tetapi, metode ini membutuhkan volume total pelarut yang besar dan sejumlah manipulasi dari operator.

5. Destilasi uap

Metode ini adalah metode yang populer untuk ekstraksi minyak-minyak esensial dari sampel tanaman. Metode ini untuk menyari simplisia yang mengandung minyak

esensial atau mengandung komponen kimia yang mempunyai titik didih tinggi pada tekanan udara yang mempunyai titik didih tinggi pada tekanan udara normal (Utama & Pratomo, 2014)

2.7. Metode Ekstraksi Ultrasonik (*Ultrasound-Assisted Extraction*)

Gelombang ultrasonik merupakan gelombang yang memiliki kisaran frekuensi antara 18 kHz hingga 100 MHz. Berdasarkan kisaran frekuensi yang lebar, maka gelombang ultrasonik dapat dikelompokkan menjadi 2 tipe sesuai dengan kegunaannya (Mason & Lorimer, 2004), yaitu :

1. Power Ultrasound

Gelombang ultrasonik dengan frekuensi 20 kHz hingga 100 kHz yang dapat digunakan untuk *clearing plastic welding sonochemistry*.

2. Diagnostic ultrasound

Gelombang ultrasonik dengan frekuensi 1 MHz hingga 100 MHz yang dapat digunakan dalam bidang kesehatan (*medical diagnosis*) atau analisis kimia.

Perbedaan frekuensi pada tipe gelombang ultrasonik menunjukkan besarnya transmisi energi pada suatu medium yang dapat menimbulkan fenomena kavitasi. Gelombang ultrasonik merupakan sumber potensial untuk meningkatkan reaksi kimia. Beberapa proses kimia ataupun proses industri bergantung pada gelombang ultrasonik antara lain proses *cleaning*, emulsifikasi, ekstraksi, peningkatan reaksi kimia, kristalisasi, oksidasi, dan lain-lain (Mason & Lorimer, 2004).

Pada proses ekstraksi, gelombang ultrasonik dapat memicu timbulnya kavitasi pelarut. Fenomena kavitasi (*cavitation*) merupakan proses terbentuknya gelembung-gelembung mikro dalam suatu cairan (pelarut). Fenomena kavitasi terjadi karena adanya tekanan gelombang yang berasal dari gelombang ultrasonik merambat melalui suatu medium dan menyebabkan molekul-molekul berosilasi. Munculnya fenomena kavitasi dapat disebabkan oleh dua hal, yaitu tegangan (*tension*) dan *local energy deposition* (Mason & Lorimer, 2004).

Terdapat dua jenis kavitasi yang terbentuk saat gelombang ultrasonik melewati medium, yaitu kavitasi stabil dan kavitasi sementara (*Transient cavitation*). Kavitasi stabil terbentuk akibat osilasi yang terjadi pada medium dengan ukuran gelembung yang besar, sedangkan kavitasi sementara terjadi diantara kavitasi stabil. Kavitasi sementara membentuk gelembung dengan ukuran kecil. Kavitasi stabil memiliki kontribusi besar selama proses *sonochemical*. Pembentukan kavitasi pada proses *sonochemical* dipengaruhi oleh tiga parameter, yaitu parameter *acoustic*, pelarut, dan eksternal (Mason & Lorimer, 2004).

Fenomena kavitasi sulit terjadi pada pelarut yang memiliki viskositas tinggi karena tekanan negatif pada area *rarefaction* tidak mampu mengatasi gaya kohesif pelarut. Pelarut dengan tegangan permukaan yang rendah dapat menurunkan nilai ambang kavitasi. Pelarut yang memiliki tekanan uap rendah akan sulit menginduksi kavitasi (Mason & Lorimer, 2004).

Pada media heterogen terdapat dua tipe pemecahan gelembung kavitasi. Tipe pertama adalah pemecahan gelembung kavitasi pada permukaan padatan karena adanya cacat permukaan, gas atau *impurities* yang terperangkap. Tipe kedua adalah pemecahan gelembung kavitasi terjadi di area dekat permukaan sehingga mengakibatkan munculnya *microsteaming* pelarut. Pada mekanisme ekstraksi, kavitasi yang dihasilkan oleh gelombang ultrasonik dapat memecah dinding sel tanaman. Pecahnya dinding sel menyebabkan permeabilitas jaringan tanaman meningkat sehingga pelarut akan lebih mudah meresap dan mengekstrak senyawa.

Terdapat beberapa jenis konfigurasi reaktor gelombang ultrasonik, antara lain: sistem tanduk getar, bath, rambatan frekuensi ganda, rambatan frekuensi triple, sistem bath dengan getaran longitudinal, homogenizer tekanan tinggi, homogenizer kecepatan tinggi dan *plat orifice* (Gogate, 2006).

Sistem *ultrasonic bath* memiliki beberapa desain tipe bath yang digunakan, yaitu:

1. Tank yang memiliki *transducer* dibagian bawah atau biasanya dikenal dengan *ultrasonic cleaning bath*. *Transducer* tidak langsung bersentuhan dengan cairan di dalam bath.
2. Tank yang memiliki elemen *transducer* langsung bersentuhan dengan cairan di dalam bath. desain ini disebut *ultrasonic bath reactor*.
3. Tank yang memiliki elemen *transducer* tertutup dan dirancang untuk tercelup ke dalam cairan di dalam bath.
4. *Cup-horn device* yang merupakan pelengkap dalam sistem probe.

Berdasarkan frekuensi yang digunakan, sistem *ultrasonic bath* diklasifikasikan menjadi dua tipe. Tipe pertama adalah *ultrasonic bath-low frequency*. *Ultrasonic bath-low frequency* umumnya memiliki range frekuensi sebesar 20-100 kHz, tipe ini adalah tipe sederhana yang dapat diaplikasikan di laboratorium. Desain alat yang digunakan untuk tipe ini adalah *ultrasonic cleaning bath* (Mason & Lorimer, 2004).

Tipe kedua yaitu *ultrasonic bath-high frequency* dengan range frekuensi 100 kHz – 1 MHz. *Ultrasonic bath-high frequency* biasa diaplikasikan untuk suatu proses *sonochemistry* yang kompleks dan umumnya alat ultrasonik yang digunakan tidak mudah ditemukan di pasaran. Reaktor yang digunakan untuk melakukan *ultrasonic bath-high frequency* memerlukan desain khusus dan harganya relatif lebih mahal.

Keuntungan menggunakan sistem *ultrasonic bath*, yaitu :

1. *Ultrasonic bath-low frequency* merupakan metode yang dapat diaplikasikan untuk skala laboratorium.
2. Pada sistem *ultrasonic bath*, *acoustic field* akan terdistribusi secara merata pada cairan dalam bath.
3. Tidak memerlukan modifikasi alat, cukup menggunakan peralatan gelas laboratorium.
4. *Ultrasonic cleaning bath* harganya murah.

Ultrasonic cleaning bath yang kita ketahui selama ini banyak digunakan di bidang medis. Akan tetapi sekarang ini ultrasonik jenis *cleaning bath* dikembangkan

penggunaannya yaitu, untuk proses kimia seperti ekstraksi, polimerisasi, sintesis dan kristalisasi. Kelebihan pemakaian ultrasonik jenis *cleaning bath* adalah sebagai berikut:

- Mudah didapat secara umum atau luas
- Tidak mahal
- Daerah akustik terdistribusi secara merata
- Dapat menggunakan gelas reaksi biasa
- Bath dapat digunakan sebagai tempat reaksi

2.8. Metode Ekstraksi Gelombang Mikro (*Microwave-Assisted Extraction*)

Akhir-akhir ini teknologi *microwave* atau gelombang mikro tidak hanya diaplikasikan pada pengolahan makanan tetapi juga sedang banyak dilakukan penelitian pada ekstraksi tanaman, baik itu diambil zat bioaktif, minyaknya ataupun yang lainnya. Prinsip *Microwave* bekerja dengan menembakkan radiasi gelombang mikro pada molekul air, lemak, maupun gula yang ada pada bahan makanan. Energi elektromagnetik yang dipancarkan akan diserap oleh molekul-molekul tersebut. Proses ini disebut sebagai pemanasan dielektrik (*dielectric heating*). Molekul-molekul pada bahan tanaman memiliki dipol elektrik (*electric dipoles*), artinya molekul tersebut memiliki dua muatan, negatif pada satu sisi dan positif pada sisi yang lainnya. Sehingga, adanya kehadiran medan elektrik yang berubah-ubah yang diinduksikan melalui gelombang mikro pada masing-masing sisi akan berputar untuk saling mensejajarkan diri satu sama lain. Seiring waktu, pergerakan akan menciptakan panas yang dikarenakan adanya gesekan antara molekul yang satu dengan molekul lainnya. Energi panas yang dihasilkan oleh peristiwa inilah yang berfungsi sebagai pemanas bahan tanaman di dalam *microwave* (Liazid, Guerrero, Cantos, Palma, & Barroso, 2011).

MAE (*Microwave-Assisted Extraction*) merupakan salah satu teknik untuk mengekstraksi bahan-bahan terlarut atau solute yang di dalam bahan tanaman dengan bantuan energi gelombang mikro. Teknik ini dapat diterapkan baik pada fasa cair

yakni cairan yang digunakan sebagai pelarut maupun fasa gas yakni gas sebagai media pengekstrak. Proses ekstraksi fasa cair didasarkan pada prinsip perbedaan kemampuan menyerap energi *microwave* pada masing-masing senyawa yang terkandung di dalam bahan tanaman. Parameter yang biasa digunakan untuk mengukur sifat fisik ini disebut sebagai konstanta dielektrik. Teknik *Microwave-Assisted Extraction* juga tergantung pada konstanta dielektrik dari pelarut yang digunakan. Teknologi tersebut cocok bagi pengambilan senyawa yang bersifat *thermolabil* karena memiliki kontrol terhadap temperatur yang lebih baik dibandingkan proses pemanasan konvensional. Selain kontrol suhu yang lebih baik, metode *Microwave-Assisted Extraction* juga memiliki beberapa kelebihan lain khususnya dalam aplikasi ekstraksi tanaman. Kelebihan tersebut antara lain waktu ekstraksi yang lebih singkat, konsumsi energi dan *solvent* yang lebih sedikit, *yield* yang lebih tinggi, serta adanya proses pengadukan sehingga meningkatkan fenomena transfer massa (Gala, Sumarno, & Mahfud, 2018).

Pemanasan yang terjadi pada *microwave* berbeda dengan pemanasan secara konvensional. Pemanasan secara konvensional terdapat fenomena konveksi dan konduksi yang biasanya sebagian besar panas dapat terjadi *loss* atau hilang ke lingkungan. Sedangkan pemanasan metode *Microwave Assisted Extraction*, proses pemanasan terjadi dengan target yang spesifik dan cara yang spesifik sehingga tidak ada panas yang hilang ke lingkungan. Hal ini dikarenakan proses pemanasan yang terjadi di dalam sistem yang tertutup. Mekanisme pemanasan yang signifikan dapat memangkas waktu yang dibutuhkan untuk proses ekstraksi, terutama apabila dibandingkan dengan ekstraksi menggunakan metode konvensional.

2.9. Analisis Spektrofotometri UV-Vis

Beberapa metode yang dapat digunakan untuk menganalisis kadar indigo adalah spektrofotometri dengan pelarut organik, titrimetri redox untuk mengetahui leuko indigo yang teroksidasi dan hidrodinamik voltametri (Vuorema 2008)

Spektrofotometri merupakan salah satu metode dalam kimia analisa yang digunakan untuk menentukan komposisi suatu sampel baik secara kuantitatif dan kualitatif yang didasarkan pada interaksi antara materi dengan cahaya. Sedangkan peralatan yang digunakan dalam spektrofotometri disebut spektrofotometer. Cahaya yang dimaksud dapat berupa cahaya visibel (380–700 nm), UV (200–380 nm) dan inframerah (700–3000 nm), sedangkan materi dapat berupa atom dan molekul namun yang lebih berperan adalah elektron yang ada pada atom ataupun molekul yang bersangkutan (Mayangsari, 2012).

Warna larutan kimia tergantung pada jenis sinar yang dipancarkan dan ditangkap oleh mata, sehingga senyawa kimia ada yang berwarna atau tidak. Spektrofotometer merupakan alat pengukur kualitatif dan kuantitatif karena jumlah sinarnya yang diserap oleh partikel di dalam larutan juga tergantung pada jenis dan jumlah partikel (Anwar dan Adijuwana 1989). Warna indigo sangat dipengaruhi oleh keadaan fisik zat warna dan lingkungan di sekitarnya, misalnya pada fasa uap zat warna indigo berwarna merah, sedangkan pada fasa padat menjadi berwarna biru. Zat warna indigo juga bersifat solvatokromik, yaitu akan berbeda warnanya bila dilarutkan dalam pelarut yang berbeda kepolarannya. Dalam hal ini akan terjadi efek hipsokromik atau terjadi penurunan panjang gelombang maksimumnya bila kepolaran pelarutnya berkurang, hal tersebut karena jika pelarut kurang polar maka ikatan hidrogen intramolekuler akan berkurang, sehingga struktur zat warna dapat memuntir dan menjadi kurang planar (Mayangsari, 2012). Keuntungan dari analisis spektroskopi adalah sangat sedikitnya sampel yang digunakan untuk analisis lengkap.

2.10. Pemodelan Kinetika pada Proses Ekstraksi

Pada penelitian ini pemodelan kinetika untuk ekstraksi minyak bawang putih dan bawang merah dengan menggunakan metode *microwave hydrodistillation* dan *solvent-free microwave extraction* dilakukan menggunakan model orde satu dan orde dua. Dimana nantinya dapat diketahui model kinetika yang sesuai dengan hasil eksperimen untuk ekstraksi minyak bawang putih dan minyak bawang merah dengan

menggunakan metode *microwave hydrodistillation* dan *solvent-free microwave extraction*.

2.10.1. Model Kinetika Orde Satu

Persamaan kinetika orde satu menurut (Lagergren 1898); (Reddad et al. 2002); (Y.-S. Ho 2004) dapat ditulis dalam bentuk diferensial sebagai berikut:

$$\frac{dC_t}{dt} = k_1(C_s - C_t)$$

(1)

dimana k_1 (min^{-1}) adalah konstanta laju ekstraksi untuk orde satu dan t (min) adalah waktu ekstraksi. Selanjutnya Persamaan (1) diintegrasikan dengan menggunakan kondisi batas $C_t = 0$ pada $t = 0$ dan $C_t = C_t$ pada $t = t$:

$$\ln \left(\frac{C_s}{C_s - C_t} \right) = k_1 t$$

(2)

Persamaan (2) yang telah diperoleh tersebut dapat diubah menjadi bentuk linier sebagai berikut:

$$\text{Log} (C_s - C_t) = \text{log} (C_s) - \frac{k_1}{2,303} t$$

Kemudian dibuat *plot* antara $\text{log} (C_s - C_t)$ dengan t untuk mendapatkan *slope* dan *intercept* yang nantinya dapat digunakan untuk menentukan nilai konstanta laju ekstraksi untuk orde satu (k_1) dan nilai kapasitas ekstraksi (C_s).

2.10.2. Model Kinetika Orde Dua

Persamaan kinetika orde dua untuk laju ekstraksi menurut (Y. S. Ho et al. 2005) dapat dituliskan sebagai berikut:

$$\frac{dC_t}{dt} = k_2(C_s - C_t)^2$$

dimana k_2 ($\text{L g}^{-1} \text{min}^{-1}$) adalah konstanta laju ekstraksi untuk orde dua. Dengan melakukan pengelompokan variabel pada Persamaan (4) didapatkan:

$$\frac{dC_t}{(C_s - C_t)^2} = k_2 dt$$

Selanjutnya Persamaan (8) dapat diperoleh dengan cara mengintegrasikan Persamaan (5) menggunakan kondisi batas $C_t = 0$ pada $t = 0$ dan $C_t = C_t$ pada $t = t$ dan dengan melakukan penataan ulang sebagai berikut:

$$\frac{1}{C_t - C_s} - \frac{1}{C_s} = k_2 t$$

$$C_t = C_s - \frac{C_s}{1 + C_s k_2 t}$$

$$C_t = \frac{k_2 C_s^2 t}{1 + C_s k_2 t}$$

Persamaan (8) adalah hukum laju ekstraksi terintegrasi untuk orde dua dan dapat diubah lagi menjadi bentuk linier sebagai berikut:

$$\frac{t}{C_s} = \frac{1}{k_2 C_s^2} + \frac{t}{C_s}$$

Laju ekstraksi (C_t/t) dapat diperoleh dari Persamaan (10) sebagai berikut:

$$\frac{C_t}{t} = \frac{1}{\frac{1}{k_2 C_s^2} + \frac{t}{C_s}}$$

dan laju awal ekstraksi h , dengan $C_t = t$ ketika t mendekati 0, dapat didefinisikan sebagai:

$$h = k_2 C^2$$

Persamaan (8) dapat diubah lagi sehingga akhirnya didapatkan:

$$\frac{t}{C_t} = \frac{t}{C_s} + \frac{1}{h}$$

Laju awal ekstraksi h , kapasitas ekstraksi C_s , dan konstanta laju ekstraksi untuk orde dua k_2 dapat ditentukan secara eksperimental dari *slope* dan *intercept* dengan cara membuat *plot* antara t/C_t dengan t .

2.10.3. Analisa dengan Design Expert RSM

Metode Permukaan Respon (*Response Surface Methodology*) atau yang biasa disebut (RSM) merupakan dasar pengujian linear antara variabel saling bebas dan

respon pada pengujian yang pendek. RSM juga merupakan model gabungan dari teknik matematika dan statistika yang digunakan sebagai contoh model dan analisa yang menghasilkan beberapa variabel dan obyektifitas dari optimasi respon dan analisa oleh engineer (Montgomery 2009).

Metode respon permukaan adalah teknik yang digunakan untuk memodelkan hubungan antara variabel respon dan faktor perlakuan. Variabel faktor dapat disebut juga variabel independen dan dikontrol dalam eksperimen. Metode permukaan respon bertujuan untuk membantu peneliti dalam melakukan improvisasi untuk mendapatkan hasil optimum secara tepat dan efisiensi. Setelah daerah percobaan ditemukan, model respon dengan tingkat ketepatan lebih tinggi dapat digunakan untuk mendapatkan nilai variabel sebenarnya yang akan menghasilkan respon optimum. Dalam metode respon permukaan, solusi optimum dapat dipilih untuk kondisi maksimum, minimum, kondisi hasil yang paling diinginkan dan kondisi sepanjang batas atas dan bawah (Myere and Montgomery 2002).

Analisis regresi dilakukan untuk data eksperimen dan dimasukkan ke model *quadratic* (second-order model), seperti persamaan berikut di bawah ini:

$$Y = \beta_0 + \sum_{i=1}^3 \beta_i X_i + \sum_{i=1}^3 \beta_{ii} X_i^2 + \sum_{i=1}^3 \sum_{j=i+1}^3 \beta_{ij} X_i X_j$$

di mana β_0 , β_i , β_{ii} dan β_{ij} dan merupakan koefisien regresi dalam istilah *intercept*, linier, kuadratik, dan interaksi; X_i dan X_j adalah variabel independen. Kualitas model yang dipakai didukung oleh beberapa nilai respon antara lain *p-value*, R^2 , koefisien variasi (CV) dan *lack of fit* dinyatakan oleh uji-F.

2.11. Penelitian Sebelumnya

1. Sivakumar (2011) dengan judul *Effective Natural Dye Extraction from Different Plant Materials using Ultrasound*, dengan bahan yang dibakai adalah berbagai macam bunga seperti *Green Wattle Bark*, *Marigold Flowers*, *Pomegranate rinds*, *4'o clock plant flowers* dan *Cocks Comb flowers*. Analisa dengan menggunakan Spektrofotometri UV-VIS dan analisa gravimetri pada hasil zat warna. Hasil mengindikasikan bahwa kenaikan 13-100% pada efisiensi ekstraksi dari zat warna

dari berbagai bahan tanaman dikarenakan penggunaan ultrasonik. Sehingga, dapat disimpulkan bahwa metode ultrasonik dapat diaplikasikan untuk mengekstraksi zat warna dari tanaman dengan cepat dan efektif.

2. A.Amar Mualimin (2013) dengan judul *Pewarna Alami Batik Dari Tanaman Nila (Indigofera) Dengan Metode Pengasaman*. Bahan yang digunakan adalah daun indigo yang baru berumur ± 2 bulan, aquades, asam klorida, asam sulfat, sodium hidroksida, gula jawa, kapur, tawas dan tunjung. Alat yang digunakan pada aerasi adalah glass beaker dan air pump daun nila direndam dalam asam dengan konsentrasi tertentu selama 24 jam. Filtrat hasil rendaman kemudian dioksidasi dengan cara mengalirkan udara pada filtrat menggunakan air pump selama 12 jam. Aplikasi sampel dilakukan dengan pencelupan kain pada larutan zat pengikat tunjung, tawas dan kapur. Hasil percobaan diperoleh bahwa semakin lama waktu aerasi, kadar indigo yang dihasilkan semakin tinggi. Konsentrasi asam klorida yang menghasilkan kadar indigo paling tinggi adalah pada konsentrasi 0,01 M dengan kadar indigo mencapai 26,88 ppm. Asam sulfat 0,01 M menghasilkan kadar indigo yang tinggi yaitu 29,20 ppm, dibandingkan dengan asam klorida 0,01 M. Penggunaan jenis zat pengikat pada aplikasi kain, memberikan kenampakan warna yang berbeda-beda. Dengan zat pengikat tunjung menghasilkan a biru tua kehijauan, kapur menghasilkan warna biru muda dan tawas menghasilkan warna biru
3. Dhiya Dini, Eric (2017) dengan judul *Ekstraksi Zat Warna Alami dari kayu Secang (Caesalpinia sappan Linn) untuk Aplikasi Produk Pangan*. Bahan yang digunakan adalah kayu secang dengan ukuran 35 mesh, pelarut etanol dan air. Pada penelitian ini menggunakan dua metode yakni *Ultrasound Assisted Extraction* (UAE) dan soxhletasi. Berdasarkan penelitian tersebut dapat disimpulkan bahwa ekstraksi zat warna alami dari kayu secang menggunakan metode UAE memberikan hasil terbaik pada kondisi suhu 60 °C dan pelarut 60 % pada waktu ekstraksi 20 menit.

4. Dhaniar Rulandri, Delita (2014) dengan judul Pemanfaatan Limbah Kayu Nangka (*Artocarpus Heterophyllus Lam*) Sebagai Pewarna Alami Tekstil dengan Metode *Microwave-assisted Extraction*. Bahan yang digunakan yaitu kayu nangka. Pada penelitian ini menggunakan MAE sebagai alternative untuk meningkatkan efisiensi dan efektifitas ekstraksi pada bahan aktif. Parameter yang mempengaruhi ekstraksi pada kayu nangka antara lain yaitu daya yang digunakan, rasio bahan terhadap pelarut, jenis pelarut, dan waktu ekstraksi. Kemudian ekstrak yang dihasilkan akan dianalisa yield optimum ekstrak, analisa kualitatif kandungan pigmen dalam ekstrak, intensitas zat warna dengan menggunakan spektrofotometer, ketahanan luntur, dan validasi komponen senyawa dari ekstrak dengan *gas chromatography*.
5. Gabriel Adedeji, Olukayode Yekin O. dan Taiwo Olayemi E. (2016) dengan judul penelitian Quantification of phytochemicals and biocide actions of *Lawsonia inermis* linn. Extracts against wood termites and fungi. Bahan yang digunakan kulit batang dan ekstrak daun *Lawsonia inermis* menggunakan metode Spektrofotometri dan Forlin Ciocalteu. Dalam penelitian ini bertujuan mengetahui seberapa baik ekstrak daun pacar kuku untuk melindungi kulit kayu darirayap dan jamur (*Triplochiton scleroxylon* dan *Vitex doniana*). Sampel kulit kayu diberi perlakuan di dalam etanol 70% dengan 5% dan 20% kadar ekstrak daun pacar kuku yang direndam selama 3 hari. Hasil ekstrak daun pacar kuku mencapai 5,7%. Sedangkan pada kulit batang pacar kuku mengandung alkanoid $273,16 \pm 0,25$ mg/g, flavonoid $6,81 \pm 0,10$ mg/g, fenol $51,39 \pm 0,28$ mg/g, saponin $47,98 \pm 0,27$ mg/g, dan tannin $54,22 \pm 0,30$ mg/g sedangkan pada daun mengandung alkanoid $236,60 \pm 1,32$ mg/g, flavonoid $4,43 \pm 0,05$ mg/g, fenol $30,96 \pm 1,15$ mg/g, saponin $21,41 \pm 0,44$ mg/g, dan tannin $37,44 \pm 0,24$ mg/g. Dari penelitian ini menunjukkan bahwa senyawa ekstraktif dari *Lawsonia inermis* memiliki sifat biosida terhadap rayap dan pembusukan oleh jamur sebagai pelindung pada kayu.
6. T.Chandrakalavathi, V.Sudha, M.Sindhuja, S.Harinipriya, dan R.Jeyalakshmi (2018) dengan judul penelitian Photosonoelectrochemical analysis of *Lawsonia*

inermis (henna) and artificial dye used in tattoo and dye industry. Penelitian ini bertujuan untuk memahami mekanisme degradasi dan produk samping yang berbahaya sehingga dapat disimulasikan kondisi operasinya. Degradasi dapat terjadi Karena terkena sonifikasi, radiasi sinar UV, dan gangguan elektrokimia. Analisa yang digunakan yaitu Photosonoelectrochemical (PSEC) dengan menggunakan UV-Vis, FTIR, HPLC. Spektrofotometri UV-Vis dan HPLC mengidentifikasi pembentukan produk sampingan 3-etoksi naftakuinon dari Lawson dan 1-amino cyclobutadiene dari β -Phenylenediamine dimana dalam pewarna senyawa ini berbahaya.

7. Zainab (2013), dengan judul penelitian Pengaruh Konsentrasi Etanol sebagai Pelarut Pengekstraksi terhadap Kadar Naftakuinon dalam Ekstrak Daun Pacar Kuku (*Lawsonia inermis* L.). Penelitian ini bertujuan mengetahui pengaruh pelarut terhadap kadar naftakuinon dalam sari daun pacar kuku. Bahan yang digunakan yang digunakan yaitu daun pacar kuku kering, kloroform, etanol, air, etanol. Daun pacar kuku dilarutkan ke dalam etanol 50%, 70%, 90%, dan 95%. Lalu sari daun pacar kuku ditotolkan pada 5 μ l pada lempeng silica gel F 254 dan dielusi dengan fase gerak campuran kloroform-metanol (17:3).

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 3

METODOLOGI PENELITIAN

3.1. Garis Besar Penelitian

Bahan yang digunakan adalah tarum (*Indigofera tinctoria* L.) dan telang (*Clitoria ternatea* L.). Metode yang digunakan adalah *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction*. Metode *ultrasound-assisted extraction* menggunakan ultrasonic bath sebagai alat bantu untuk mengekstraksi. Sedangkan, metode *microwave-assisted extraction* secara umum terdiri dari tiga bagian utama yaitu distiller yang berfungsi sebagai tempat terjadinya ekstraksi, *microwave* yang berfungsi sebagai pemanas, dan kondensor yang berfungsi sebagai sistem pendingin (Kusuma and Mahfud 2015).

3.2. Bahan dan Alat

3.2.1. Bahan untuk Ekstraksi

1. Daun Tarum (*Indigofera tinctoria*)

Daun Tarum yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari tanaman yang berada di lingkungan Surabaya, Jawa Timur.

2. Bunga Telang (*Clitoria ternatea* L.)

Bunga telang yang digunakan dalam penelitian ini berasal dari tanaman yang berada di lingkungan Surabaya, Jawa Timur.

3. Aquadest

Aquadest digunakan untuk pelarut pada metode *Ultrasound Assisted Extraction* (UAE) dan *Microwave Assisted Extraction*. Sedangkan air PDAM digunakan untuk *water bath*.

4. CaO

CaO untuk pembuatan larutan $\text{Ca}(\text{OH})_2$ yang ditambahkan pada larutan ekstraksi daun tarum.

3.2.2. Deskripsi Peralatan Penelitian

3.2.2.1. *Ultrasound Assisted Extraction*

Rangkaian alat untuk metode *Ultrasound Assisted Extraction* (UAE) tersusun atas *ultrasonic cleaning bath* dan perangkat refluks. Perangkat tersusun atas labu alas bulat leher tiga dan kondensor. Pada metode ini digunakan indikator temperatur untuk mengetahui temperatur ekstraksi. Berikut ini adalah keterangan Gambar 3.1:

Ultrasonic cleaning bath yang digunakan untuk penelitian ini adalah KRISBOW model KW1801033 memiliki spesifikasi sebagai berikut:

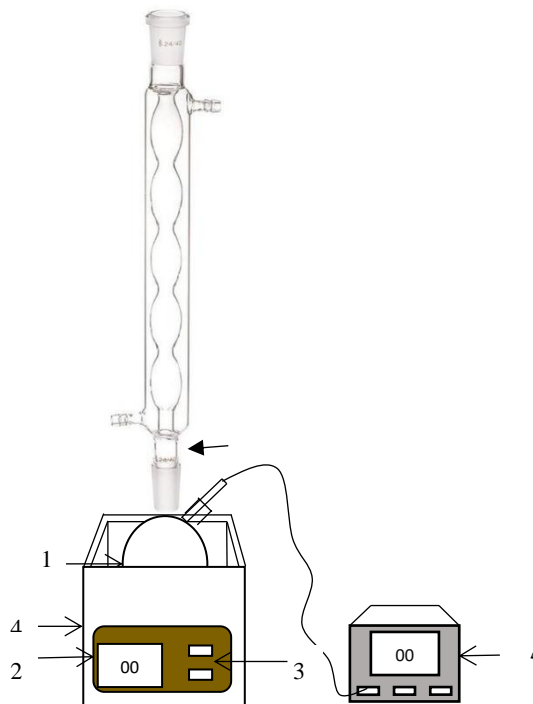
- Tegangan = 240 V/ 50 Hz
- Daya = 100 W
- Frekuensi maksimum = 40 kHz
- Kapasitas tank 2,8 L
- Dimensi tank: Panjang = 23,5 cm, Lebar = 13,5 cm, dan Tinggi = 10 cm
- Dimensi *outer*: Panjang = 26,5 cm, Lebar = 16,5 cm, dan Tinggi = 24 cm

1 = Labu leher satu

2 = *Digital display*

3 = Tombol *mode*

4 = *Ultrasonic cleaning bath*



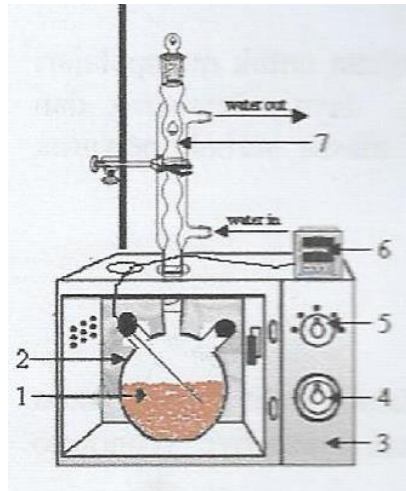
Gambar 3.1 Skema Alat Metode *Ultrasound Assisted Extraction* (UAE)

3.2.2.2. *Microwave Assisted Extraction*

Peralatan yang digunakan meliputi gambar 3.2

Keterangan gambar:

1. Bahan yang diekstraksi
2. Distiller (labu leher tiga)
3. *Microwave oven*
4. Pengatur waktu
5. Pengatur daya
6. Indikator temperature
7. Kondensor reflux



Gambar 3.2. Skema Alat Metode Microwave-Assisted Extraction

Spesifikasi microwave yang digunakan :

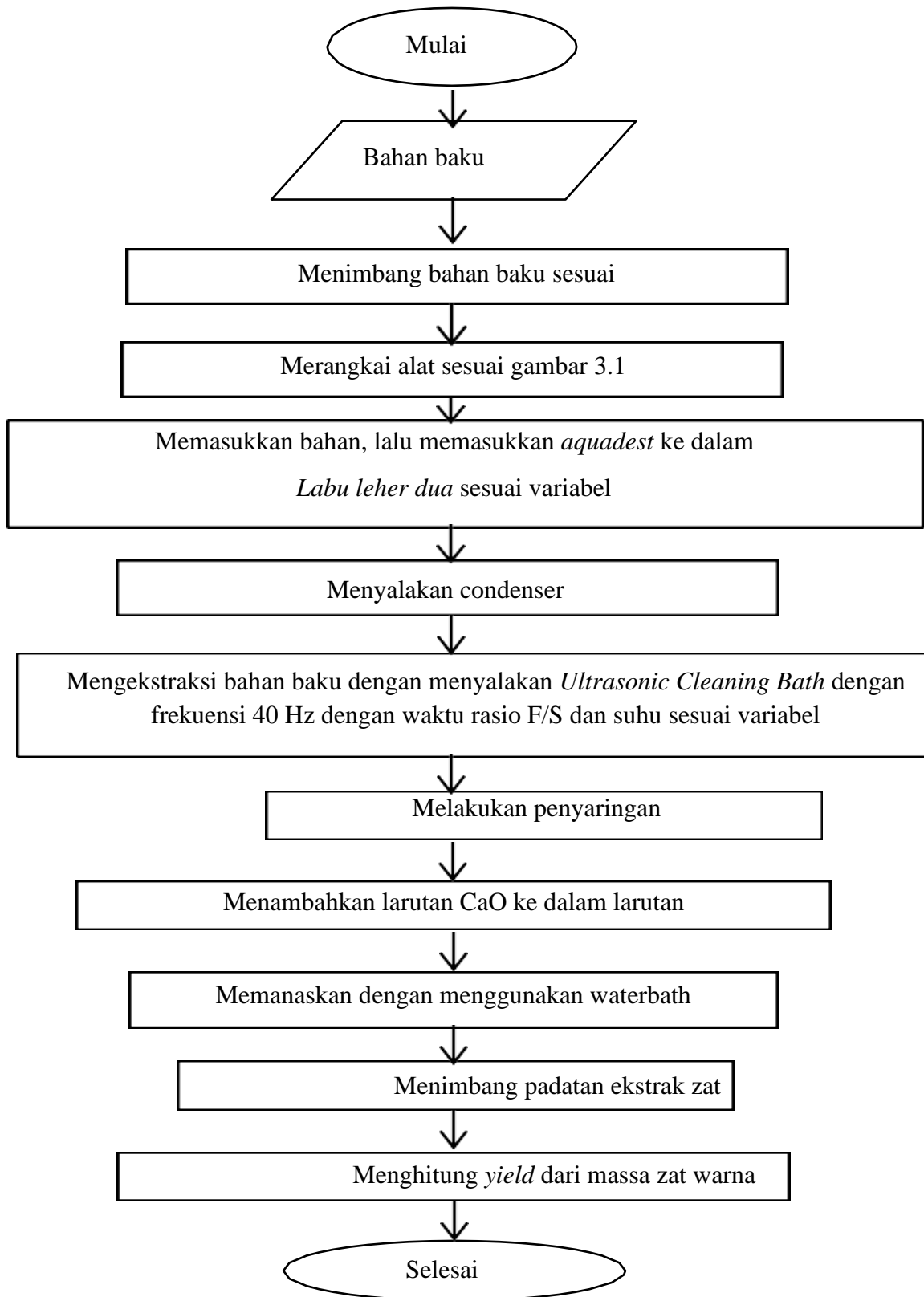
- Daya maksimal : 800 W
- Frekuensi : 2450 MHz
- Dimensi
 - Panjang : 50 cm
 - Lebar : 40 cm
 - Tinggi : 40 cm

3.3. **Prosedur Penelitian**

3.3.1. **Metode *Ultrasound-Assisted Extraction* (UAE) untuk Tarum**

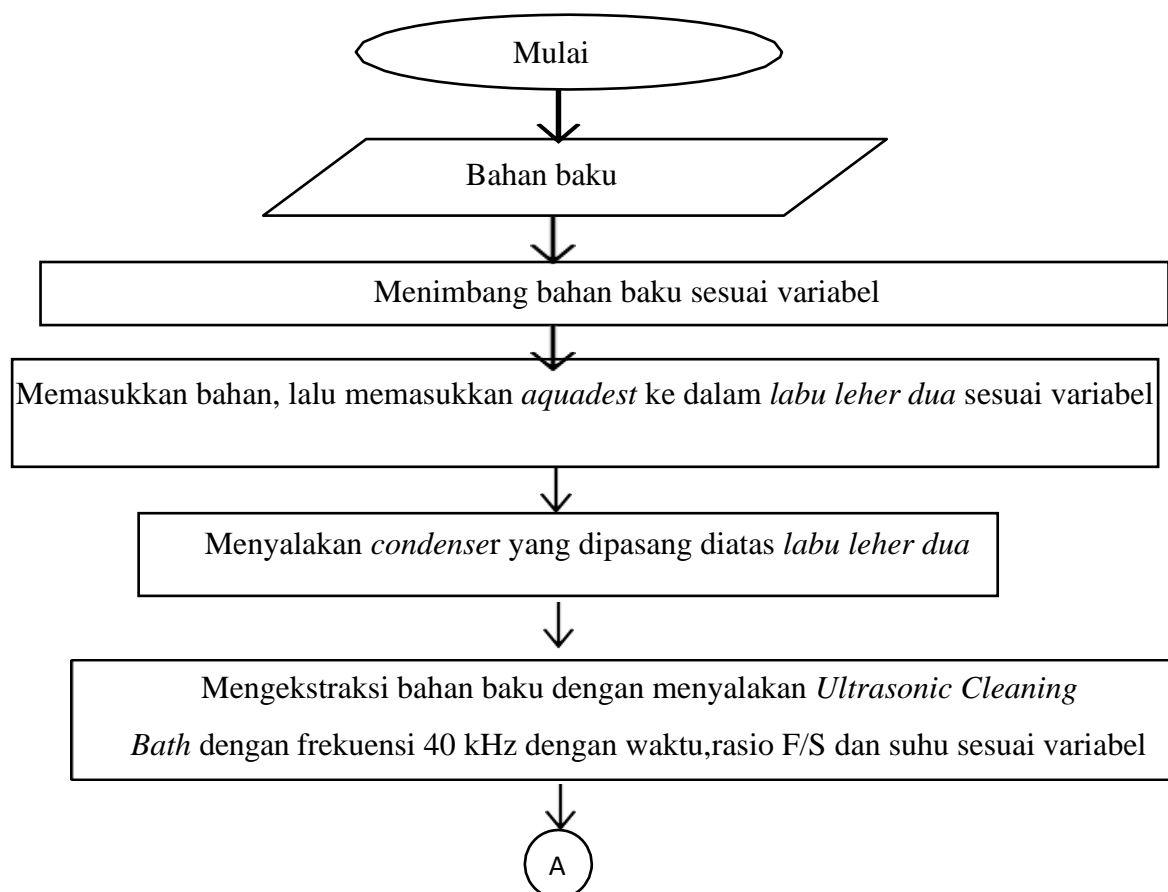
1. Menimbang daun tarum segar sebanyak 4 gram
2. Merangkai alat seperti pada Gambar 3.1
3. Memasukkan daun tarum ke dalam *labu leher dua*.
4. Memasukkan *aquadest* sebanyak 200 ml ke dalam *labu leher dua*.

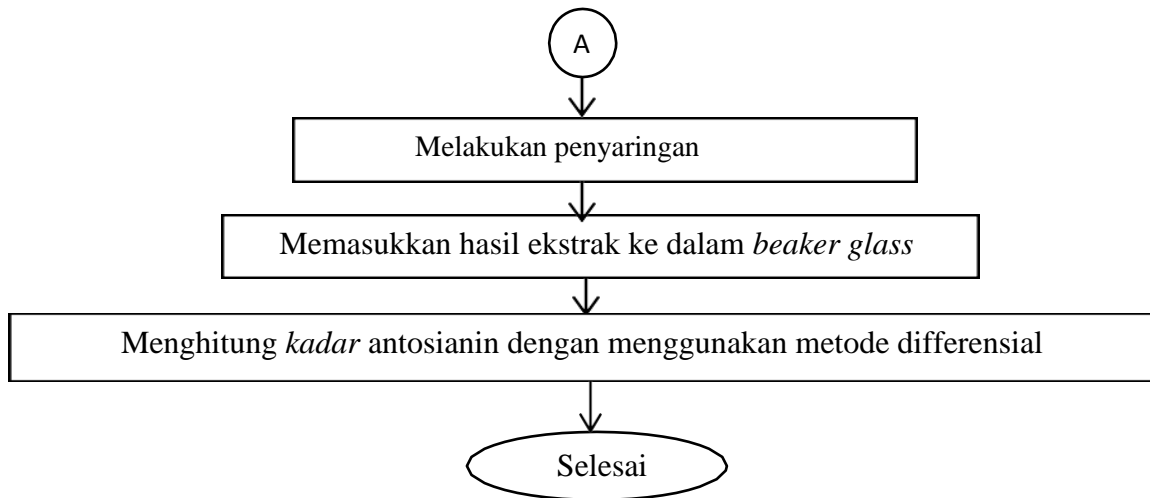
5. Memasang *condenser* di atas *labu leher dua*.
6. Menyalakan *Ultrasonic cleaning bath* pada frekuensi 40 kHz dan yang ditentukan
7. Melakukan ekstraksi selama waktu yang ditentukan.
8. Menghentikan proses ekstraksi.
9. Melakukan penyaringan ekstrak dari ampas daun tarum
10. Menambahkan larutan CaO ke dalam larutan ekstrak
11. Memanaskan dengan menggunakan *waterbath*
12. Menimbang padatan hasil ekstrak.
13. Menghitung *yield* dari massa ekstrak zat warna yang dihasilkan



3.3.2. Metode *Ultrasound-Assisted Extraction* (UAE) untuk Telang

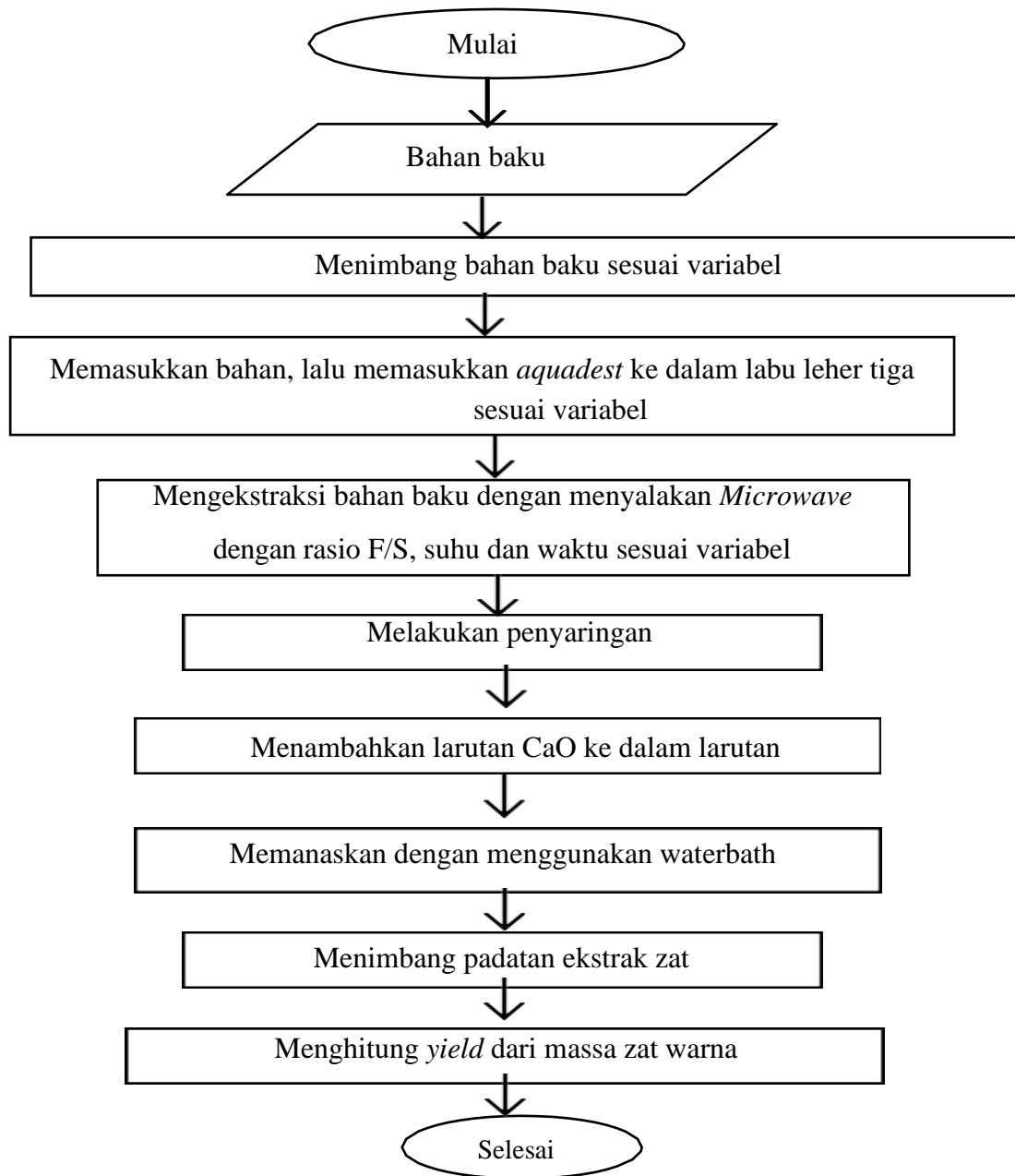
1. Menimbang bunga telang segar sebanyak 4 gram.
2. Merangkai alat seperti gambar 3.1
3. Memasukkan bunga telang ke dalam *labu leher dua*.
4. Memasukkan *aquadest* sebanyak 200 ml ke dalam *labu leher dua*.
5. Menyalakan *condenser* yang dipasang di *labu leher dua*
6. Menyalakan *Ultrasonic cleaning bath* pada frekuensi 40 kHz dan suhu yang ditentukan
7. Melakukan ekstraksi selama waktu yang ditentukan.
8. Menghentikan proses ekstraksi.
9. Melakukan penyaringan ekstrak dari ampas bunga telang
10. Memasukkan hasil ekstrak ke dalam *beaker glass*
11. Menghitung kadar antosianin dengan metode differensial dengan menguji uv-vis larutan tersebut





3.3.3. Metode *Microwave-Assisted Extraction* (MAE) untuk Tarum

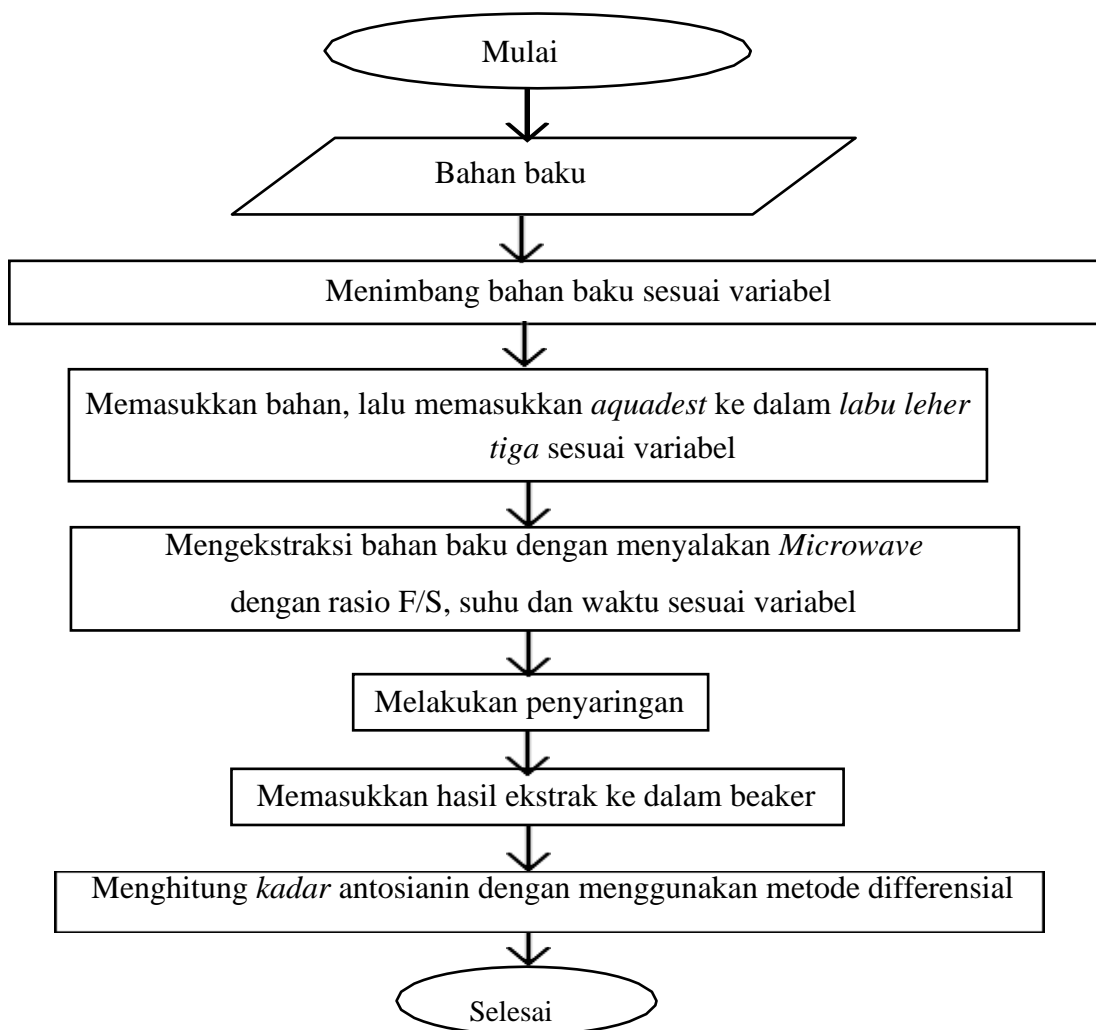
1. Menimbang daun tarum segar sebanyak 4 gram
2. Merangkai alat seperti pada Gambar 3.2.
3. Memasukkan daun tarum ke dalam *labu leher tiga*.
4. Memasukkan *aquadest* sebanyak 200 ml ke dalam *labu leher tiga*.
5. Memasang *thermocouple controller* pada *labu leher tiga*
6. Menyalakan *Microwave* pada daya yang ditentukan
7. Melakukan ekstraksi selama waktu yang ditentukan.
8. Menghentikan proses ekstraksi.
9. Melakukan penyaringan ekstrak dari ampas daun tarum
10. Menambahkan larutan CaO ke dalam larutan ekstrak
11. Memanaskan dengan menggunakan *waterbath*
12. Menimbang padatan hasil ekstrak.
13. Menghitung *yield* dari massa ekstrak zat warna yang dihasilkan



3.3.4. Metode Microwave-Assisted Extraction (MAE) untuk Telang

1. Menimbang bunga telang segar sebanyak 4 gram.
2. Merangkai alat seperti gambar 3.2
3. Memasukkan bunga telang ke dalam *labu leher tiga*.
4. Memasukkan *aquadest* sebanyak 200 ml ke dalam *labu leher tiga*.

5. Memasang thermocouple controller pada labu leher tiga
6. Menyalakan *Microwave* pada daya yang ditentukan
7. Melakukan ekstraksi selama waktu yang ditentukan.
8. Menghentikan proses ekstraksi.
9. Melakukan penyaringan ekstrak dari ampas bunga telang
10. Memasukkan hasil ekstrak ke dalam *beaker glass*
11. Menghitung kadar antosianin dengan metode differensial dengan menguji uv-vis larutan tersebut



3.4. Kondisi Operasi dan Variabel Penelitian

3.4.1. Kondisi Operasi

1. Tekanan atmosferik
2. Volume pelarut 200 mL

3.4.2. Variabel Penelitian *Ultrasound-Assisted Extraction*

3.4.2.1. Variabel Penelitian untuk Daun Tarum

1. Pelarut : *Aquadest*
2. Waktu ekstraksi : 30, 60, 90 menit
3. Frekuensi ultrasonik : 40 kHz
4. Suhu ultrasonik : 30°C, 45°C dan 60°C
5. Ratio bahan terhadap pelarut : 0,02;0,04;0,06;0,08 dan 0,1
6. Rasio CaO terhadap bahan : 0,05;0,01 dan 0.015

3.4.2.2. Variabel Penelitian untuk Bunga Telang

1. Pelarut : *Aquadest*
2. Frekuensi ultrasonik : 40 kHz
3. Suhu ultrasonik : 60°C
4. Ratio bahan terhadap pelarut : 0,02;0,04;0,06;0,08 dan 0,1

3.4.3. Variabel Penelitian *Microwave-Assisted Extraction*

3.4.3.1. Variabel Penelitian untuk Daun Tarum

1. Pelarut : *Aquadest*
2. Waktu ekstraksi : 30, 60, 90 menit
3. Daya : 150
4. Ratio bahan terhadap pelarut : 0,02;0,04;0,06;0,08 dan 0,1
5. Rasio CaO terhadap pelarut : 0.05; 0,1 dan 0,15

3.4.3.2. Variabel Penelitian untuk Bunga Telang

1. Pelarut : *Aquadest*
2. Waktu ekstraksi : 30, 60, 90 menit.
3. Daya : 150 watt
4. Ratio bahan terhadap pelarut : 0,02;0,04;0,06;0,08 dan 0,1

3.4.4. Variabel untuk Kinetika *Ultrasound-assisted Extraction* dan *Microwave-assisted Extraction*

3.4.4.1. Variabel Penelitian untuk Daun Tarum

1. Pelarut : *Aquadest*
2. Frekuensi ultrasonik : 40 kHz
3. Suhu ultrasonik : 60°C
4. Ratio bahan terhadap pelarut : 0,02

3.4.4.2. Variabel Penelitian untuk Bunga Telang

1. Pelarut : *Aquadest*
2. Daya : 150 watt
3. Suhu ultrasonik : 60°C
4. Ratio bahan terhadap pelarut : 0,02

3.4.5. Variabel untuk Optimasi *Ultrasound-assisted Extraction* dan *Microwave-assisted Extraction*

3.4.5.1. Variabel Penelitian untuk Daun Tarum

1. Pelarut : *Aquadest*
2. Daya : 150 watt
3. Suhu ultrasonik : 50-60°C
4. Rasio bahan terhadap pelarut : 0,02-0,1g/ml
5. Waktu ekstraksi : 50-90 menit
6. Rasio bahan terhadap CaO : 0.1

3.4.5.2. Variabel Penelitian untuk Bunga Telang

1. Pelarut : *Aquadest*
2. Daya : 150 watt
3. Suhu ultrasonik : 50-60°C
4. Rasio bahan terhadap pelarut : 0,02-0,1g/ml
5. Waktu ekstraksi : 50-90 menit

3.4.6. Besaran Penelitian yang Diukur

Adapun beberapa besaran dan analisa yang dilakukan terhadap zat warna tarum dan telang yang diperoleh antara lain:

1. Perhitungan yield ekstrak daun tarum

$$\% \text{yield} = \frac{\text{massa zat warna}}{\text{massa bahan baku}} \times 100\%$$

2. Perhitungan kadar antosianin bunga telang (*Clitoria ternatea*) melalui pembacaan absorbansi spektrofotometer *UV-Visible*. Kandungan antosianin monometer dihitung sebagai cyanidin-3-glikosida menggunakan metode diferensial pH. Jumlah antosianin dari kacang polong dapat dihitung dengan:

$$\gamma = (A.M.F.V)/(m.\epsilon.l)$$

di mana γ berarti konsentrasi massa antosianin, A (absorbansi) = $(A_{520\text{nm}} - A_{700\text{nm}})_{\text{pH } 1,0} - (A_{520\text{nm}} - A_{700\text{nm}})_{\text{pH } 4,5}$, M adalah massa molar antosianin, 449,2 g.mol⁻¹, F adalah rasio pengenceran bunga telang, V adalah volume larutan ekstraksi, m adalah massa bunga telang, ϵ adalah koefisien molar absorpsi sebesar 26900 mol⁻¹cm⁻¹ dan lebar kuvet dalam cm

3. Hasil ekstraksi zat warna alami daun tarum (*Indigofera tinctoria*) dianalisa menggunakan FT-IR

3.5. Pemodelan Matematika

Pemodelan matematika untuk ekstraksi minyak bawang putih dan minyak bawang merah adengan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction* yaitu pemodelan kinetika menggunakan:

1. Optimasi untuk menentukan kondisi optimum setiap faktor yang digunakan dengan menggunakan *Respon Surface Methodology* (RSM). *Software* tersebut adalah *Design-Expert 11 (Trial version; State-Ease Inc., Minneapolis, USA)* digunakan untuk mendapatkan koefisien dari model polinomial kuadrat. Faktor-faktor yang digunakan untuk optimasi antara lain: suhu, rasio F/S, dan waktu ekstraksi untuk metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction*
2. Pemodelan matematika untuk ekstraksi zat warna antosianin bunga telang dan indigo daun tarum dengan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction* yaitu pemodelan kinetika menggunakan model orde satu dan orde dua. Pemodelan dilakukan dengan menggunakan regresi linear untuk menentukan parameter (konstanta laju ekstraksi (k), kapasitas ekstraksi (Cs), konstanta laju reaksi awal (h) dengan memasukkan *slope* dan *intercept* yang sudah di plot untuk masing-masing orde.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB 4

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

4.1. *Ultrasound-assisted Extraction*

Pada penelitian ini zat warna alami dari bunga telang (*Clitoria ternatea* L.) dan daun tarum (*Indigofera tinctoria*) diekstrak menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* (UAE). Metode *ultrasound assisted extraction* adalah metode ekstraksi menggunakan pelarut dengan memanfaatkan gelombang ultrasonic sebagai bantuan. Dalam metode ini, pelarut diradiasikan dengan ultrasonik, sehingga gelembung–gelembung mikro akan bermunculan, gelembung kemudian tumbuh dan bergerak dengan sangat cepat dan saling berbenturan satu sama lain apabila tekanannya cukup tinggi. Benturan tersebut terjadi pada bagian permukaan dari bahan yang akan diekstrak yang akan menghasilkan pancaran mikro dan kejutan gelombang. Selain itu, dalam larutan yang menyelimuti partikel–partikel, pencampuran mikro yang tinggi akan meningkatkan panas dan transfer massa bahkan difusi dari kandungan di dalam pori dari solid (Contamine, F., Faïd, F., Wilhelm, A.M., Berlan, J. Delmas, 2014).

Dalam penelitian ini menggunakan frekuensi 40 Hz berdasarkan penelitian sebelumnya yakni ekstraksi zat warna alami dari kayu secang dengan metode *ultrasound assisted extraction* untuk aplikasi produk pangan dapat menghasilkan yield tertinggi pada frekuensi 40 kHz (Azmi and Nurandria, 2017). Selain itu menurut (2014) zat warna alami akan mudah terdegradasi jika suhu terlalu tinggi, sehingga kondisi operasi pada suhu kamar. Pelarut yang digunakan yakni aquades. Pemilihan pelarut tersebut didasarkan pada komponen zat penyusun warna (antosianin, indigo) yang bersifat polar, sehingga mudah larut dalam pelarut polar (Kumar, Sankar and Rameshkumar, 2013).

Pada ekstraksi zat warna bunga telang dan daun tarum dengan metode *ultrasonic assisted extraction*, volume pelarut yang digunakan adalah sebanyak 200 ml. Pemilihan jumlah pelarut ini dikarenakan agar menghemat penggunaan pelarut dengan menyesuaikan alat ultrasonik.

Selain pemilihan volume pelarut (aquades) yang digunakan, suhu operasi untuk ekstraksi juga merupakan salah satu hal yang perlu diperhatikan. Proses ekstraksi baik bunga telang maupun daun tarum dilakukan pada beberapa suhu (30, 45, 60 °C). Suhu ini juga merupakan pengaruh cepat atau lambatnya zat warna terekstrak.

Dalam penelitian ini, juga dipelajari adanya pengaruh dari beberapa parameter pada ekstraksi zat warna bunga telang dan daun tarum dengan menggunakan *ultrasound assisted extraction*. Dimana parameter yang berpengaruh terhadap yield dari zat warna bunga telang dan daun tarum yang diperoleh dengan *ultrasound assisted extraction*, meliputi waktu ekstraksi, suhu, dan rasio antara bahan dengan pelarut, dan untuk tarum ditambahkan rasio antara CaO dengan bahan.

4.2. *Microwave-assisted Extraction*

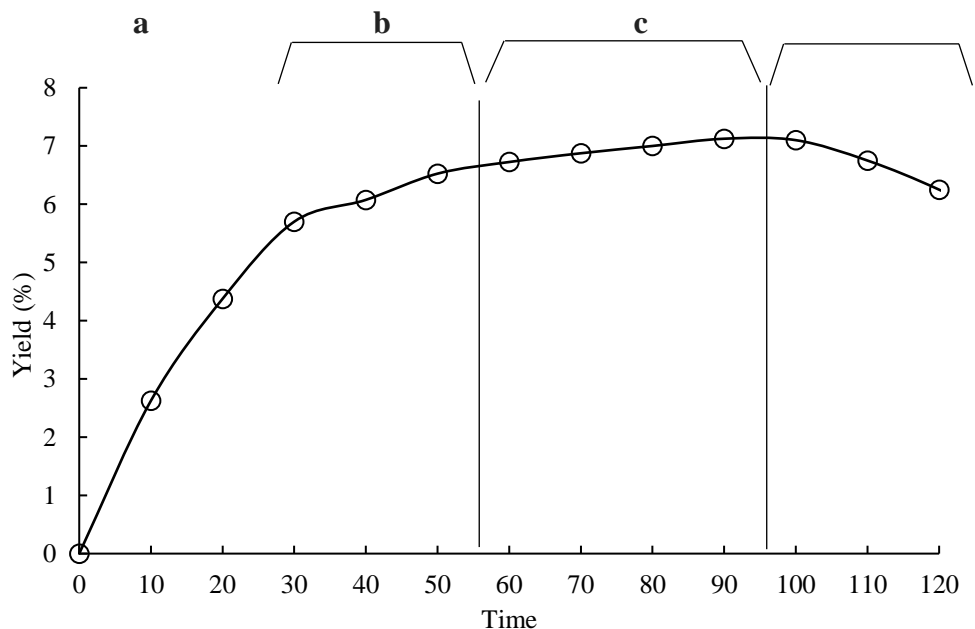
Microwave-assisted extraction merupakan proses pengambilan zat ekstraksi di dalam suatu senyawa dengan bantuan radiasi dari *microwave*. Biasanya, *oven microwave* rumah tangga <60% efisien dalam mengubah listrik yang masuk menjadi radiasi *microwave*, sisanya hilang sebagai panas di magnetron dan perangkat. Listrik tegangan tinggi yang diubah menjadi *microwave*. Pemanasan yang digunakan *oven microwave* menggunakan pemanasan dielektrik yang memanfaatkan gelombang elektromagnetik yang terjadi melalui salah satu dari dua mekanisme. Pertama, polarisasi dipol yang terjadi ketika kutub-kutub molekul polar berusaha untuk menyelaraskan dengan medan *microwave*, yang berisolasi pada 2,45 GHz dan dapat melepaskan panas karena resistensi intramolekul terhadap gerakan ini. Kedua, depolarisasi Maxwell-Wagner, yang terjadi pada batas antara dua bahan dengan sifat dielektrik yang berbeda atau dalam bahan dimana electron dapat bergerak bebas, terutama dalam beberapa bahan dengan elektron π yang terdelokalisasi (Antunes, Elsa, Mohan V. Jacob, Graham Brodie, 2018).

Selama proses pemanasan yang terjadi, efisiensi bahan yang ditargetkan menyerap radiasi *microwave* sangat tergantung pada senyawa polar atau dalam kasus ini pelarut dari ekstraksi bunga telang dan daun tarum. Jika air terlalu sedikit, maka pemanasan yang terjadi untuk mengekstraksi akan terjadi sedikit. Sedangkan jika air terlalu berlebih, maka energi yang berlebihan dibutuhkan untuk

memanaskan bahan dan pelarut (Yang, Changyan, Rui Li, Bo Zhang, Qi Qiu, Baowei Wang, Hui Yang, Yigang Ding, 2019). Efek energi *microwave* sangat tergantung pada sifat pelarut dan matriks. Biasanya, pelarut yang dipilih memiliki konstanta dielektrik yang tinggi, sehingga menyerap energi *microwave*. Pemanasan air dalam inti bahan dapat menyebabkan penguapan cairan di dalam sel, yang dapat menyebabkan pecahnya dinding sel dan membran plasma bunga telang dan daun tarum. Peluruhan sel ini akan mempersingkat difusi dan meningkatkan transfer massa ke dalam pelarut, sehingga memungkinkan ekstraksi yang efektif (Schenk, Peer M., Skye R. Thomas-Hall, Evan Stephens, Ute C. Marx, Jan H. Mussnug, Clemens Posten, Olaf Kruse, 2008)

4.3. Parameter yang Berpengaruh pada Ekstraksi Zat Warna Bunga Telang dengan Metode *Ultrasound-assisted Extraction* dan *Microwave-assisted Extraction*

4.3.1. Pengaruh Lama Waktu dan Suhu Ekstraksi terhadap Yield Antosianin yang Terekstrak



Keterangan:

a = fase ekuilibrium

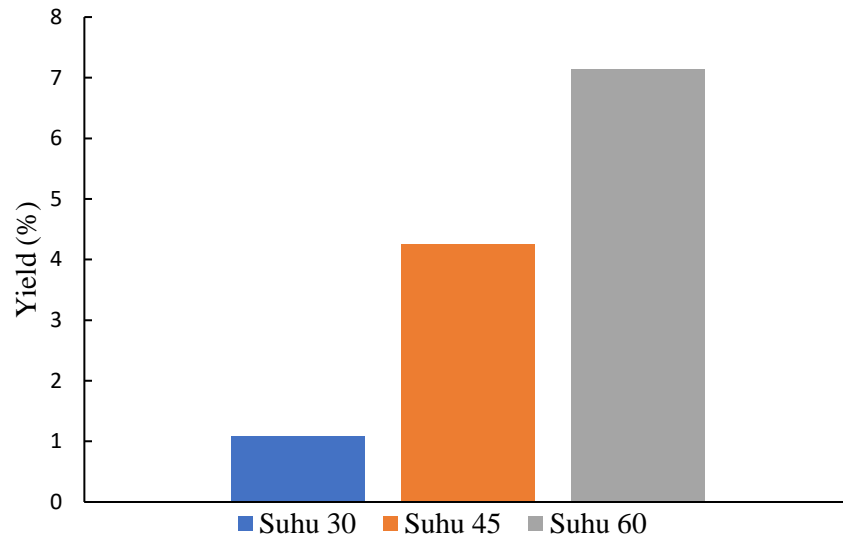
b = fase transisi

c = fase difusi

Gambar 4.1 Pengaruh Lama Waktu Ekstraksi terhadap Yield Antosianin metode *Ultrasound-assisted Extraction* pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02

Secara umum, pada proses ekstraksi terdapat tiga tahap penting yaitu: fase ekuilibrium (*equilibrium phase*), fase transisi (*transition phase*), dan fase difusi (*diffusion phase*). Pada fase ekuilibrium (*equilibrium phase*) ini terjadi perpindahan substrat yang terdapat pada lapisan luar dari matriks. Perpindahan substrat tersebut berlangsung dengan laju yang konstan. Kemudian, dilanjutkan dengan fase transisi (*transition phase*) dimana pada tahap ini terjadi perpindahan massa secara konveksi dan difusi. Dan pada fase yang terakhir yaitu fase difusi (*diffusion phase*) ini laju ekstraksi berjalan dengan lambat, yang dimana pada fase ini dikarakterkan dengan keluarnya ekstrak melalui mekanisme difusi. Pada proses ekstraksi, fase difusi (*diffusion phase*) ini sering dianggap sebagai tahap pembatas (*limiting step*) (Raynie 2000).

Pada gambar 4.1 menunjukkan adanya hubungan antara waktu ekstraksi dan *yield* zat warna alami. Pada ekstraksi zat warna dari bunga telang, *yield* terbaik dicapai pada waktu ekstraksi 90 menit dengan suhu 60°C dan rasio F/S 0.02 g/ml didapatkan *yield* sebesar 7,125%. *Yield* tertinggi didapatkan pada waktu ekstraksi 90 menit, akan tetapi setelah melewati waktu ekstraksi 90 menit telah diamati adanya penurunan *yield* sehingga hasil ekstrak yang didapat semakin sedikit seiring bertambahnya waktu. Secara umum, dengan semakin lama waktu ekstraksi, maka *yield* yang diperoleh juga akan semakin besar. Akan tetapi, dengan semakin lama waktu ekstraksi, maka peningkatan *yield* yang diperoleh menjadi semakin kecil (Mehmood *et al.*, 2019)



Gambar 4.2 Pengaruh Suhu terhadap Yield Antosianin metode *Ultrasound-assisted Extracion* pada rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit

Suhu adalah salah satu parameter utama yang mempengaruhi konsentrasi antosianin dari bunga telang. Seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.2, diamati bahwa konsentrasi antosianin meningkat dengan kenaikan suhu dari 30 ° C menjadi 60 ° C. Hal ini disebabkan oleh fakta bahwa peningkatan suhu pelarut membuat difusivitas pelarut meningkat. Jadi, bisa dengan mudah mengisi dan mengekstrak zat terlarut (Budiyati *et al.*, 2012).

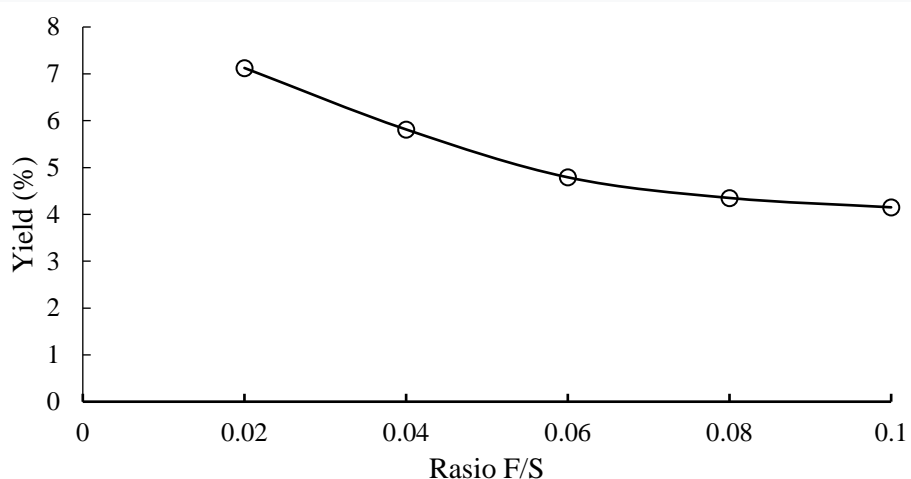
Dari Gambar 4.2 kandungan antosianin tertinggi adalah pada suhu 60 ° C, 1,425 g / L. Dalam penelitian sebelumnya, dalam maserasi dengan kondisi yang sama, kandungan antosianin adalah 1,08 g / L (Sinha, Das (Saha) and Datta, 2012). Ketika di atas 80 ° C, ekstrak bunga telang akan menjadi teduh kehitaman karena ada sumber organik kehilangan dan antosianin tidak stabil. Dan ada endapan coklat pada suhu yang lebih tinggi, karena tidak adanya senyawa fenolik o-dihidroksi dan polifenol oksidase dan membentuk chalcone yang membuat tidak berwarna (Laleh *et al.*, 2006).

Dari hasil tersebut, dengan meningkatnya suhu, bisa membuat waktu lebih singkat untuk mendapatkan puncak tertinggi. Data ini menunjukkan bahwa menerapkan suhu yang lebih tinggi mungkin cara paling efektif untuk mengekstrak antosianin dari bunga telang menggunakan *ultrasound assisted extraction*. Namun, suhu yang lebih tinggi dapat menyebabkan penurunan konsentrasi antosianin

karena degradasi termal antosianin. Hal ini dikarenakan antosianin rentan terhadap suhu. Pada suhu yang tinggi, antosianin dapat mengalami degradasi. Pada penelitian lain, ekstraksi zat warna dari bunga telang mulai terlihat menghitam apabila di atas suhu 80°C. Dapat disimpulkan bahwa 60 °C adalah ekstraksi antosianin suhu terbaik.

4.2.2. Pengaruh Rasio Bahan dengan Pelarut Ekstraksi terhadap Kadar Antosianin yang Terekstrak

Gambar 4.2 menunjukkan bahwa konsentrasi tertinggi antosianin dari bunga telang adalah 60 ° C dan 90 menit. Kondisi ini akan digunakan untuk mengamati pengaruh pakan terhadap rasio pelarut. Rasio bahan terhadap pelarut adalah salah satu parameter penting yang mempengaruhi ekstraksi antosianin dari bunga telang. Pembahasan mengenai rasio antara bahan dengan pelarut ini berguna di kemudian hari apabila proses scale up dilakukan untuk ekstraksi antosianin dari bunga telang. Hal ini dilakukan agar dapat diperoleh yield yang optimal. Secara umum, pada proses ekstraksi zat warna dari bunga telang menggunakan *ultrasound assisted extraction* menunjukkan bahwa semakin banyak bahan baku yang digunakan, maka kadar antosianin yang terekstrak semakin banyak pula.



Gambar 4.3 Pengaruh Rasio Bahan dengan Pelarut terhadap Yield Antosianin metode *Ultrasound-assisted Extraction* pada suhu 60°C dan waktu 70 menit

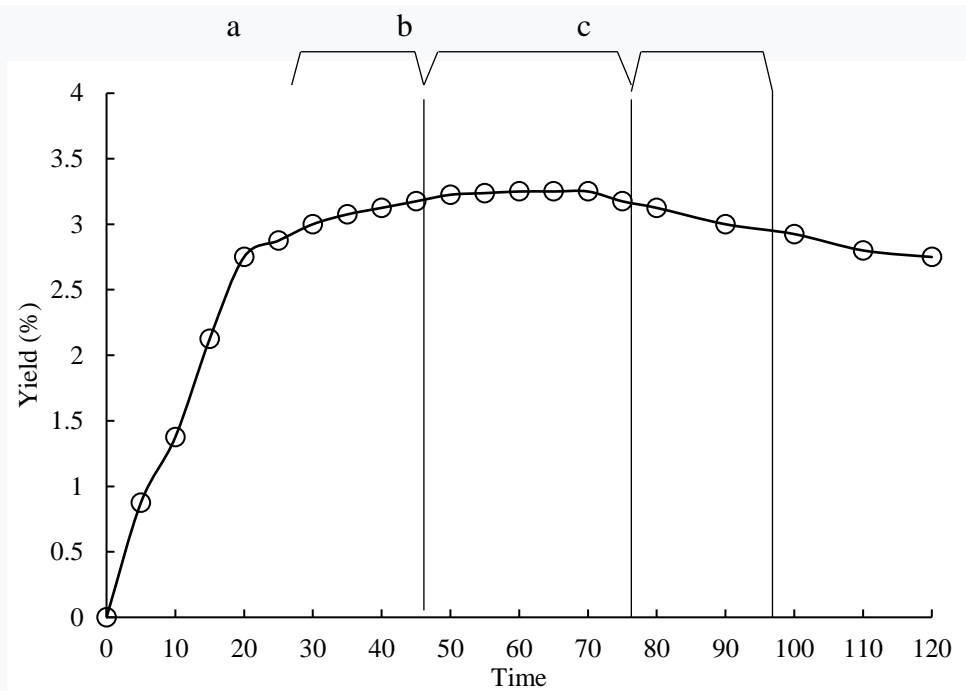
Gambar 4.3 menunjukkan bahwa semakin besar rasio bahan terhadap pelarut. Dapat dilihat jumlah kandungan antosianin bunga telang semakin besar seiring bertambahnya rasio bahan terhadap pelarut yang digunakan. Pengaruh rasio bahan terhadap pelarut dilakukan dalam kisaran 0,02 hingga 0,1. Seperti yang

ditunjukkan pada gambar 4.3, diamati bahwa konsentrasi antosianin meningkat secara linier dengan peningkatan ke rasio bahan terhadap pelarut. Pada rasio bahan terhadap pelarut (rasio bunga telang dengan aquades) 0,08 hingga 0,1, konsentrasi antosianin mulai stagnan. Hal itu disebabkan karena pelarut memiliki batas untuk mengekstraksi matriks bunga yaitu antosianin. Dapat disimpulkan bahwa pelarut yang digunakan untuk mengekstraksi bunga telang mengalami kondisi jenuh (Sari, P., Agustina, F., Komar, M., Unus, Fauzi, M., & Lindriati, 2005). Jika berat bunga meningkat, tingkat antosianin juga meningkat. Ketika rasio pakan terhadap pelarut muncul, jumlah air lebih sedikit, bunga mungkin belum diekstraksi secara optimal. Hal ini menyebabkan peningkatan ekstrak konsentrasi antosianin yang dihasilkan tidak sejalan dengan peningkatan massa bunga. Oleh karena itu, hasil antosianin harus dihitung untuk mengamati ekstraksi yang optimal.

4.4. Parameter yang Berpengaruh pada Ekstraksi Zat Warna Daun Tarum dengan Metode *Ultrasound-assisted Extraction* dan *Microwave-assisted Extraction*

4.4.1. Pengaruh Lama Waktu dan Suhu Ekstraksi terhadap Yield Indigo yang Terekstrak

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pengaruh waktu dan suhu ekstraksi terhadap *yield* dari daun tarum (*Indigofera tinctoria*). Waktu ekstraksi yang digunakan adalah 30-120 menit dengan suhu ekstraksi 30°C dan 60°C.



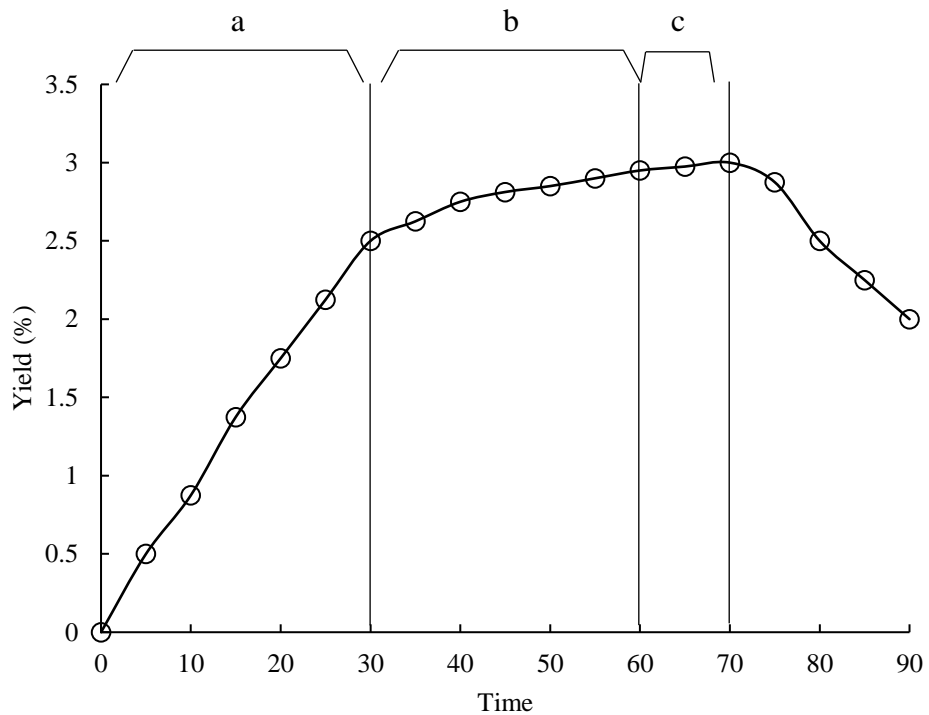
Keterangan:

a = fase ekuilibrium

b = fase transisi

c = fase difusi

Gambar 4.4 Pengaruh Lama Waktu terhadap Yield Indigo metode *Ultrasound-assisted Extraction* pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02



Keterangan:

a = fase ekuilibrium

b = fase transisi

c = fase difusi

Gambar 4.5 Pengaruh Lama Waktu terhadap Yield Indigo metode *Microwave-assisted Extraction* pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02

Secara umum, pada proses ekstraksi terdapat tiga tahap penting yaitu: fase ekuilibrium (*equilibrium phase*), fase transisi (*transition phase*), dan fase difusi (*diffusion phase*). Pada fase ekuilibrium (*equilibrium phase*) ini terjadi perpindahan substrat yang terdapat pada lapisan luar dari matriks. Perpindahan substrat tersebut berlangsung dengan laju yang konstan. Kemudian, dilanjutkan dengan fase transisi (*transition phase*) dimana pada tahap ini terjadi perpindahan massa secara konveksi dan difusi. Dan pada fase yang terakhir yaitu fase difusi (*diffusion phase*) ini laju ekstraksi berjalan dengan lambat, yang dimana pada fase ini dikarakterkan dengan keluarnya ekstrak melalui mekanisme difusi. Pada proses ekstraksi, fase difusi (*diffusion phase*) ini sering dianggap sebagai tahap pembatas (*limiting step*) (Raynie 2000).

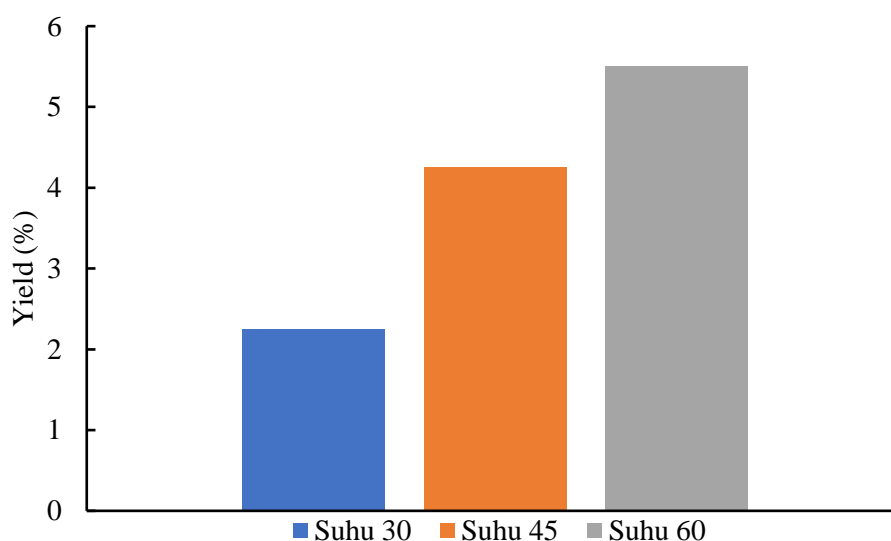
Pada gambar 4.4 menunjukkan adanya hubungan antara waktu ekstraksi

dan *yield* zat warna alami. Pada gambar 4.4, dapat dilihat fase ekuilibrium terjadi pada menit pertama hingga menit ke-20. Fase transisi terjadi pada menit ke-20 hingga menit ke-50, dan fase difusi terjadi pada menit ke-50-70. Pada ekstraksi zat warna dari daun tarum, *yield* terbaik dicapai pada waktu ekstraksi 70 menit dengan suhu 60°C dan rasio CaO (w/w) 0.05 g/g didapatkan *yield* sebesar 3,25%. Kondisi terbaik adalah pada waktu ekstraksi 70 menit. Secara umum, dari percobaan yang telah dilakukan dapat dilihat bahwa adanya peningkatan *yield* seiring dengan bertambahnya waktu ekstraksi. Peningkatan hasil ekstraksi ini disebabkan karena pada durasi awal pemaparan gelombang ultrasonik akan meningkatkan *swelling* dan hidrasi material akibat adanya efek kavitasi. Kavitasi menginduksi terbentuknya mikrojet pada permukaan bahan sehingga dapat merusak bahan dan menyebabkan pelarut mudah berdifusi ke dalam matriks bahan. Pada kondisi tersebut kemampuan pelarut untuk mengekstrak zat warna semakin meningkat sehingga *yield* zat warna yang didapat semakin besar. Sedangkan adanya perubahan zat warna menjadi warna hijau setelah melewati waktu ekstraksi 70 menit, dapat terjadi karena paparan gelombang ultrasonik melalui pelarut secara terus menerus akan menyebabkan destruksi struktur zat warna (Comlekcioglu, Efe and Karaman, 2015).

Pada gambar 4.5 menunjukkan adanya hubungan antara waktu ekstraksi dan *yield* zat warna alami. Pada gambar 4.5, dapat dilihat fase ekuilibrium terjadi pada menit pertama hingga menit ke-30. Fase transisi terjadi pada menit ke-20 hingga menit ke-50, dan fase difusi terjadi pada menit ke-50-70. Dibandingkan dengan metode *ultrasound-assisted extraction* pada gambar 4.4, metode *microwave-assisted extraction* pada gambar 4.5 memiliki fase ekuilibrium lebih lama dibandingkan dengan metode *ultrasound-assisted extraction*. Hal ini dikarenakan efek kavitasi yang disebabkan oleh gelombang ultrasonik memiliki pengaruh yang tinggi terhadap ekstraksi yang dilakukan. Pada ekstraksi zat warna dari daun tarum, *yield* terbaik dicapai pada waktu ekstraksi 70 menit dengan suhu 60°C dan rasio CaO (w/w) 0.05 g/g didapatkan *yield* sebesar 3,001%. *Yield* tertinggi didapatkan pada waktu ekstraksi 70 menit, akan tetapi setelah melewati waktu ekstraksi 70 menit telah diamati adanya penurunan *yield* sehingga hasil ekstrak yang didapat semakin sedikit seiring bertambahnya waktu. Secara umum, dengan semakin lama waktu ekstraksi, maka *yield* yang diperoleh juga akan

semakin besar. Akan tetapi, dengan semakin lama waktu ekstraksi, maka peningkatan yield yang diperoleh menjadi semakin kecil (Wang JX, Xiao XH, 2008).

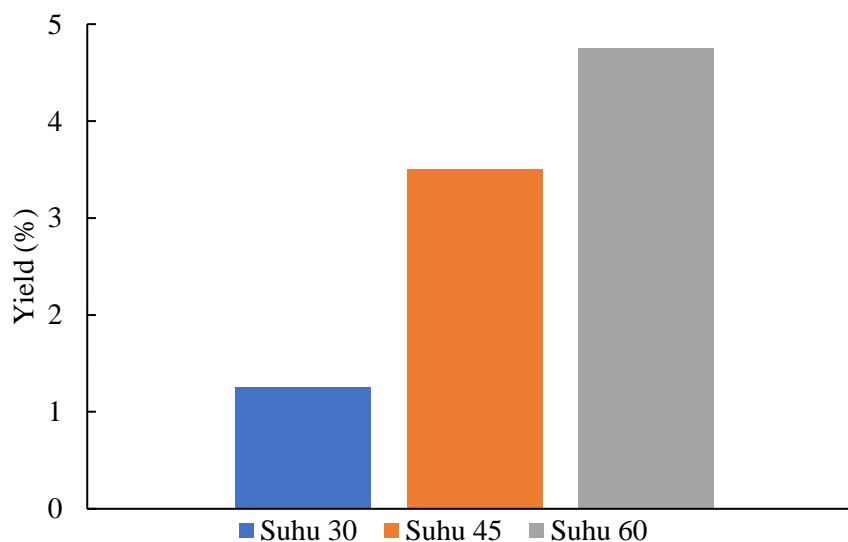
Salah satu keuntungan ekstraksi dengan bantuan *microwave* adalah dibutuhkan waktu yang singkat dibandingkan dengan metode konvensional. Karena pemanasan dengan menggunakan *microwave* bersifat selektif dan volumetric. Pemanasan bersifat selektif dalam arti radiasi gelombang mikro bisa langsung menembus labu yang bersifat transparan (meneruskan gelombang mikro), sehingga radiasinya bisa langsung diserap oleh bahan dan pelarut yang bersifat menyerap gelombang mikro. Sedangkan pemanasan bersifat volumetrik dalam arti terjadi pemanasan langsung pada keseluruhan volume bahan sehingga pemanasannya bisa seragam (merata) dan berlangsung lebih cepat.



Gambar 4.6 Pengaruh Suhu Ekstraksi metode *Ultrasound-assisted Extraction* terhadap Yield Indigo pada rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit

Suhu adalah salah satu faktor yang mempengaruhi efisiensi dan selektivitas ekstraksi. Selain itu, suhu juga bisa mempengaruhi sifat fisikokimia air dimana pada suhu tinggi, polaritas air mengurangi dan dengan demikian meningkatkan kelarutan kurang polar senyawa dalam air. Dengan ini menerangkan bahwa pada suhu yang lebih tinggi, air mampu mengekstraksi lebih besar jumlah senyawa (Rahman, Tumin and Tajuddin, 2013).

Pada Gambar 4.6 menunjukkan adanya pengaruh suhu ekstraksi terhadap *yield* zat warna yang dihasilkan. *Yield* tertinggi hasil ekstraksi daun tarum pada suhu 60°C dengan waktu ekstraksi 70 menit dan rasio CaO (w/w) 0.1 g/g yakni 5.5%. Sedangkan *yield* tertinggi hasil ekstraksi daun tarum pada suhu 30°C dengan waktu ekstraksi 70 menit dan rasio CaO (w/w) 0.1 g/g yakni 2,25%. Dapat dilihat bahwa *yield* pada suhu 60°C lebih tinggi daripada *yield* pada suhu 30°C. Temperatur ekstraksi memiliki pengaruh yang besar pada proses UAE. Peningkatan temperatur mempengaruhi penurunan viskositas dan tegangan permukaan pelarut sehingga dapat menurunkan nilai ambang kavitas. Nilai ambang kavitas yang semakin rendah menyebabkan gelembung kavitas lebih mudah terbentuk. Pemecahan gelembung kavitas dapat menyebabkan dinding sel bahan mengalami kerusakan. Kerusakan tersebut mengakibatkan pelarut semakin mudah berdifusi ke dalam matriks bahan dan mengekstrak zat warna sehingga hasil ekstrak meningkat (Mason and Lorimer, 2004). Penelitian lain juga menyebutkan bahwa ekstraksi dengan kondisi suhu yang lebih tinggi akan mengakibatkan hasil yang terekstrak semakin banyak, akan tetapi dapat juga menurunkan kualitas dari zat yang diekstrak dan dapat mengubah struktur komposisinya (Maugard *et al.*, 2001).

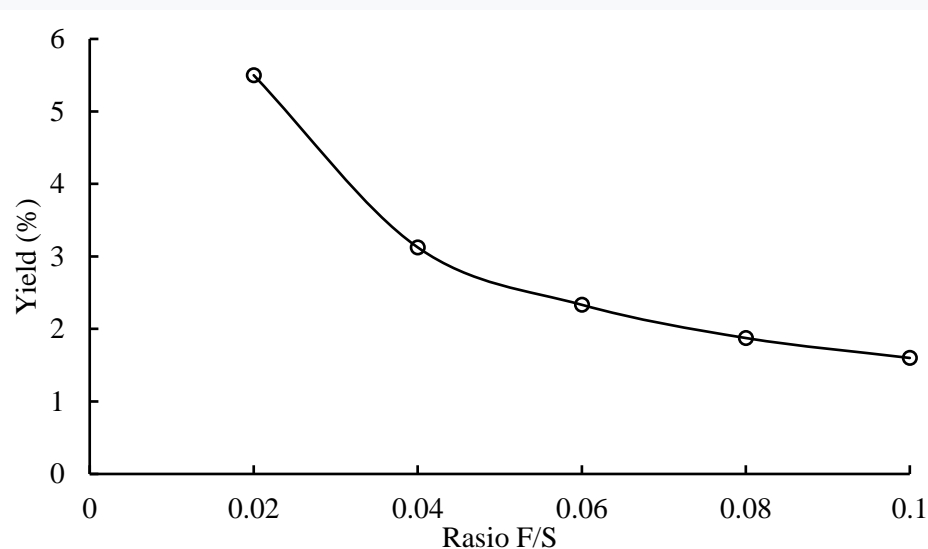


Gambar 4.7. Pengaruh Suhu Ekstraksi terhadap Yield Indigo metode *Microwave-assisted Extraction* pada rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit

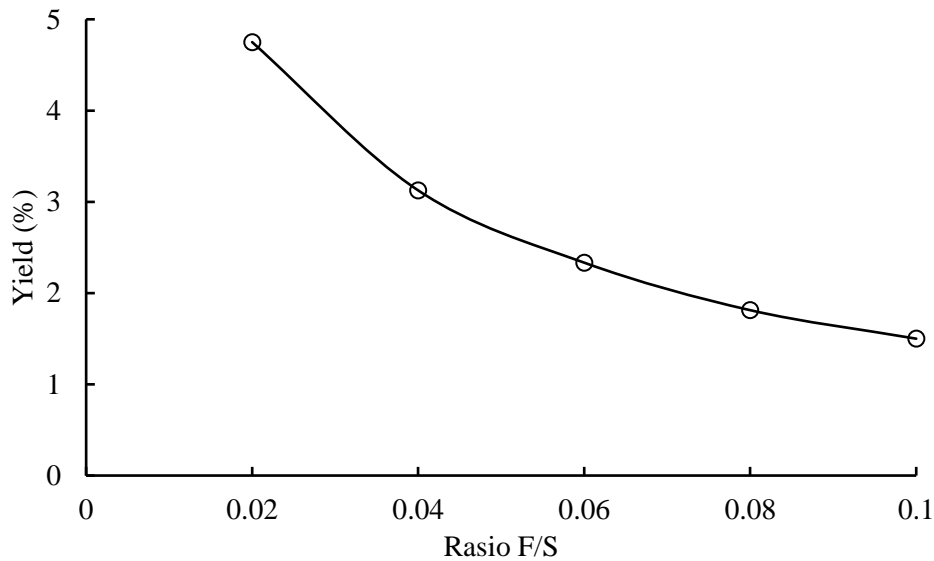
Pada gambar 4.7 menunjukkan adanya pengaruh suhu ekstraksi terhadap

yield zat warna yang dihasilkan. *Yield* tertinggi hasil ekstraksi daun tarum pada suhu 60°C dengan waktu ekstraksi 70 menit dan rasio CaO (w/w) 0.1 g/g yakni 4,75%. Sedangkan *yield* tertinggi hasil ekstraksi daun tarum pada suhu 30°C dengan waktu ekstraksi 70 menit dan rasio CaO (w/w) 0.1 g/g yakni 1,25%. Dapat dilihat bahwa *yield* pada suhu 60°C lebih tinggi daripada *yield* pada suhu 30°C. Dibandingkan dengan metode *Ultrasound-assisted Extraction* pada gambar 4.6, metode *Microwave-assisted Extraction* (gambar 4.7) memiliki *yield* hasil ekstraksi yang lebih rendah. Sehingga dapat dikatakan bahwa metode *Ultrasound-assisted Extraction* menghasilkan *yield* yang lebih banyak dibandingkan dengan metode *Microwave-assisted Extraction*. Temperatur ekstraksi memiliki pengaruh yang besar pada proses MAE. Dengan peningkatan suhu, pelarut memiliki kapasitas lebih tinggi untuk melarutkan senyawa indigo, sementara tegangan permukaan dan viskositas pelarut berkurang, sehingga dapat meningkatkan untuk melakukan penetrasi dan mengekstrak senyawa indigo (Sun *et al.*, 2016). Penelitian lain juga menyebutkan bahwa ekstraksi dengan kondisi suhu yang lebih tinggi akan mengakibatkan hasil yang terekstrak semakin banyak, akan tetapi dapat juga menurunkan kualitas dari zat yang diekstrak dan dapat mengubah struktur komposisinya (Mehmood *et al.*, 2019).

4.4.2. Pengaruh Rasio Bahan dengan Pelarut dan Rasio CaO dengan Bahan terhadap Yield Indigo yang Terekstrak



Gambar 4.8 Pengaruh Rasio F/S (g/mL) terhadap *Yield* Indigo metode *Ultrasound-assisted Extraction* pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02

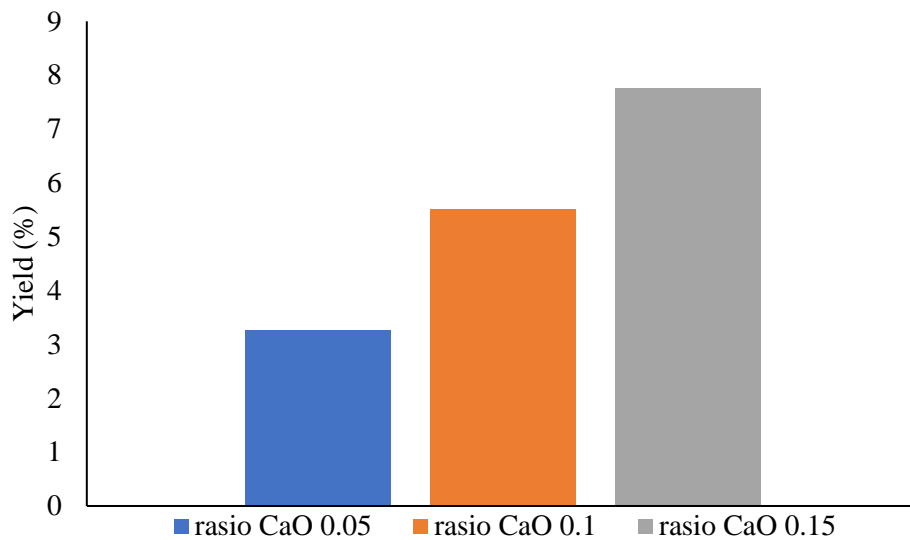


Gambar 4.9 Pengaruh Rasio F/S (g/mL) terhadap *Yield* Indigo metode Microwave-assisted Extraction pada suhu 60°C dan rasio F/S 0,02

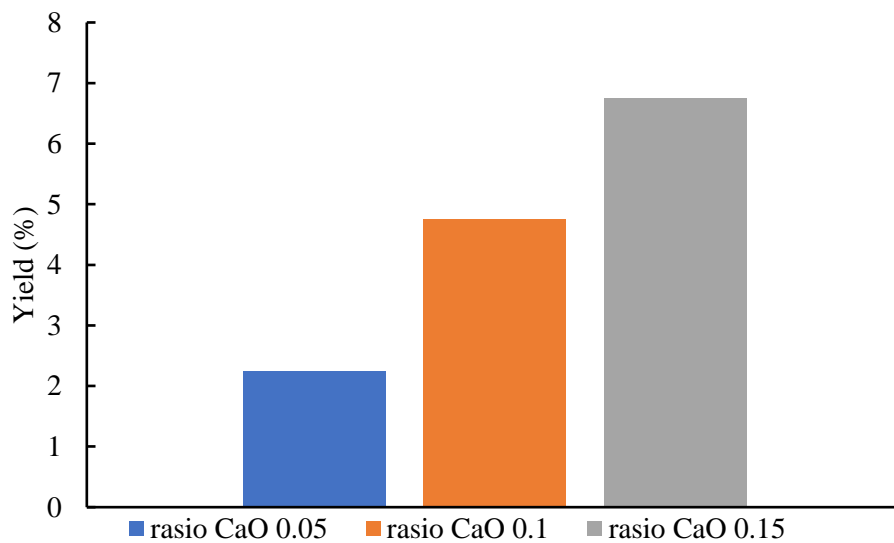
Gambar 4.8 menunjukkan adanya hubungan antara rasio F/S (g/mL) dan *yield* zat warna alami. Rasio F/S yang digunakan pada penelitian ini yaitu 0.02 g/mL; 0.04 g/mL; 0.06 g/mL; 0.08 g/mL; dan 0.1 g/mL. Berdasarkan gambar 4.8 dapat dilihat bahwa semakin besar rasio bahan baku terhadap pelarut, maka *yield* yang didapatkan akan semakin kecil. Adanya penurunan *yield* yang diperoleh, ketika semakin besar rasio antara bahan terhadap pelarut (rasio daun tarum dengan aquades). Hal ini disebabkan karena jumlah air dalam labu pada proses ekstraksi zat warna daun tarum dengan metode *ultrasound assisted extraction*. Jumlah rasio antara bahan dengan pelarut ini berpengaruh dalam perolehan *yield* zat warna. Jumlah pelarut yang ada dalam labu memiliki jumlah yang sama pada setiap proses ekstraksi zat warna daun tarum yaitu 200 ml. *Yield* tertinggi untuk ekstraksi ini didapatkan pada rasio F/S 0.02 g/mL. Hal ini dapat terjadi karena pada rasio F/S terkecil yakni 0.02 g/mL, daun tarum dapat terekstrak dengan baik dengan tingkat kepadatan bahan yang tidak terlalu tinggi. Tingkat kepadatan bahan berhubungan dengan ruang antarmolekul bahan. Kepadatan bahan yang terlalu tinggi menyebabkan interaksi antara pelarut dan bahan semakin kecil sehingga dapat menurunkan *yield* dari zat warna (Kusuma, Altway and Mahfud, 2019). Peningkatan jumlah *yield* ini seiring dengan semakin sedikitnya jumlah bahan yang akan diekstrak atau jumlah pelarut yang semakin besar. Hal ini dikarenakan

pengeluaran senyawa target ke dalam pelarut dapat berjalan lebih optimal dan pelarut mengalami kejenuhan dapat dihindari (Pragna *et al.*, 2019).

Sedangkan pada gambar 4.9 menunjukkan adanya hubungan antara rasio F/S (g/mL) dan *yield* zat warna alami. Rasio F/S yang digunakan pada penelitian ini yaitu 0.02 g/mL; 0.04 g/mL; 0.06 g/mL; 0.08 g/mL; dan 0.1 g/mL. Berdasarkan gambar 4.9 dapat dilihat bahwa semakin besar rasio bahan baku terhadap pelarut, maka *yield* yang didapatkan akan semakin kecil. Adanya penurunan *yield* yang diperoleh, ketika semakin besar rasio antara bahan terhadap pelarut (rasio daun tarum dengan aquades). Pada gambar 4.9 dapat dilihat memiliki *trendline* yang sama dengan gambar 4.8. Hal ini disebabkan karena jumlah air dalam labu pada proses ekstraksi zat warna daun tarum dengan metode *microwave-assisted extraction*. Jumlah rasio antara bahan dengan pelarut ini berpengaruh dalam perolehan *yield* zat warna. Jumlah pelarut yang ada dalam labu memiliki jumlah yang sama pada setiap proses ekstraksi zat warna daun tarum yaitu 200 ml. *Yield* tertinggi untuk ekstraksi ini didapatkan pada rasio F/S 0.02 g/mL. Hal ini dapat terjadi karena pada rasio F/S terkecil yakni 0.02 g/mL, daun tarum dapat terekstrak dengan baik. Tingkat kepadatan bahan berhubungan dengan ruang antarmolekul bahan. Kepadatan bahan yang terlalu tinggi menyebabkan interaksi antara pelarut dan bahan semakin kecil sehingga dapat menurunkan *yield* dari zat warna (Kusuma and Mahfud, 2018). Selain itu, dengan adanya jumlah daun tarum yang lebih sedikit, maka energi microwave yang terserap akan lebih banyak. Peningkatan jumlah *yield* ini seiring dengan semakin sedikitnya jumlah bahan yang akan diekstrak atau jumlah pelarut yang semakin besar. Hal ini dikarenakan pengeluaran senyawa target ke dalam pelarut dapat berjalan lebih optimal dan pelarut mengalami kejenuhan dapat dihindari (Chanayath, Lhieochaiphant and Phutrakul, 2002). Dari gambar



Gambar 4.10 Pengaruh Rasio CaO dengan Bahan terhadap Yield Indigo metode *Ultrasound-assisted Extraction* pada suhu 60°C, rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit



Gambar 4.11 Pengaruh Rasio CaO dengan Bahan terhadap Yield Indigo metode *Microwave-assisted Extraction* pada suhu 60°C, rasio F/S 0,02 dan waktu 70 menit

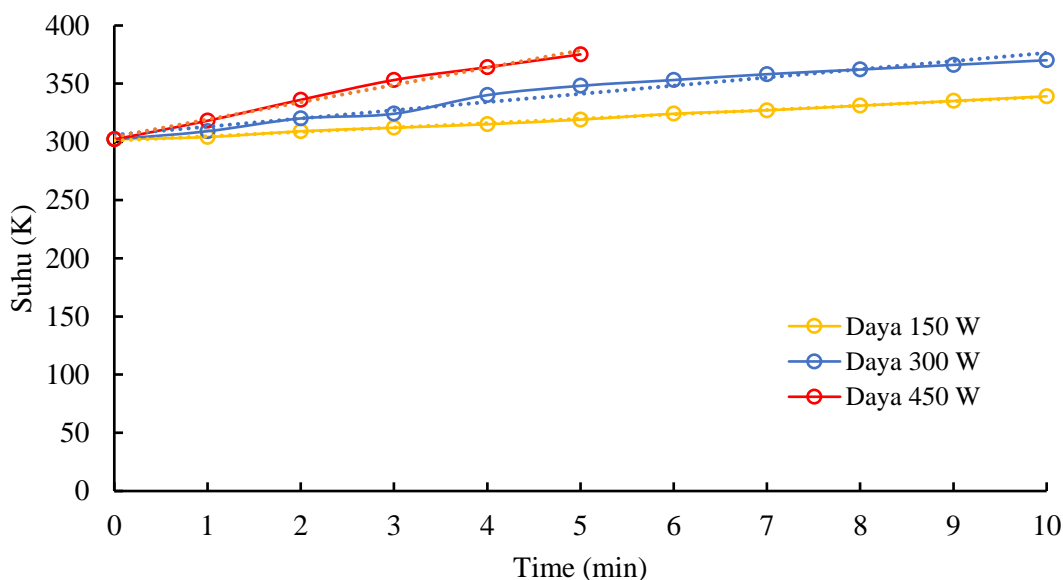
CaO atau batu kapur dalam proses ekstraksi zat warna daun tarum digunakan sebagai absorben. Pemilihan CaO ini dikarenakan CaO atau batu kapur sangat bagus untuk mengikat zat warna. Pada ekstraksi zat warna biru dari daun tarum dibutuhkan pemurnian secara adsorbs untuk meningkatkan kualitas indigo

hasil ekstraksi.

Rasio atau perbandingan antara CaO dengan daun tarum pada gambar 4.7 menunjukkan pengaruh ekstraksi terhadap waktu dengan perbedaan rasio CaO dengan bahan. Semakin tinggi rasio CaO dengan bahan, semakin tinggi yield yang terekstrak. Hasil ekstrak tertinggi yakni pada rasio CaO terhadap bahan 0,15, yakni sebesar 7,75%. Hal ini dikarenakan CaO digunakan sebagai oksidator dan floagulant yang akan mengikat indigo lebih cepat dan lebih banyak. Sehingga jumlah indigo yang terendapkan dengan CaO semakin banyak (Secretariat and Agriculture, 2018).

4.5. Kebutuhan Daya pada Ekstraksi Zat Warna Daun Tarum dengan Metode *Ultrasound-assisted Extraction* dan *Microwave-assisted Extraction*

Pada *microwave-assisted extraction* menggunakan *Indigofera tinctoria* L., 3 perbedaan daya yang digunakan sebagai parameter, 150 watt, 300 watt dan 450watt, diselediki dengan meninjau kenaikan suhu dan hasil yield ekstraksi yang dihasilkan. Profil suhu dari berbagai daya diperlihatkan dari **gambar 4.12**.



Gambar 4.12 Profil Suhu *Micowave* dengan berbagai Daya

Seperti yang ditunjukkan pada gambar 4.8, di bawah tingkat daya yang berbeda, semua kurva suhu mengalami peningkatan suhu akhir pada daya 150 watt, 300 watt dan 450 watt berturut-turut. Ketika tenaga *microwave* naik, bagian

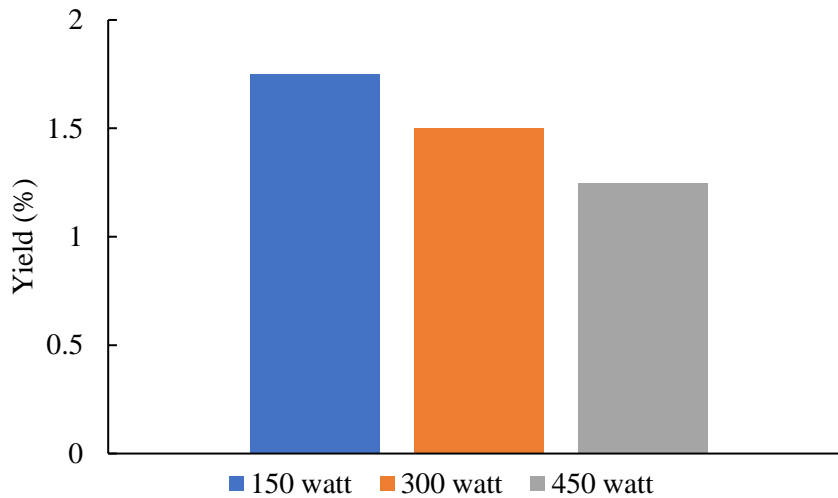
pemanasan memiliki tingkat kenaikan suhu yang lebih besar. Hal ini dikarenakan kekuatan *microwave* yang lebih tinggi, yang membuat interaksi antara medan *microwave* dan molekul air material lebih intensif, dan mempercepat dehidrasi material (Li dkk., 2013). Selain itu, bahasan terkait laju pemanasan untuk setiap daya perlu untuk dikaji, dengan melakukan regresi dari setiap garis sehingga didapatkan persamaan untuk setiap garis kurva berturut-turut dari daya 150 watt-450 watt, dengan masing-masingnya sebagai berikut.

Laju pemanasan didefinisikan sebagai, sehingga $\beta = \frac{dT}{dt}$ laju pemanasan pada setiap daya ditampilkan pada tabel 4.1.

Tabel 4.1 Pengaruh berbagai daya terhadap laju pemanasan

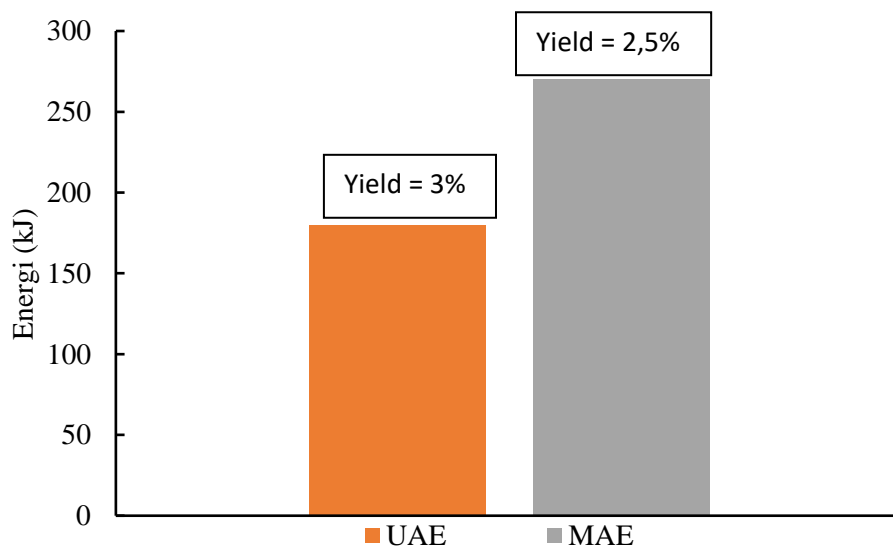
| Daya <i>Microwave</i> (watt) | Laju pemanasan, β (K/min) |
|------------------------------|---------------------------------|
| 150 | 3,7636 |
| 300 | 7,0455 |
| 450 | 14,857 |

Hubungan antara daya *microwave* dan laju pemanasan ditunjukkan pada tabel 4.1 yang menjelaskan bahwa laju pemanasan meningkat ketika daya *microwave* meningkat. Hal ini menunjukkan bahwa kekuatan *microwave* yang lebih besar dapat meningkatkan laju pemanasan dari proses ekstraksi. Daya yang dipilih dengan tepat untuk mendapatkan suhu yang diinginkan tanpa mencapai suhu yang berlebihan dan tekanan berlebihan jika wadah dalam keadaan tertutup. Namun, peningkatan daya dengan waktu iradiasi yang lebih lama dapat menyebabkan hilangnya pelarut dengan penguapan (Kaufmann B, 2002).



Gambar 4.13 Pengaruh Daya terhadap Yield Indigo metode *Microwave-assisted Extraction* pada suhu 60°C, rasio F/S 0,02 dan waktu 20 menit

Dari gambar 4.13 menunjukkan bahwa pada daya 150 mendapatkan hasil ekstraksi yang maksimal daripada daya 300 dan 450 W. Hal ini menunjukkan bahwa itu meningkatkan daya *microwave* bukan metode yang efektif untuk mencapai tingkat suhu ekstraksi yang ideal. Hal ini dikarenakan pada daya tinggi, panas yang sangat berlebih dapat merusak zat warna yang akan diekstrak (Xiao, Weihua, Lujia Han, 2008).



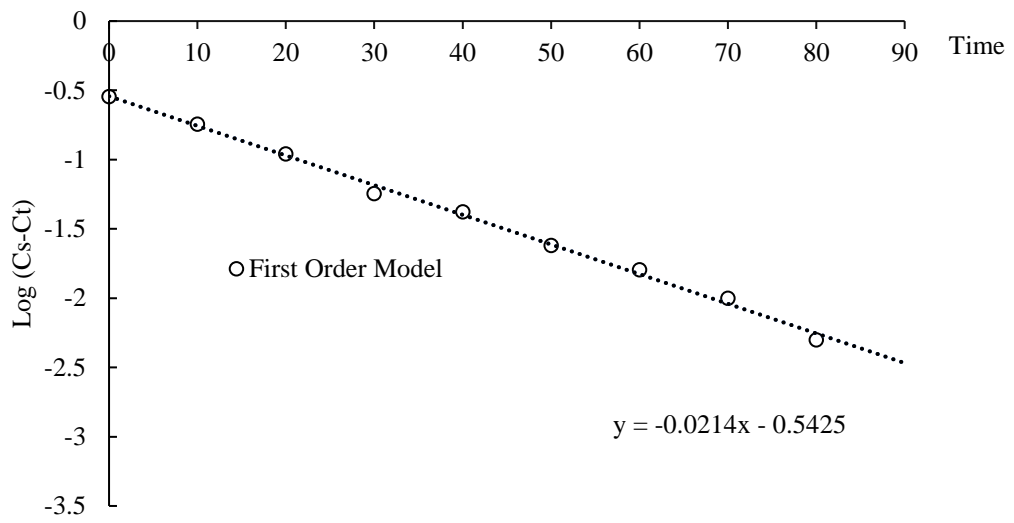
Gambar 4.14. Kebutuhan Energi pada metode *Ultrasound-assisted Extraction* dan *Microwave-assisted extraction* dengan waktu 30 menit

Pada gambar 4.14, dapat dilihat bahwa kebutuhan energi yang dibutuhkan untuk metode *microwave-assisted extraction* dengan daya 150 Watt lebih banyak dibandingkan dengan metode *ultrasound-assisted extraction* dengan daya 100 Watt. Dari metode UAE dengan daya 100 W, didapatkan yield yang lebih tinggi daripada metode MAE pada daya 150 W. Hal ini sesuai dengan penjelasan sebelumnya yang menyatakan bahwa semakin tinggi daya, yield hasil ekstraksi yang didapat semakin rendah.

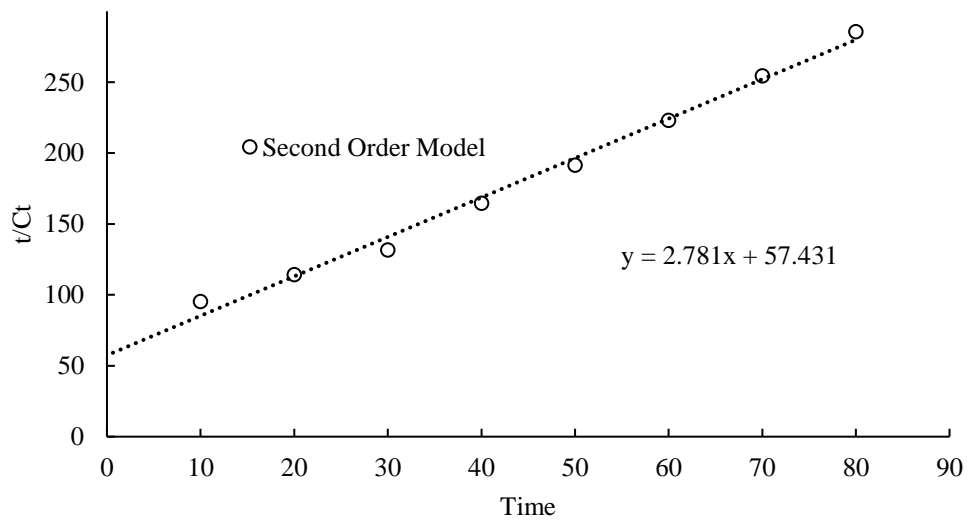
4.6. Pemodelan Kinetika pada Ekstraksi Zat Warna dari Bunga Telang dan Daun Tarum dengan Metode *Ultrasound-assisted Extraction* dan *Microwave assisted Extraction*

4.6.1. Kinetika Ekstraksi Bunga Telang

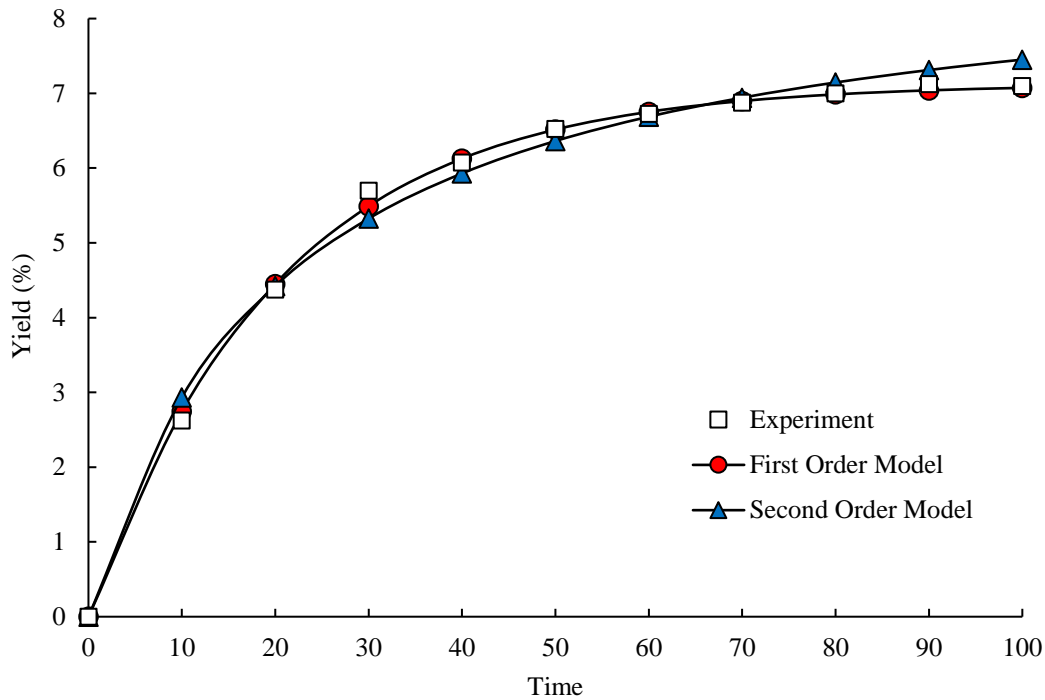
Pada ekstraksi zat warna antosianin dari bunga telang menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*, dapat dilihat bahwa *yield* zat warna bunga telang yang diperoleh akan meningkat secara cepat di awal dan kemudian akan semakin menurun hasil ekstrak seiring dengan semakin lamanya waktu ekstraksi. Perubahan *yield* zat warna biru antosianin bunga telang yang diperoleh dapat ditunjukkan dengan cara membuat *plot* antara *yield* dengan waktu ekstraksi. Kemudian dapat digunakan untuk mengetahui serta mempelajari model kinetika pada ekstraksi zat warna biru antosianin bunga telang dengan menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* yang pada penelitian ini akan dipelajari model kinetika orde satu dan orde dua. Untuk mempelajari model kinetika orde satu pada ekstraksi daun tarum yang menggunakan metode metode *ultrasound-assisted extraction* dengan rasio F/S 0,02 g/ml, suhu 60°C dan frekuensi 40 Hz.



(a)



(b)



(c)

Gambar 4.15. Kinetika ekstraksi pada ekstraksi zat warna biru antosianin bunga telang dengan metode *ultrasound-assisted extraction* (rasio F/S 0,02 g/mL, suhu 60°C, dan frekuensi 40 Hz): (a) Model orde satu; (b) Model orde dua dan (c) Perbandingan antara model kinetika ekstraksi

Untuk mempelajari model kinetika orde satu pada ekstraksi pada ekstraksi antosianin bunga telang dengan metode *ultrasound-assisted extraction* (suhu 60°C, rasio F/S 0,02 g/ml, frekuensi 40 Hz), maka dapat dilakukan dengan cara membuat *plot* antara $\log(C_S - C_t)$ dengan t dengan ditentukan parameter C_S berupa hasil tertinggi ekstrak dan k_1 , sedangkan untuk model kinetika orde dua dapat dilakukan dengan cara membuat *plot* antara t/C_t dengan t . Selanjutnya dilakukan linierisasi terhadap *plot* tersebut untuk mendapatkan *slope* dan *intercept* yang nantinya dapat digunakan untuk menentukan nilai k_1 dan C_S dari hasil perhitungan model, begitupun pada model kinetika orde dua untuk menentukan nilai k_2 dan C_S . Untuk menentukan model yang dapat merepresentasikan hasil eksperimen dari ekstraksi pada ekstraksi antosianin bunga telang dengan metode *ultrasound-assisted extraction* (suhu 60°C, rasio F/S 0,02 g/ml, frekuensi 40 Hz), maka pada penelitian ini dapat dilihat dari nilai R^2 dan *Root Mean Square Error* (RSME) dari setiap

model kinetika yang digunakan. Suatu model kinetika dikatakan dapat merepresentasikan hasil eksperimen dengan baik apabila memiliki nilai R^2 yang mendekati 1 (satu) dan nilai RSME yang kecil.

Tabel 4.2. Linierisasi model kinetika orde satu dan orde dua dari ekstraksi antosianin bunga telang dengan metode *ultrasound-assisted extraction*

| Metode ekstraksi | Model kinetika | | | |
|---------------------------------------|----------------------------|--------|-------------------|--------|
| | Orde satu | | Orde dua | |
| <i>Ultrasound assisted extraction</i> | <i>Slope*</i> | 0,0214 | <i>Slope*</i> | 2,781 |
| | k_1 (min ⁻¹) | 0,0493 | k_2 (ml/g.min) | 0,0174 |
| | <i>Intercept*</i> | 0,5425 | <i>Intercept*</i> | 57,431 |
| | C_s (g/ml) | 0,2867 | C_s (g/ml) | 0,3519 |
| | R^{2*} | 0,9967 | R^{2*} | 0,9918 |
| | RSME | 0,0711 | RSME | 0,1865 |

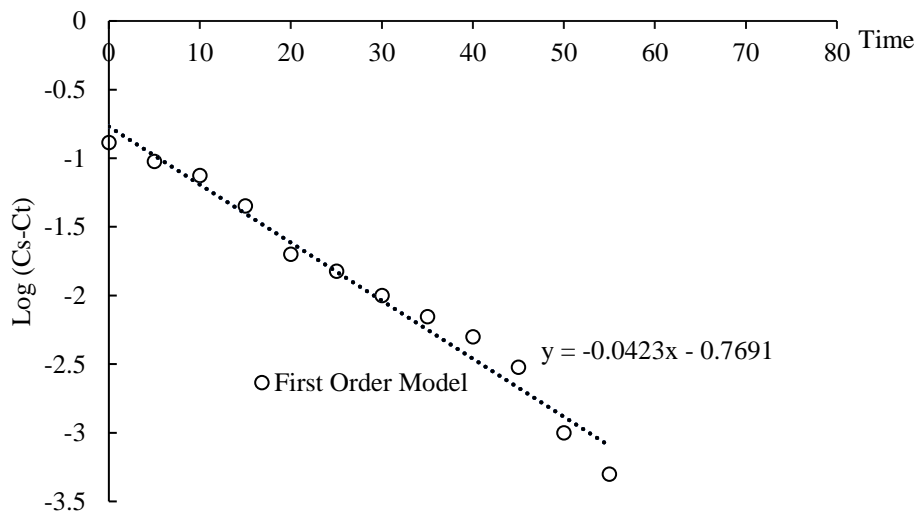
Perhitungan menggunakan Ms. Excel (*)

Pada tabel 4.2 juga dapat dilihat bahwa model kinetika orde satu untuk ekstraksi zat warna antosianin bunga telang yang diperoleh dengan metode *ultrasound-assisted extraction* memiliki nilai koefisien determinasi ($R^2 = 0,9967$) yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan model orde satu yang memiliki nilai koefisien determinasi ($R^2 = 0,9918$) dan dengan nilai RSME orde 1 yang lebih kecil dibandingkan dengan RSME orde 2. Sehingga dapat dikatakan bahwa untuk ekstraksi zat warna antosianin bunga telang orde satu memiliki nilai koefisien determinasi (R^2) lebih baik dibandingkan dengan orde satu.

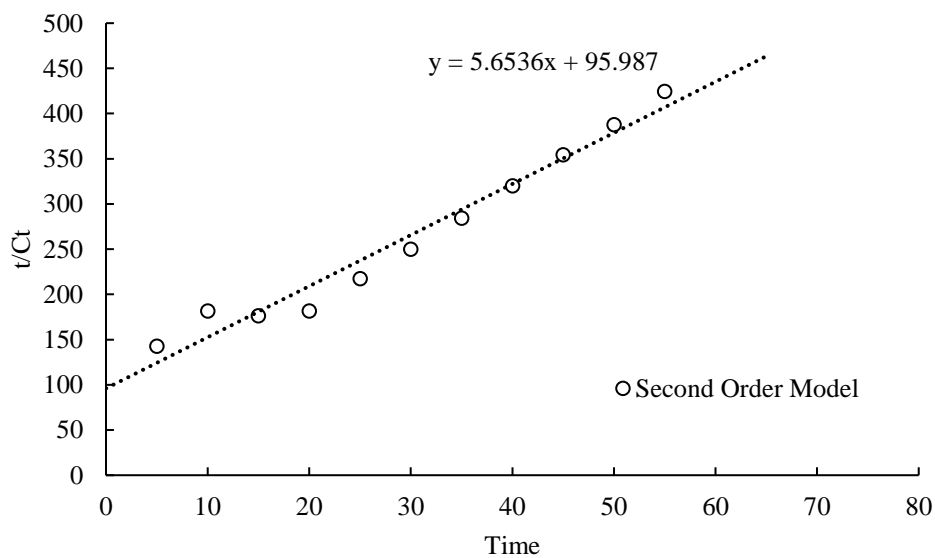
4.6.2. Kinetika Ekstraksi Daun Tarum

Pada ekstraksi zat warna dari daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction*, dapat dilihat bahwa *yield* zat warna indigo dari daun tarum yang diperoleh akan meningkat secara cepat di awal dan kemudian akan semakin menurun hasil ekstrak seiring dengan semakin lamanya waktu ekstraksi. Perubahan *yield* zat warna indigo daun tarum yang diperoleh dapat ditunjukkan dengan cara membuat *plot* antara *yield* dengan waktu ekstraksi. Hal ini selanjutnya dapat digunakan untuk mengetahui

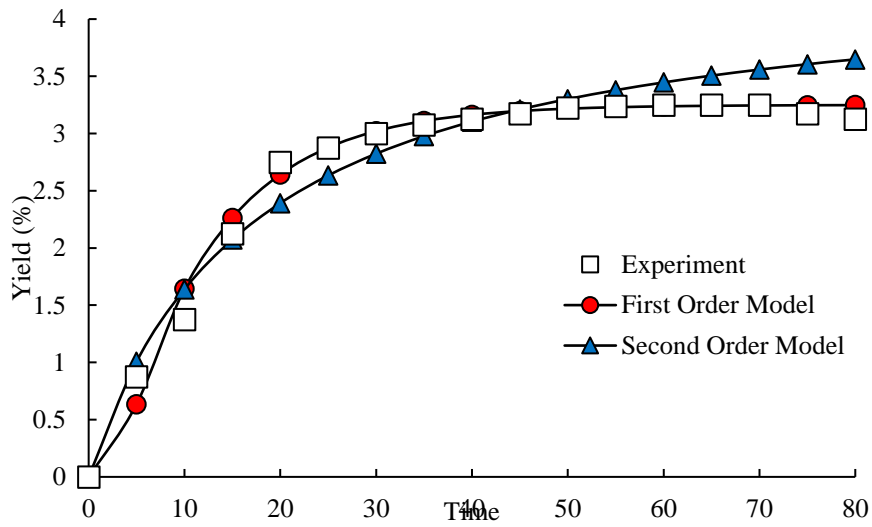
serta mempelajari model kinetika pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction* yang pada penelitian ini akan dipelajari model kinetika orde satu dan orde dua. Untuk mempelajari model kinetika orde satu pada ekstraksi daun tarum yang menggunakan metode metode *ultrasound-assisted extraction* dengan rasio F/S 0,02 g/ml, suhu 60°C dan frekuensi 40 Hz dan pada metode *microwave-assisted extraction* dengan rasio F/S 0,02 g/ml, suhu 60°C, dan daya 150 W.



(a)

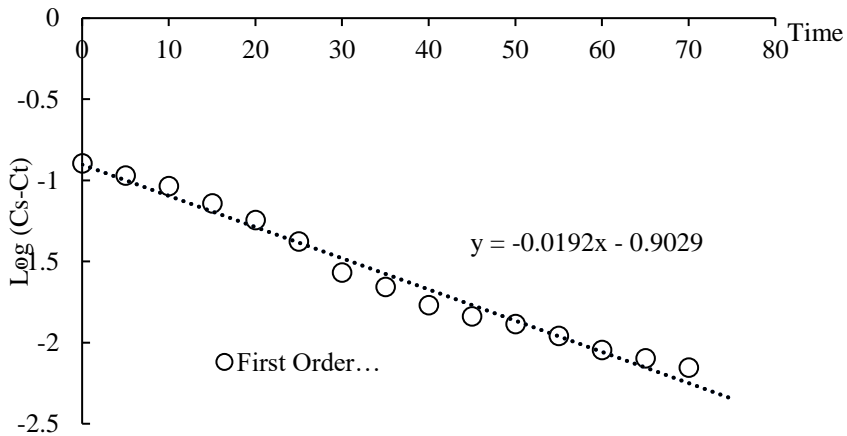


(b)

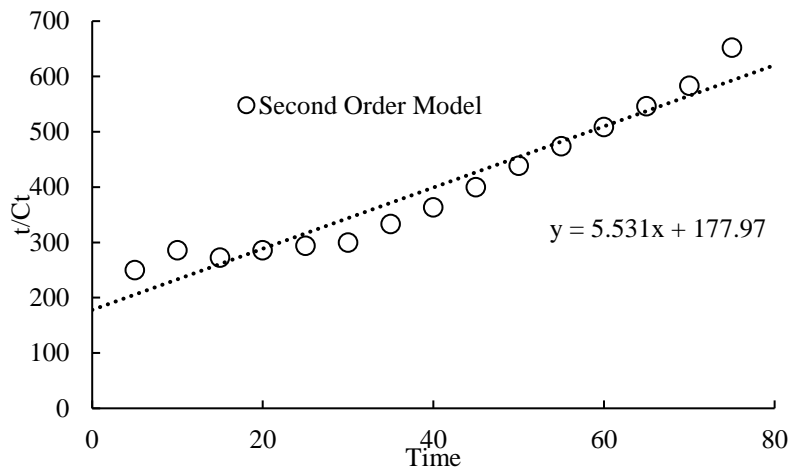


(c)

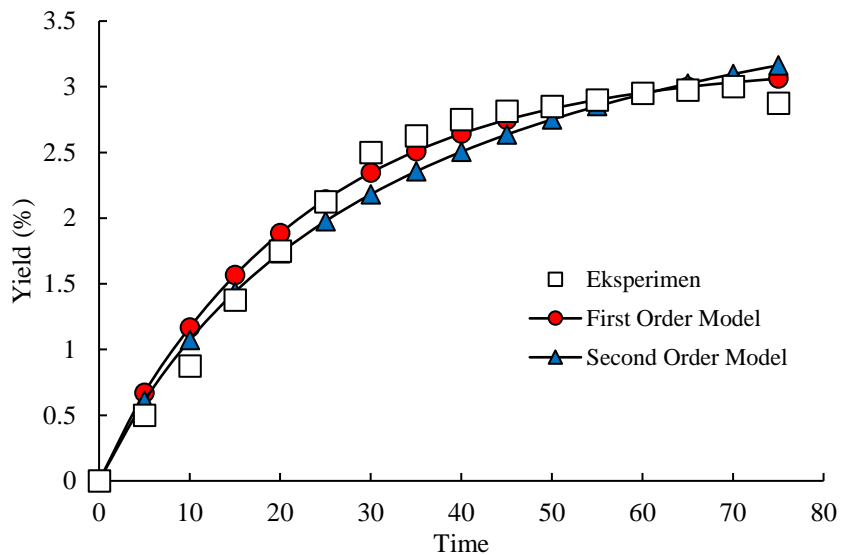
Gambar 4.16. Kinetika ekstraksi pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum dengan metode *ultrasound-assisted extraction* (rasio F/S 0,02 g/mL, suhu 60°C, dan frekuensi 40 Hz): (a) Model orde satu; (b) Model orde dua dan (c) Perbandingan antara model kinetika ekstraksi



(a)



(b)



(c)

Gambar 4.17. Kinetika ekstraksi pada ekstraksi zat warna biru daun tarum dengan metode *microwave-assisted extraction* (rasio F/S 0,02 g/mL, suhu 60°C, dan daya 150 W): (a) Model orde satu; (b) Model orde dua dan (c) Perbandingan antara model kinetika ekstraksi

Untuk mempelajari model kinetika orde satu pada ekstraksi pada ekstraksi daun tarum dengan metode *ultrasound-assisted extraction* (suhu 60°C, rasio F/S 0,02 g/ml, frekuensi 40 Hz), maka dapat dilakukan dengan cara membuat *plot* antara $\log(C_s - C_t)$ dengan t dengan ditentukan parameter C_s berupa hasil tertinggi ekstrak dan k_1 , sedangkan untuk model kinetika orde dua dapat dilakukan dengan cara membuat *plot* antara t/C_t dengan t . Selanjutnya dilakukan linierisasi terhadap *plot* tersebut untuk mendapatkan *slope* dan *intercept* yang nantinya dapat digunakan untuk menentukan nilai k_1 dan C_s , begitupun pada model kinetika orde

dua untuk menentukan nilai k_2 dan C_s . Untuk menentukan model yang dapat merepresentasikan hasil eksperimen dari ekstraksi pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum dengan metode *ultrasound-assisted extraction* (suhu 60°C, rasio F/S 0,02 g/ml, frekuensi 40 Hz), maka pada penelitian ini dapat dilihat dari nilai R^2 dan *Root Mean Square Error* (RSME) dari setiap model kinetika yang digunakan. Suatu model kinetika dikatakan dapat merepresentasikan hasil eksperimen dengan baik apabila memiliki nilai R^2 yang mendekati 1 (satu) dan nilai RSME yang kecil.

Secara umum dari tabel 4.3 dapat dilihat bahwa pada model kinetika orde satu untuk ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* memiliki nilai koefisien determinasi (R^2) yang lebih tinggi dan juga nilai RMSE yang lebih rendah dibandingkan pada model kinetika orde dua. Sehingga dapat dikatakan bahwa model kinetika orde satu dapat merepresentasikan secara baik hasil eksperimen dari ekstraksi zat warna indigo daun tarum dengan menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* (Li et al. 2013). Selain itu pada gambar 4.16 (a) model kinetika orde satu untuk garis linear, dapat dilihat bahwa model kinetika orde satu lebih sesuai untuk mempresentasikan model kinetika orde dua. Akan tetapi, secara umum kinetika orde satu dan orde dua cukup baik dalam mempresentasikan model.

Tabel 4.3. Linierisasi model kinetika orde satu dan orde dua dari ekstraksi zat warna indigo dengan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction*

| Metode ekstraksi | Model kinetika | | | |
|---------------------------------------|----------------------------|--------|-------------------|--------|
| | Orde satu | | Orde dua | |
| <i>Ultrasound assisted extraction</i> | <i>Slope*</i> | 0,0423 | <i>Slope*</i> | 5,6536 |
| | k_1 (min ⁻¹) | 0,0974 | k_2 (ml/g.min) | 0,0104 |
| | <i>Intercept*</i> | 0,7691 | <i>Intercept*</i> | 95,987 |
| | C_s (g/ml) | 0,1702 | C_s (g/ml) | 0,1769 |
| | R^2* | 0,9779 | R^2* | 0,9658 |
| | RSME | 0,0963 | RSME | 0,1761 |
| | <i>Slope*</i> | 0,0192 | <i>Slope*</i> | 5,531 |

| | | | | |
|--------------------------------------|------------------------|--------|------------------------|--------|
| <i>Microwave assisted extraction</i> | $k_1(\text{min}^{-1})$ | 0,0442 | $k_2(\text{ml/g.min})$ | 0,0056 |
| | <i>Intercept*</i> | 0,9029 | <i>Intercept*</i> | 177,97 |
| | $C_s(\text{g/ml})$ | 0.1251 | $C_s(\text{g/ml})$ | 0.1808 |
| | R^{2*} | 0,981 | R^{2*} | 0,9346 |
| | RSME | 0,1629 | RSME | 0,2340 |

Perhitungan menggunakan Ms. Excel (*)

Pada tabel 4.3 juga dapat dilihat bahwa model kinetika orde satu untuk ekstraksi zat warna indigo daun tarum yang diperoleh dengan metode *microwave-assisted extraction* memiliki nilai koefisien determinasi ($R^2 = 0,981$) yang lebih tinggi bila dibandingkan dengan model orde dua yang memiliki nilai koefisien determinasi ($R^2 = 0,9346$). Sehingga dapat dikatakan bahwa untuk ekstraksi zat warna indigo daun tarum orde satu memiliki nilai koefisien determinasi (R^2) lebih baik dibandingkan dengan orde dua.

Berdasarkan nilai kapasitas ekstraksi (C_s) yang telah didapatkan dari model kinetika orde satu (Tabel 4.3). Pada Tabel 4.3 dapat dikatakan bahwa nilai kapasitas ekstraksi ($C_s = 0,1701$) pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum dengan menggunakan *ultrasound-assisted extraction* lebih tinggi apabila dibandingkan dengan ekstraksi dengan menggunakan metode *microwave-assisted extraction* ($C_s = 0,1251$). Hal ini menunjukkan bahwa metode *ultrasound-assisted extraction* lebih baik digunakan untuk ekstraksi zat warna indigo daun tarum. Sehingga hal tersebut dapat digunakan untuk menjelaskan bahwa adanya bantuan ultrasonic dapat membuat proses ekstraksi berjalan efektif untuk mengekstrak zat warna indigo lebih banyak.

Pada kinetika orde dua, nilai kapasitas ekstraksi (C_s) yang telah didapatkan dari model, dapat dikatakan bahwa nilai kapasitas ekstraksi (C_s) pada ekstraksi daun tarum dengan menggunakan metode *microwave-assisted extraction* lebih tinggi apabila dibandingkan dengan ekstraksi yang dilakukan dengan menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*. Meskipun ekstraksi daun tarum dengan menggunakan metode *microwave-assisted extraction* memiliki nilai konstanta laju ekstraksi untuk orde dua (k_2) yang lebih kecil karena pada proses

microwave-assisted extraction membutuhkan proses ekstraksi yang lebih lama dibandingkan dengan ekstraksi yang dilakukan dengan menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*.

4.7. Optimasi pada Ekstraksi Zat Warna Indigo Daun Tarum menggunakan Metode *Ultrasound-assisted Extraction* dan *Microwave-assisted Extraction*

4.7.1. Optimasi pada Ekstraksi Zat Warna Biru Daun Tarum menggunakan Metode *Ultrasound-assisted Extraction* dengan *Response Surface Methodology* (RSM)

Pada optimasi untuk ekstraksi daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dengan *Response Surface Methodology* digunakan tiga faktor yaitu suhu (°C), rasio F/S (g/ml), dan waktu ekstraksi (menit) yang dapat dilihat pada tabel 4.4. Dimana nilai suhu ekstraksi yang digunakan berkisar antara 50-60 °C, rasio F/S berkisar antara 0,02-0,1 g/ml, waktu ekstraksi berkisar antara 50-90 menit.

Tabel 4.4 Faktor pada desain eksperimen pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD)

| Faktor | Satuan | Level | |
|------------------------|--------|------------|-------------|
| | | <i>Low</i> | <i>High</i> |
| <i>Suhu</i> | °C | 50 | 60 |
| <i>F/S rasio</i> | g/ml | 0,02 | 0,1 |
| <i>Extraction time</i> | min | 50 | 90 |

Setelah memasukkan masing-masing nilai faktor pada aplikasi *Design-Expert version 11.0.6.2* (State-Ease Inc., Minneapolis, MN, USA) dengan memilih *Box-Behnken Design* (BBD) diperoleh desain eksperimen sebanyak 17 percobaan untuk mendapatkan *yield* zat warna biru yang optimum dari kondisi segar yang diekstraksi dengan metode *ultrasound-assisted extraction* (Tabel 4.5). Selain itu pada Tabel 4.5 juga dapat dilihat *yield predicted* dan *actual* zat warna biru daun tarum yang diperoleh dengan metode *ultrasound-assisted extraction*.

Tabel 4.5. Hasil dan desain eksperimen pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD)

| Suhu (°C) | F/S ratio(g/ml) | Extraction time(min) | Yield (%) | | |
|-----------|-----------------|----------------------|-----------|-----------|----------|
| | | | Actual | Predicted | Residual |
| 50 | 0.06 | 50 | 2.417 | 3.053 | -0.637 |
| 55 | 0.1 | 50 | 1.800 | 3.127 | -1.327 |
| 50 | 0.1 | 70 | 1.650 | 1.565 | 0.085 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.750 | 2.670 | 0.080 |
| 60 | 0.06 | 50 | 2.583 | 4.116 | -1.532 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.583 | 2.670 | -0.087 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.667 | 2.670 | -0.003 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.583 | 2.670 | -0.087 |
| 55 | 0.02 | 90 | 5.250 | 3.931 | 1.319 |
| 50 | 0.02 | 90 | 1.650 | 2.645 | -0.995 |
| 55 | 0.02 | 50 | 6.000 | 6.257 | -0.257 |
| 60 | 0.1 | 70 | 1.900 | 0.913 | 0.987 |
| 60 | 0.02 | 70 | 5.500 | 5.593 | -0.093 |
| 60 | 0.06 | 90 | 2.750 | 4.116 | -1.366 |
| 50 | 0.06 | 90 | 2.417 | 3.053 | -0.637 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.750 | 2.670 | 0.080 |
| 55 | 0.1 | 90 | 1.550 | 1.301 | 0.249 |

Pada ekstraksi zat warna biru dari daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dilakukan analisis ANOVA untuk mengidentifikasi faktor-faktor dan interaksi penting yang mempengaruhi *yield* zat warna biru daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*. Hasil analisis ANOVA dapat dilihat pada Tabel 4.6. Faktor penting yang mempengaruhi *yield* zat warna indigo daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* ditunjukkan oleh *p-value* kurang dari 0,05. Tabel 4.5 menunjukkan bahwa parameter independen yaitu berupa rasio F/S (B) memberikan efek signifikan terhadap *yield* zat warna biru daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* (P-value < 0,05).

Tabel 4.6. Analisis varian (ANOVA) untuk hasil respon dari *quadratic* model untuk mengidentifikasi faktor-faktor signifikan

| Source of variations | Sum of Squares | df | Mean Square | F-value | p-value | |
|----------------------|----------------|----|-------------|---------|---------|--|
|----------------------|----------------|----|-------------|---------|---------|--|

| | | | | | | |
|-------------------|--------|---|--------|--------|---------|---|
| Model | 25,78 | 9 | 2,86 | 4,84 | 0.0247 | * |
| A- Suhu | 2,63 | 1 | 2,63 | 4,45 | 0,0728 | |
| B-F/S ratio | 16,53 | 1 | 16,53 | 27,95 | 0,0011 | |
| C-Extraction time | 0,0861 | 1 | 0,0861 | 0,1456 | 0,7141 | |
| AB | 3,24 | 1 | 3,24 | 5,48 | 0,0518 | |
| BC | 0,0072 | 1 | 0,0072 | 0,0122 | 0,9151 | |
| AC | 0,0625 | 1 | 0,0625 | 0,1057 | 0,7546 | |
| A ² | 1,27 | 1 | 1,27 | 2,15 | 0,1862 | |
| B ² | 1,31 | 1 | 1,31 | 2,22 | 0,18 | |
| C ² | 0,7632 | 1 | 0,7632 | 1,29 | 0,2934 | |
| Residual | 4,14 | 7 | 0,5915 | | | |
| Lack of Fit | 4,11 | 3 | 1,37 | 189,55 | <0,0001 | * |

* =signifikan

Hasil ANOVA pada Tabel 4.6 menggunakan *quadratic* model umumnya signifikan. Hal ini ditunjukkan pada analisis varian dalam ANOVA (Tabel 4.6) untuk *quadratic* model secara umum memberikan hasil $p < 0,05$ yang signifikan. Dalam kasus ini, parameter rasio F/S (B) adalah model yang signifikan. Jika nilai rasio F/S lebih besar dari 0,1 bentuk model ini akan tidak signifikan. Sedangkan, nilai lack of fit adalah 189,55 yang menunjukkan signifikan. Lack of fit yang signifikan ini menghasilkan hasil yang belum valid, sehingga harus dibuat model ulang untuk membuat hasil yang valid (Tran et al. 2018). Model nilai-F adalah 4,84 menyatakan model ini signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa hanya ada 2,47% kemungkinan bahwa nilai-F sebesar ini dapat terjadi karena noise. Faktor-faktor tersebut adalah suhu ($^{\circ}\text{C}$), rasio F/S (g/ml), dan waktu ekstraksi (menit) menunjukkan nilai penting untuk semua faktor dengan hasil respon. Selain itu, *quadratic* model dapat mengevaluasi dan menganalisis interaksi masing-masing faktor. Interaksi antara suhu dan rasio F/S (AB), rasio F/S dan waktu ekstraksi (BC), dan suhu dan waktu ekstraksi (AC) yaitu tidak signifikan ($p > 0,05$) yang berarti bahwa faktor-faktor kurang dipengaruhi untuk proses ekstraksi dari daun tarum. Namun, rasio F/S (B) yang hanya menunjukkan hasil yang signifikan ($p < 0,05$). Sehingga pada metode *ultrasound-assisted extraction*, jika dilakukan optimasi maka akan menghasilkan rasio F/S yang paling berpengaruh.

Tabel 4.7 Summary dan fitting statistics dari ANOVA

| <i>Fit statistics</i> | Hasil |
|--|--------------|
| Standar deviasi | 0,7691 |
| Mean | 2,87 |
| <i>Coefficient of variance</i> (CV) % | 26,79 |
| R ² | 0,8616 |
| <i>Adjusted R²</i> | 0,6837 |
| <i>Predicted R²</i> | -1,1998 |
| <i>Adeq Precision</i> | 7,2957 |

Parameter yang digunakan menunjukkan bahwa data aktual dapat dievaluasi atau tidak dengan hasil model statistik. Koefisien model diwakili oleh konstanta, koefisien linear untuk variabel independen, koefisien suku interaktif, koefisien suku kuadrat. Kemudian, koefisien determinasi (R²), koefisien determinasi yang disesuaikan (Adj-R²) dan presisi dan memadai yang dapat digunakan untuk mengevaluasi kecocokan model. Biasanya memaksimalkan R² yang disesuaikan (adjusted R²) dan R² yang diprediksi (predicted R²); model ini dapat dikatakan memadai ketika nilainya $p < 0,05$; lack of fit ($p > 0,05$); dan $R^2 > 0,9$ (Aydar and Köseoğlu 2017).

Predicted R² yaitu -1,1998 menunjukkan bahwa secara umum ketetapan model yang digunakan baik, tetapi dalam beberapa kasus model orde lebih tinggi memprediksi lebih baik dengan *adjusted R²* yang disesuaikan dengan 0,6837. *Adeq precision* > 4 yang menunjukkan sinyal dan model yang memadai dan dapat digunakan untuk menavigasi desain selanjutnya. Standar deviasi model adalah 0,7691. Nilai yang kecil dari standar deviasi menunjukkan korelasi yang baik yang memiliki nilai dekat antara data eksperimen dan model prediksi (Behera et al. 2018). Selain itu, nilai *Adeq precision* yang memadai (7,9257), yang berarti model dapat digunakan untuk optimisasi (Wanasundara and Shahidi 1996).

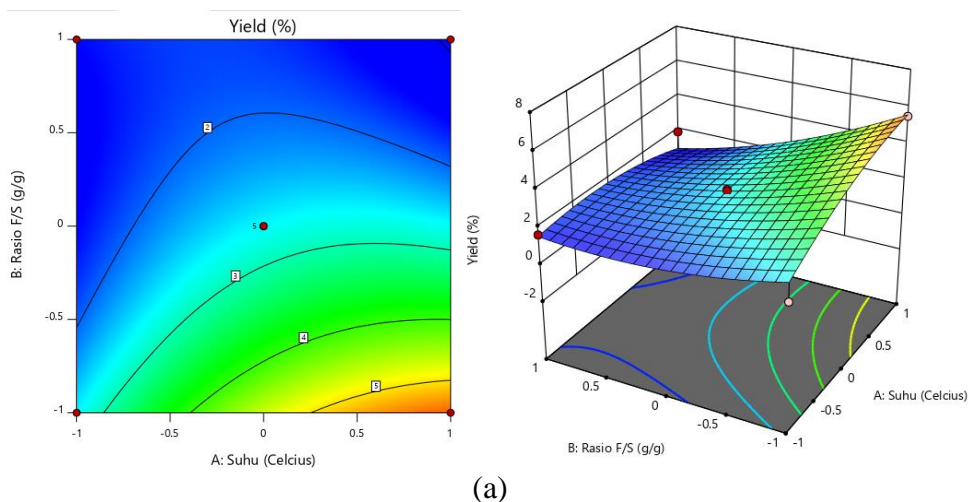
Selain itu, pada optimasi dari ekstraksi zat warna biru dari daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD) juga dapat diperoleh persamaan yang dapat digunakan untuk memprediksi *yield* zat warna yang diperoleh. Berdasarkan desain eksperimen yang telah

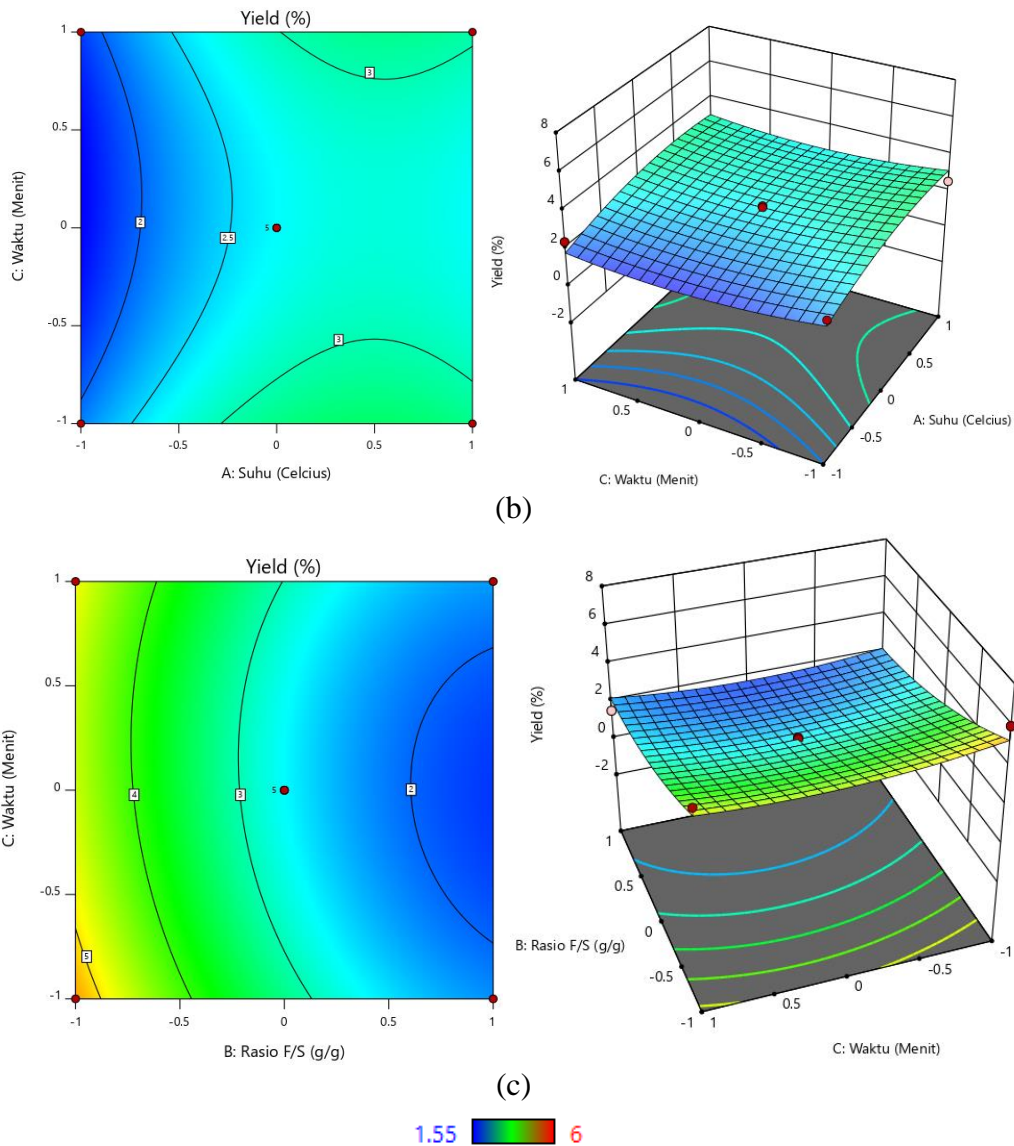
dilakukan, *yield* zat warna biru daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dapat dilihat pada persamaan model *quadratic* sebagai berikut:

$$\begin{aligned}
 \text{Yield (\%)} = & 2,66600 + 0,573750*\text{Suhu} - 1,43750*\text{F/S ratio} \\
 & - 0,103750*\text{Extraction time} - 0,900000*\text{Suhu}*\text{F/S ratio} \\
 & + 0,042500*\text{Suhu}*\text{Extraction time} \\
 & + 0,125000*\text{F/S ratio}*\text{Extraction time} \\
 & - 0,549250*\text{Suhu}^2 + 0,558250*\text{F/S ratio}^2 \\
 & + 0,425750*\text{Extraction time}^2
 \end{aligned}
 \tag{14}$$

Dari hasil persamaan dalam hal faktor aktual dapat digunakan untuk membuat prediksi tentang respon untuk variabel yang diberikan masing-masing. Di sini, level harus ditentukan untuk setiap faktor. Dari persamaan (14) diketahui beberapa indepen berpengaruh adalah rasio F/S yang memberi efek signifikan.

Dalam penelitian ini, untuk menguji pengaruh dari beberapa faktor terhadap respon berupa *yield* zat warna biru daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*, maka dapat dilihat dari representasi grafik yang dikenal sebagai plot kontur. Dimana plot kontur ini diperoleh dari model regresi pada *quadratic* model pada Gambar 4.15.





Gambar 4.18. Plot kontur 2D dan 3D yang menunjukkan pengaruh dari suhu dan rasio F/S (a), suhu dan waktu (b), dan rasio F/S dan waktu pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD)

Response surface memberikan kondisi optimum untuk mendapatkan *yield* yang maksimum pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD) adalah dengan kondisi suhu $59,7^{\circ}\text{C}$, rasio F/S $0,02128\text{ g/ml}$, dan waktu ekstraksi selama 50 menit. Dimana pada kondisi optimum tersebut, diprediksi *yield* maksimum yang diperoleh pada ekstraksi zat warna biru dari daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* adalah sebesar $6,063\%$. Sedangkan pada data

eksperimen *yield* tertinggi adalah pada daya suhu 60°C, rasio F/S 0,02 g/ml, dan waktu ekstraksi selama 50 menit menghasilkan 5,75%. Sehingga diketahui tingkat kesalahan antara model eksperimen dan prediksi yang kurang dari 5%. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa model yang diperoleh dapat digunakan untuk merepresentasikan hasil eksperimen atau menentukan *yield* pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*.

4.7.2. Optimasi pada Ekstraksi Zat Warna Biru Daun Tarum menggunakan Metode *Microwave-assisted Extraction* dengan *Response Surface Methodology* (RSM)

Pada optimasi untuk ekstraksi daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction* dengan *Response Surface Methodology* digunakan tiga faktor yaitu suhu (°C), rasio F/S (g/ml), dan waktu ekstraksi (menit) yang dapat dilihat pada Tabel 4.3. Dimana nilai suhu ekstraksi yang digunakan berkisar antara 50-60 °C, rasio F/S berkisar antara 0,02-0,1 g/ml, waktu ekstraksi berkisar antara 50-90 menit.

Tabel 4.8 Faktor pada desain eksperimen pada ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD)

| Faktor | Satuan | Level | |
|------------------------|--------|------------|-------------|
| | | <i>Low</i> | <i>High</i> |
| <i>Suhu</i> | °C | 50 | 60 |
| <i>F/S rasio</i> | g/ml | 0,02 | 0,1 |
| <i>Extraction time</i> | min | 50 | 90 |

Setelah memasukkan masing-masing nilai faktor pada aplikasi *Design-Expert version 11.0.6.2* (State-Ease Inc., Minneapolis, MN, USA) dengan memilih *Box-Behnken Design* (BBD) diperoleh desain eksperimen sebanyak 17 percobaan untuk mendapatkan *yield* zat warna biru yang optimum dari kondisi segar yang diekstraksi dengan metode *microwave-assisted extraction* (Tabel 4.9). Selain itu pada Tabel 4.9 juga dapat dilihat *yield predicted* dan *actual* zat warna biru daun tarum yang diperoleh dengan metode *microwave-assisted extraction*.

Tabel 4.9 Hasil dan desain eksperimen pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD)

| Suhu (°C) | F/S ratio(g/ml) | Extraction time(min) | Yield (%) | | |
|-----------|-----------------|----------------------|-----------|-----------|----------|
| | | | Actual | Predicted | Residual |
| 50 | 0.06 | 50 | 1.667 | 2.051 | -0.385 |
| 55 | 0.1 | 50 | 1.600 | 1.225 | 0.375 |
| 50 | 0.1 | 70 | 1.700 | 1.694 | 0.006 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.750 | 2.300 | 0.450 |
| 60 | 0.06 | 50 | 2.000 | 2.331 | -0.331 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.500 | 2.300 | 0.200 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.250 | 2.300 | -0.050 |
| 55 | 0.06 | 70 | 2.083 | 2.300 | -0.217 |
| 55 | 0.02 | 90 | 3.750 | 4.125 | -0.375 |
| 50 | 0.02 | 90 | 4.250 | 4.206 | 0.044 |
| 55 | 0.02 | 50 | 5.000 | 4.663 | 0.338 |
| 60 | 0.1 | 70 | 1.500 | 1.544 | -0.044 |
| 60 | 0.02 | 70 | 4.750 | 4.756 | -0.006 |
| 60 | 0.06 | 90 | 2.667 | 2.289 | 0.378 |
| 50 | 0.06 | 90 | 2.500 | 2.169 | 0.331 |
| 55 | 0.06 | 70 | 1.917 | 2.300 | -0.383 |
| 55 | 0.1 | 90 | 1.500 | 1.838 | -0.338 |

Pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *microwave assisted extraction* dilakukan analisis ANOVA untuk mengidentifikasi faktor-faktor dan interaksi penting yang mempengaruhi *yield* zat warna biru yang diekstraksi menggunakan metode *microwave-assisted extraction*. Hasil analisis ANOVA dapat dilihat pada tabel 4.10. Faktor penting yang mempengaruhi *yield* zat warna biru daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *microwave-assisted extraction* ditunjukkan oleh *p-value* kurang dari 0,05. Tabel 4.5 menunjukkan bahwa parameter independen yaitu berupa rasio F/S memberi efek signifikan terhadap *yield* zat warna daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *microwave-assisted extraction* ($P\text{-value} < 0,05$).

Tabel 4.10 Analisis varian (ANOVA) untuk hasil respon dari *quadratic* model untuk mengidentifikasi faktor-faktor signifikan

| Source of variations | Sum of Squares | df | Mean Square | F-value | p-value | |
|----------------------|----------------|----|-------------|---------|---------|---|
| Model | 19,32 | 9 | 2,15 | 10,29 | 0,0028 | * |

| | | | | | | |
|-------------------|----------|---|----------|--------|---------|----|
| A- Suhu | 0,08 | 1 | 0,08 | 0,3833 | 0,5554 | |
| B-F/S ratio | 16,39 | 1 | 16,39 | 78,52 | <0,0001 | |
| C-Extraction time | 0,0028 | 1 | 0,0028 | 0,0135 | 0,9108 | |
| AB | 0,1225 | 1 | 0,1225 | 0,5870 | 0,4686 | |
| AC | 0,0064 | 1 | 0,0064 | 0,0307 | 0,8659 | |
| BC | 0,3306 | 1 | 0,3306 | 1,58 | 0,2485 | |
| A ² | 0,000007 | 1 | 0,000007 | 0,0000 | 0,9957 | |
| B ² | 2,38 | 1 | 2,38 | 11,39 | 0,0119 | |
| C ² | 0,0332 | 1 | 0,0332 | 0,1589 | 0,702 | |
| Residual | 1,46 | 7 | 0,2087 | | | |
| Lack of Fit | 1,02 | 3 | 0,3410 | 3,12 | 0,1505 | ** |

* =signifikan

** =tidak signifikan

Hasil ANOVA pada tabel 4.10 menggunakan *quadratic* model umumnya signifikan. Hal ini ditunjukkan pada analisis varian dalam ANOVA (Tabel 4.10) untuk *quadratic* model secara umum memberikan hasil $p < 0,05$; lack of fit adalah $p > 0,05$ bahwa model itu logis dan valid (Tran et al. 2018); model nilai-F adalah 10,29 menyatakan model ini signifikan. Faktor-faktor tersebut adalah suhu ($^{\circ}\text{C}$), rasio F/S (g/ml), dan waktu ekstraksi (menit) menunjukkan nilai penting untuk semua faktor dengan hasil respon. Selain itu, *quadratic* model dapat mengevaluasi dan menganalisis interaksi masing-masing faktor. Interaksi antara suhu dan rasio F/S (AB), rasio F/S dan waktu ekstraksi (BC), dan suhu dan waktu ekstraksi (AC), yaitu tidak signifikan ($p > 0,05$) yang berarti bahwa faktor-faktor kurang dipengaruhi untuk proses ekstraksi dari daun tarum. Namun, pada rasio F/S (B), menunjukkan hasil yang signifikan ($p < 0,05$). Sehingga pada metode *microwave-assisted extraction*, jika dilakukan optimasi maka akan menghasilkan rasio F/S (B) dan *quadratic* rasio F/S (B^2) yang paling berpengaruh.

Tabel 4.11 Summary dan fitting statistics dari ANOVA

| <i>Fit statistics</i> | Hasil |
|--|--------|
| Standar deviasi | 0,4568 |
| Mean | 2,61 |
| <i>Coefficient of variance</i> (CV) % | 17,50 |
| R ² | 0,9297 |
| <i>Adjusted R²</i> | 0,8393 |

| | |
|--------------------------------|---------|
| <i>Predicted R²</i> | 0,1794 |
| <i>Adeq Precision</i> | 10,0783 |

Parameter yang digunakan menunjukkan bahwa data aktual dapat dievaluasi atau tidak dengan hasil model statistik. Koefisien model diwakili oleh konstanta, koefisien linear untuk variabel independen, koefisien suku interaktif, koefisien suku kuadrat. Kemudian, koefisien determinasi (R^2), koefisien determinasi yang disesuaikan ($Adj-R^2$) dan presisi dan memadai yang dapat digunakan untuk mengevaluasi kecocokan model. Biasanya memaksimalkan R^2 yang disesuaikan ($adjusted R^2$) dan R^2 yang diprediksi ($predicted R^2$); model ini dikatakan memadai ketika nilainya $p < 0,05$; lack of fit ($p > 0,05$); dan $R^2 > 0,9$ (Aydar and Köseoğlu 2017).

Predicted R² yaitu 0,1794 tidak terlalu dekat dengan *adjusted R²* yang disesuaikan dengan 0,8393 yang seperti biasa diharapkan, perbedaannya lebih dari 0,2. Ini mungkin menunjukkan efek yang menghalangi besar atau kemungkinan masalah dengan model. Hal yang perlu dipertimbangkan adalah pengurangan model, transformasi respon, atau lainnya. Standar deviasi model adalah 0,4568. Nilai yang kecil dari standar deviasi menunjukkan korelasi yang baik yang memiliki nilai dekat antara data eksperimen dan model prediksi (Behera et al. 2018). Selain itu, nilai *Adeq precision* > 4 tepatnya (10,0783) yang menunjukkan sinyal dan model yang memadai dan dapat digunakan untuk menavigasi desain selanjutnya, yang berarti model dapat digunakan untuk optimisasi (Wanasundara and Shahidi 1996).

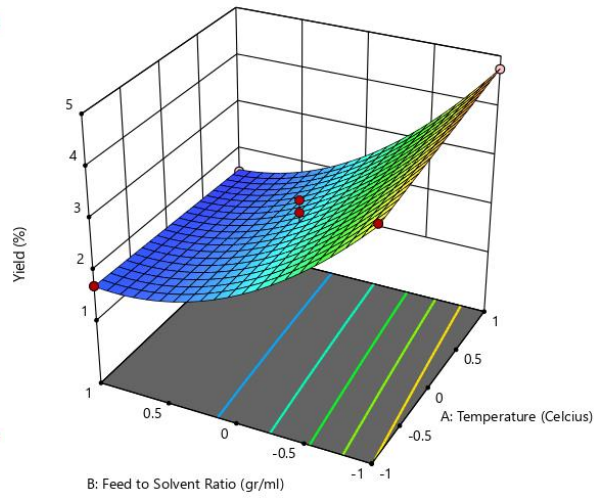
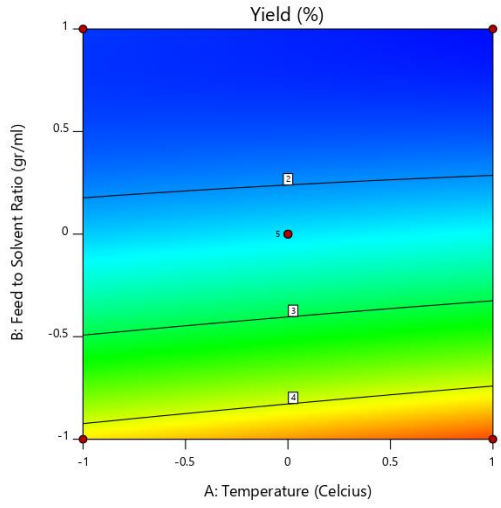
Selain itu, pada optimasi dari ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD) juga dapat diperoleh persamaan yang dapat digunakan untuk memprediksi *yield* zat warna yang diperoleh. Berdasarkan desain eksperimen yang telah dilakukan, *yield* zat warna biru daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *microwave-assisted extraction* dapat dilihat pada persamaan model *quadratic* sebagai berikut:

$$Yield (\%) = + 2,30000 + 0,100000 * Suhu - 1,43125 * F/S \text{ ratio} \\ + 0,018750 * Extraction \text{ time} - 0,175000 * Suhu * F/S \text{ ratio}$$

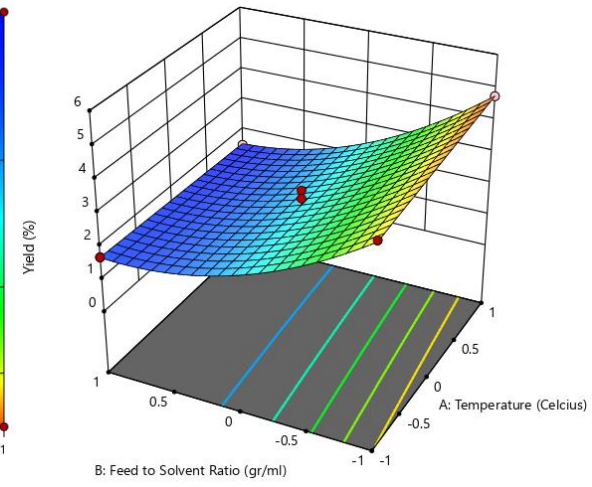
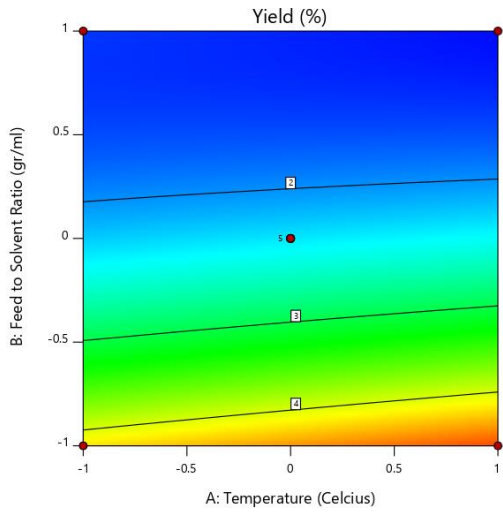
$$\begin{aligned}
& - 0,040000 * \text{Suhu} * \text{Extraction time} \\
& + 0,287500 * \text{F/S ratio} * \text{Extraction time} \\
& - 0,001250 * \text{Suhu}^2 + 0,751250 * \text{F/S ratio}^2 \\
& - 0,088750 * \text{Extraction time}^2
\end{aligned} \tag{14}$$

Dari hasil persamaan dalam hal faktor aktual dapat digunakan untuk membuat prediksi tentang respon untuk variabel yang diberikan masing-masing. Di sini, level harus ditentukan untuk setiap faktor. Dari persamaan (14) diketahui beberapa indepen berpengaruh dan rasio F/S yang memberi efek yang signifikan.

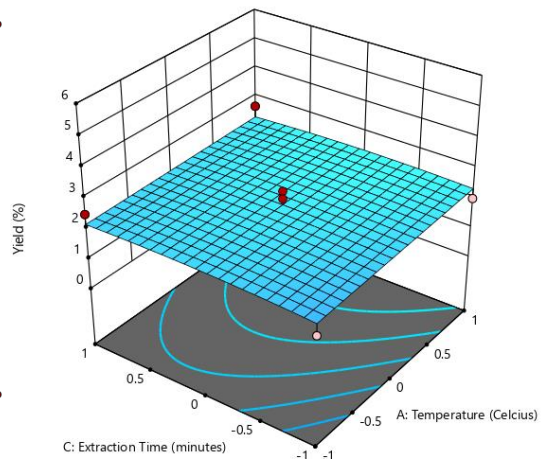
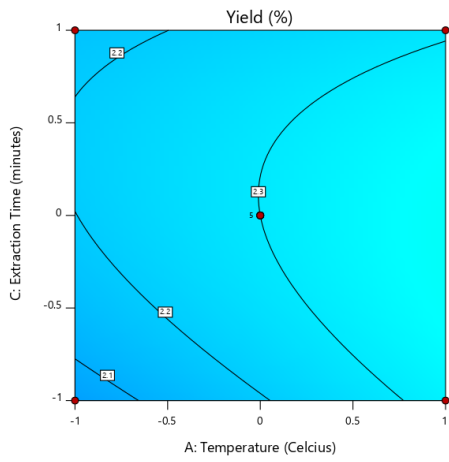
Dalam penelitian ini, untuk menguji pengaruh dari beberapa faktor terhadap respon berupa *yield* zat warna biru daun tarum yang diekstraksi menggunakan metode *microwave-assisted extraction*, maka dapat dilihat dari representasi grafik yang dikenal sebagai plot kontur. Dimana plot kontur ini diperoleh dari model regresi pada *quadratic* model pada Gambar 4.15.



(a)



(b)



(c)

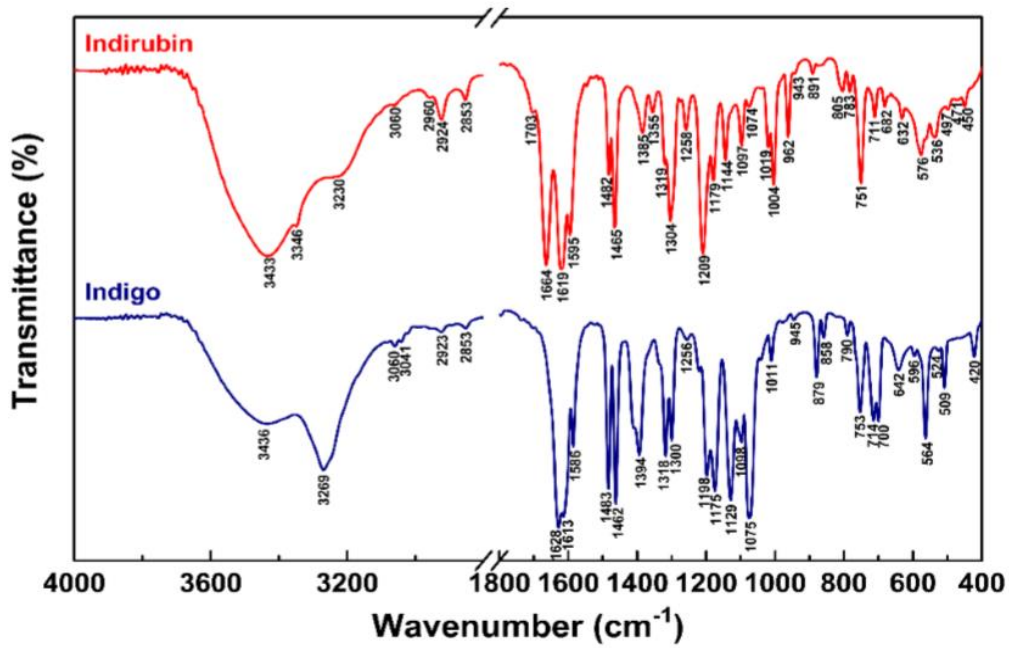


Gambar 4.19 Plot kontur 2D dan 3D yang menunjukkan pengaruh dari suhu dan rasio F/S (a), rasio F/S dan waktu ekstraksi (b), dan suhu dan waktu ekstraksi (c) pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD)

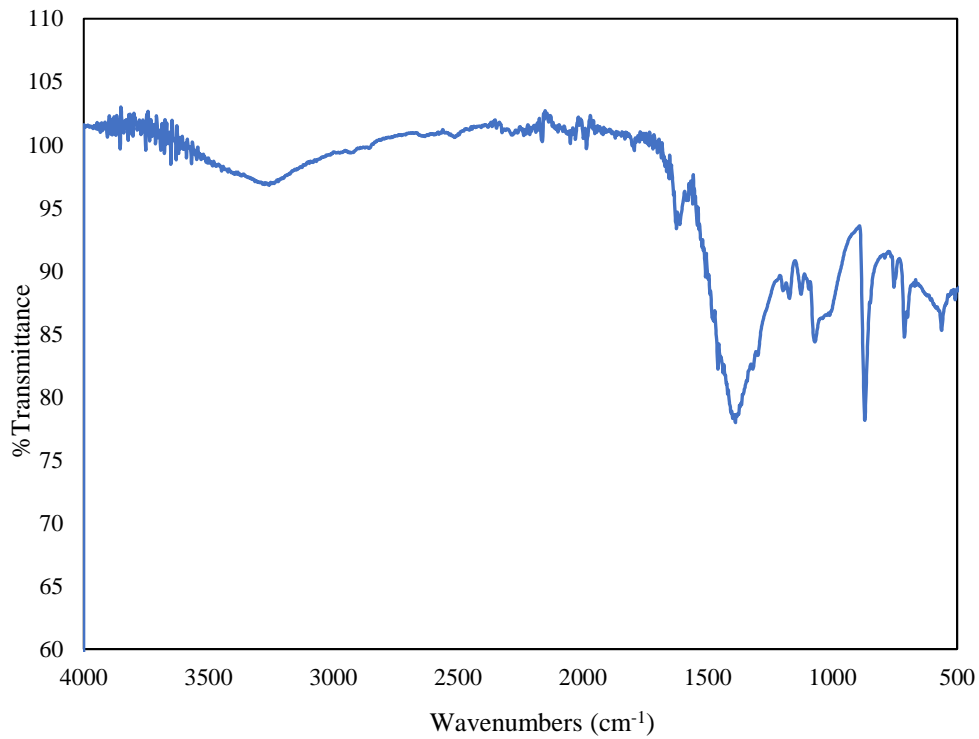
Response surface memberikan kondisi optimum untuk mendapatkan *yield* yang maksimum pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction* dengan *box-behnken design* (BBD) adalah dengan kondisi suhu 59,99°C, rasio F/S 0,02 g/ml, dan waktu ekstraksi selama 50 menit. Dimana pada kondisi optimum tersebut, diprediksi *yield* maksimum yang diperoleh pada ekstraksi zat warna biru daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction* adalah sebesar 4,976%. Sedangkan pada data eksperimen *yield* tertinggi adalah pada suhu 60°C, rasio F/S 0,02 g/ml, dan waktu ekstraksi selama 50 menit menghasilkan 4,85%. Sehingga diketahui tingkat kesalahan antara model eksperimen dan prediksi yang kurang dari 5%. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa model yang diperoleh dapat digunakan untuk merepresentasikan hasil eksperimen atau menentukan *yield* pada ekstraksi daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction*.

4.8. Analisa Indigo pada Ekstrak Tarum (*Indigofera tinctoria* L.)

Dalam penentuan kualitas dari zat warna biru daun tarum yang diperoleh dengan menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction*, maka perlu dilakukan pengujian FTIR untuk mengetahui karakteristik gugus fungsi yang terdapat di dalam ekstrak zat warna daun tarum. Gambar 4.19 menunjukkan spektrum FTIR zat warna biru dari *Indigofera tinctorial* L. pada penggunaan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction*. Hal ini menjadi penting untuk dilakukan analisa agar terlihat gugus fungsi yang terdapat dalam hasil ekstraksi daun tarum.



Gambar 4.20. Grafik FTIR zat warna *indigo* (98%) dan indirubin (97,5%)



Gambar 4.21. Grafik FTIR zat warna *indigo* dari *Indigofera tinctoria* L. menggunakan *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction*

Tabel 4.12. Gugus fungsi FTIR zat warna *indigo* dari *Indigofera tinctoria* L. (sumber : Socrates (2001))

| <i>Wavenumber</i> (cm ⁻¹) | Gugus fungsi | Golongan senyawa |
|---------------------------------------|----------------|------------------|
| 3500 – 3100 | O-H stretching | Fenol, Alkohol |
| 3500 – 3100 | N-H stretching | Amina |
| 1680 – 1575 | C=C stretching | Alkena |
| 1100 – 1000 | C-N bending | Amida |
| 880 – 800 | C-C bending | Alkena |
| 700 – 610 | C-H bending | Alkena |

Berdasarkan tabel 4.12 mengindikasikan gugus fungsi yang terdapat dalam zat warna *indigo* yang diantaranya fenol, senyawa amina dan amida, senyawa aromatis, alkena, alkuna, dll.

Tabel 4.13 Korelasi Kemiripan Ekstrak Zat Warna Indigo Daun Tarum dengan metode *Ultrasound-assisted Extraction*

| Tingkat Kemiripan | Nama Senyawa |
|-------------------|---|
| 64,07 | Indigo, synthetic |
| 39,72 | PENICILIN G POTASSIUM IN KBR |
| 35,29 | SUCROSE IN KBR |
| 34,28 | DEXBROMPHENIRAMINE MALEATE IN KBR |
| 31,00 | OPIUM POWDER IN KBR |
| 29,60 | 1,2-Cyclohexanedione dioxime, 97% |
| 29,45 | Diphenylglyoxime, 97% |
| 28,73 | 2,2,6,6-Tetramethyl-3,5- heptanedione,98+% |
| 28,62 | METHYL ALCOHOL, 99,9% |

Tabel 4.14 Korelasi Kemiripan Ekstrak Zat Warna Indigo Daun Tarum dengan metode *Microwave-assisted Extraction*

| Tingkat Kemiripan | Nama Senyawa |
|--------------------------|--------------------------------------|
| 47,97 | PENICILIN G POTASSIUM IN KBR |
| 40,52 | Calcium carbonate 99% |
| 39,11 | Indigo, synthetic |
| 36,11 | Methylenecyclobutane, tech., 96% |
| 36,11 | Methylenecyclobutane |
| 35,10 | DEXBROMPHENIRAMINE MALEATE IN KBR |
| 33,30 | Diphenylglyoxime, 97% |
| 32,53 | 1,2-Cyclohexanedione dioxime, 97% |
| 31,32 | 5-Methylthiazole, 97% |
| 30,39 | Methylenecyclopentane, 97% |

Secara umum, dari tabel 4.8 dan tabel 4.9, hasil senyawa ekstraksi, menunjukkan bahwa prosentase tingkat kemiripan hasil ekstrak dengan senyawa indigo murni cukup tinggi. Pada hasil senyawa ekstraksi dengan metode *ultrasound-assisted extraction* terlihat bahwa tingkat kemiripannya dengan senyawa indigo sintetik lebih besar dibandingkan dengan menggunakan metode *microwave-assisted extraction*. Sehingga, untuk ekstraksi zat indigo daun tarum lebih baik menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* karena menghasilkan ekstrak yang lebih murni.

BAB V

KESIMPULAN

5.1. Kesimpulan

1. Ekstraksi menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* menghasilkan *yield* yang lebih tinggi dari metode *microwave-assisted extraction*
2. Adapun pengaruh metode ekstraksi, lama waktu ekstraksi terhadap *yield* zat warna antosianin bunga telang antara lain:
 - a. Semakin lama waktu ekstraksi, maka *yield* yang dihasilkan akan semakin meningkat.
3. Adapun pengaruh metode ekstraksi, lama waktu ekstraksi terhadap *yield* zat warna indigo daun tarum antara lain:
 - a. Ekstraksi zat warna indigo daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* secara umum menghasilkan *yield* yang lebih besar dibandingkan dengan metode *microwave-assisted extraction*.
 - b. Semakin lama waktu ekstraksi, maka *yield* yang dihasilkan akan semakin meningkat.
4. Kondisi operasi untuk menghasilkan *yield* tertinggi pada ekstraksi zat warna antosianin bunga telang dengan menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*:
 - a. Untuk ekstraksi bunga telang menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*, kondisi operasi optimal diperoleh ketika menggunakan frekuensi 40 kHz, suhu 60°C, rasio massa bahan baku terhadap *volume solvent* 0,02 g/ml, dan waktu 70 menit diperoleh *yield* sebesar 7,125%.
5. Kondisi operasi untuk menghasilkan *yield* tertinggi pada ekstraksi indigo daun tarum dengan menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction* :

- a. Untuk ekstraksi daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction*, kondisi operasi terbaik diperoleh ketika menggunakan frekuensi 40 kHz, suhu 60°C, rasio massa bahan baku terhadap *volume solvent* 0,02 g/ml, waktu 50 menit diperoleh *yield* sebesar 5,75%.
- b. Untuk ekstraksi daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction*, kondisi operasi terbaik diperoleh ketika menggunakan daya *microwave* 150 W, suhu 60°C, rasio massa bahan baku terhadap *volume solvent* 0,02 g/ml, dan waktu 50 menit diperoleh *yield* sebesar 4,85%.
6. Pemodelan kinetika ekstraksi zat warna antosianin bunga telang lebih representatif menggunakan *ultrasound-assisted extraction* dengan kinetika orde dua. Sedangkan pemodelan kinetika ekstraksi zat warna indigo daun tarum adalah model kinetika orde satu.
7. Hasil analisa zat warna indigo hasil ekstraksi menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* dan *microwave-assisted extraction* berdasarkan hasil analisa FT-IR adalah :
 - a. Untuk ekstraksi dengan daun tarum menggunakan metode *ultrasound-assisted extraction* didapatkan tingkat kemiripan dengan senyawa indigo murni sebesar 64,07%.
 - b. Untuk ekstraksi daun tarum menggunakan metode *microwave-assisted extraction* didapatkan tingkat kemiripan senyawa indigo murni sebesar 39,11%.

5.2. Saran

1. Dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai optimasi zat warna baik telang maupun tarum, terutama untuk parameter waktu yang dipilih, agar menghasilkan persamaan dengan parameter waktu bernilai positif dan signifikan.

DAFTAR PUSTAKA

- Adalina Y, Dkk. 2010. "Sumber Bahan Pewarna Alami Sebagai Tinta Pidik Jari Pemilu." *Pusat Penelitian Dan Pengembangan Hutan Dan Konservasi Alam*.
- Al-Snafi, Ali. 2016. "Pharmacological Importance of Clitoria Ternatea—A Review." *IOSR Journal of Pharmacy* 6 (3): 68–83.
- Antunes, Elsa, Mohan V. Jacob, Graham Brodie, and Philip A. Schneider. 2018. "Microwave Pyrolysis of Sewage Biosolids: Dielectric Properties, Microwave Susceptor Role and Its Impact on Biochar Properties." *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis* 129: 93–100.
- Azmi, Dhiya Dini, and Eric Nurandria. 2017. "Ekstraksi Zat Warna Alami Dari Kay Secang Dengan Metode Ultrasound Assisted Extraction Untuk Aplikasi Produksi Pangan.Pdf."
- Budiasih, Kun Sri. 2017. "Kajian Potensi Farmakologis Bunga Telang (Clitoria Ternatea)." *Prosiding Seminar Nasional Kimia UNY* 21 (4): 183–88.
- Budiyati, C Sri, Ana Zussiva, Zussiva Bertha, and Karina Laurent. 2012. "Ekstraksi Dan Analisis Zat Warna Biru (Anthosianin) Dari Bunga Telang (Clitoria Ternatea) Sebagai Pewarna Alami." *Jurnal Teknologi Kimia Dan Industri* 1 (1): 356–65.
- Cahyani, Maulidya Dwi, and Ifra Novidayasa. 2016. "Ekstraksi Zat Warna Alami Dari Kayu Bakau Dengan Metode Microwave Assisted Extraction.Pdf."
- Chanayath, Nittaya, Sorasak Lhieochaiphant, and Suree Phutrakul. 2002. "Pigment Extraction Techniques from Indigofera Tinctoria Leaves for Chemical Structure Analysis" 1: 1–12. [papers2://publication/uuid/4B399CCC-818C-409B-8CB0-69C47C2DD842](https://publication/uuid/4B399CCC-818C-409B-8CB0-69C47C2DD842).
- Comlekcioglu, Nazan, Lale Efe, and Sengul Karaman. 2015. "Extraction of Indigo from Some Isatis Species and Dyeing Standardization Using Low-Technology Methods." *Brazilian Archives of Biology and Technology* 58 (1): 96–102.

<https://doi.org/10.1590/S1516-8913201502658>.

Contamine, F., Faid. F., Wilhelm, A.M., Berlan, J. Delmas, H. 2014. “Chemical Reactions under Ultrasound.” *Chemical Engineering Science*.

Gala, Selfina, Sumarno Sumarno, and Mahfud Mahfud. 2018. “Microwave-Assisted Extraction of Natural Dyes from Coleus Atropurpureus Leaves: The Effect of Solvent.” *MATEC Web of Conferences* 156. <https://doi.org/10.1051/mateconf/201815606011>.

Gogate. 2006. “Energy Analysis in Acoustic Cavitation.Pdf.” *Science Direct* 13: 68–71.

Gowri, P. 2013. “Comparative Study of Pharmacognosy Analysis of Bioactive Compounds from Abutilon Indicum L. and Indigofera Tinctoria L.” www.currentsciencejournal.info.

Gutierrez, Roldan, Ruiz Jimenez J, Luque de Castro. 2008. “Ultrasound-Assisted Dynamic Extraction of Valuable Compounds from Aromatic Plants and Flowers as Compared with Steam Distillation and Superheated Liquid Extraction.” *Department of Analytical Chemist*, 14071.

Kaufmann B, Christen P. 2002. “Recent Extraction Techniques for Natural Products: Microwave-Assisted Extraction and Pressurised Solvent Extraction.” *Phytochem Anal* 13 (2): 105–13.

Kim, Ji Yun, Jin Young Lee, Youn Sook Shin, and Geun Joong Kim. 2009. “Mining and Identification of a Glucosidase Family Enzyme with High Activity toward the Plant Extract Indican.” *Journal of Molecular Catalysis B: Enzymatic*. <https://doi.org/10.1016/j.molcatb.2008.10.001>.

Kumar, Ananth, A A Sankar, and M Kumaravel S Rameshkumar. 2013. “Clitoria Ternatea- Extracts As Corrosion Inhibitor for Mild Steel in Acid Medium” 8 (5): 64–67.

- Kusuma, H. S., and M. Mahfud. 2018. "Kinetic Studies on Extraction of Essential Oil from Sandalwood (*Santalum Album*) by Microwave Air-Hydrodistillation Method." *Alexandria Engineering Journal* 57 (2): 1163–72.
- Kusuma, Heri Septya, Ali Altway, and Mahfud Mahfud. 2019. "An Optimization of Microwave Hydrodistillation Extraction Of Vetiver Oil Using A Face-Centered Central Composite Design." *Journal of Chemical Technology and Metallurgy* 54 (4): 803–9.
- Laleh, G. H., H. Frydoonfar, R. Heidary, R. Jameei, and S. Zare. 2006. "The Effect of Light, Temperature, PH and Species on Stability of Anthocyanin Pigments in Four Berberis Species." *Pakistan Journal of Nutrition* 5 (1): 90–92. <https://doi.org/10.3923/pjn.2006.90.92>.
- Leong, Chean Ring, Muhammad Afif Kamarul Azizi, Md Abu Taher, Suzana Wahidin, Kok Chang Lee, Wen Nee Tan, and Woei Yenn Tong. 2017. "Anthocyanins from *Clitoria Ternatea* Attenuate Food-Borne *Penicillium Expansum* and Its Potential Application as Food Biopreservative." *Natural Product Sciences* 23 (2): 125–31. <https://doi.org/10.20307/nps.2017.23.2.125>.
- Liaqid, A., R. F. Guerrero, E. Cantos, M. Palma, and C. G. Barroso. 2011. "Microwave Assisted Extraction of Anthocyanins from Grape Skins." *Food Chemistry* 124 (3): 1238–43. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2010.07.053>.
- Mason, T J, and J P Lorimer. 2004. "Applied Sonochemistry: Uses of Power Ultrasound In." *Chemistry*.
- Maugard, Thierry, Estelle Enaud, Patrick Choisy, and Marie Dominique. 2001. "Phytochemistry 58 (2001) 897–904.Pdf" 58: 897–904.
- Mayangsari. 2012. "Review Usaha Untuk Menjaga Ketuaan Warna Hasil Pencelupan Kain Denim Dengan Zat Warna Indigo Dengan Mengatur PH Larutan Celup.Pdf." *STT Tekstil Bandung*.

- Mehmood, Arshad, Muhammad Ishaq, Lei Zhao, Sanabil Yaqoob, Bushra Safdar, Muhammad Nadeem, Masooma Munir, and Chengtao Wang. 2019. "Impact of Ultrasound and Conventional Extraction Techniques on Bioactive Compounds and Biological Activities of Blue Butterfly Pea Flower (*Clitoria Ternatea* L.)." *Ultrasonics Sonochemistry* 51: 12–19. <https://doi.org/10.1016/j.ultsonch.2018.10.013>.
- Pattanaik, Lopa, Satya Narayan Naik, and P. Hariprasad. 2019. "Valorization of Waste *Indigofera Tinctoria* L. Biomass Generated from Indigo Dye Extraction Process—Potential towards Biofuels and Compost." *Biomass Conversion and Biorefinery* 9 (2): 445–57. <https://doi.org/10.1007/s13399-018-0354-2>.
- Pragna, C. H., T. K. Ranjitha Gracy, R. Mahendran, and C. Anandharamakrishnan. 2019. "Effects of Microwave and Cold Plasma Assisted Hydrodistillation on Lemon Peel Oil Extraction." *International Journal of Food Engineering* 0 (0): 1–10. <https://doi.org/10.1515/ijfe-2019-0093>.
- Pujilestari, Titiek. 2017. "Batik Fabric Dyeing Process Optimization Using Natural Dyes Tingi (*Ceriops Tagal*) and *Indigofera* Sp." *Dinamika Kerajinan Dan Batik*.
- R., Muhammad Ezzudin, and Rabeta, M.S. 2018. "A Potential of Telang Tree (*Clitoria Ternatea*) in Human Health." *Food Research* 2 (5): 415–20. [https://doi.org/10.26656/fr.2017.2\(5\).073](https://doi.org/10.26656/fr.2017.2(5).073).
- Rahman, Norul Azilah Abdul, Siti Marsinah Tumin, and Ruziyati Tajuddin. 2013. "Optimization of Ultrasonic Extraction Method of Natural Dyes from *Xylocarpus Moluccensis*." *International Journal of Bioscience, Biochemistry and Bioinformatics* 3 (1): 53–55. <https://doi.org/10.7763/ijbbb.2013.v3.162>.
- Rouhani S, Alizadeh N, Salimish, Ghasemi. 2009. "Ultrasonic Assisted Extraction of Natural Pigments from Rhizomes of *Curcuma Longa* L." *J.Prog. Color, Colorants, Coatings.*, 2009.

- Sari, P., Agustina, F., Komar, M., Unus, Fauzi, M., & Lindriati, T. 2005. "Ekstraksi Dan Stabilitas Antosianin Dari Kulit Buah Duwet." *Jurnal Teknol Dan Industri Pangan* 16: 2.
- Schenk, Peer M., Skye R. Thomas-Hall, Evan Stephens, Ute C. Marx, Jan H. Mussgnug, Clemens Posten, Olaf Kruse, and Ben Hankamer. 2008. "Second Generation Biofuels: High-Efficiency Microalgae for Biodiesel Production." *BioEnergy Research* 1: 20–43.
- Secretariat, Council, and The National Agriculture. 2018. "Indigo Dye Production in Bangladesh-a Case Study in Modhupur Indigo Dye Production in Bangladesh- a Case Study In," no. February.
- Sinha, Keka, Papita Das (Saha), and Siddhartha Datta. 2012. "INatural Blue Dye from Clitoria Ternatea: Extraction and Analysis Methods." *Research Journal of Textile and Apparel* 16 (2): 34–38. <https://doi.org/10.1108/RJTA-16-02-2012-B003>.
- Sulistiawati, Endah, and Prima Swastika. 2017. "Ekstraksi Zat Warna Alami Dari Daun Jati Muda Dan Kayu Secang Dengan Metode Ultrasound Assited Extraction Untuk Aplikasi Produk Tekstil." *Its*.
- Sumarlan, S. H., Susilo, B., Mustofa, A., & Mu'nim, M. 2018. "Ekstraksi Senyawa Antioksidan Dari Buah Strawberry (Fragaria X Ananassa) Dengan Menggunakan Metode Microwave Assisted Extraction (Kajian Waktu Ekstraksi Dan Rasio Bahan Dengan Pelarut)." *Jurnal Keteknikanxvi Pertanian Tropis Dan Biosistem* 6: 40–51.
- Sun, Yu, Hong Kun Xue, Cheng Hai Liu, Chai Liu, Xiao Lin Su, and Xian Zhe Zheng. 2016. "Comparison of Microwave Assisted Extraction with Hot Reflux Extraction in Acquirement and Degradation of Anthocyanin from Powdered Blueberry." *International Journal of Agricultural and Biological Engineering* 9 (6): 186–99. <https://doi.org/10.3965/j.ijabe.20160906.2724>.

- Tayade, Priti B., and Ravindra V. Adivarekar. 2014. "Extraction of Indigo Dye from *Couroupita Guianensis* and Its Application on Cotton Fabric." *Fashion and Textiles* 1 (1): 1–16. <https://doi.org/10.1186/s40691-014-0016-3>.
- Utama, Faris Putra, and Gumilang Satrio Pratomo. 2014. "Ekstraksi Zat Warna Alami Dari Kulit Manggis Dengan Metode Hydro-Extraction Dan Microwave Hydro-Extraction.Pdf."
- Wahyuningsih, S., L. Wulandari, M. W. Wartono, H. Munawaroh, and A. H. Ramelan. 2017. "The Effect of PH and Color Stability of Anthocyanin on Food Colorant." *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 193 (1). <https://doi.org/10.1088/1757-899X/193/1/012047>.
- Wang JX, Xiao XH, Li GK. 2008. "Study of Vacuum Microwave-Assisted Extraction of Polyphenolic Compounds and Pigment from Chinese Herbs." *J Chromatogr A*, 45–53.
- Winarno. 1984. *Kimia Pangan Dan Gizi*. PT. Gramedia Pustaka Utama Jakarta.
- Xiao, Weihua, Lujia Han, Bo Shi. 2008. "Microwave-Assisted Extraction of Flavonoids from *Radix Astragali*." *Separation and Purification Technology* 62 (3): 614–18.
- Yang, Changyan, Rui Li, Bo Zhang, Qi Qiu, Baowei Wang, Hui Yang, Yigang Ding, and Cunwen Wang. 2019. "Pyrolysis of Microalgae: A Critical Review." *Fuel Processing Technology* 186: 53–72.

LAMPIRAN A

PROSEDUR ANALISA

Besaran yang diukur dan analisa yang dilakukan:

- A. Perhitungan *yield* zat warna antosianin bunga telang
- B. Perhitungan *yield* zat warna indigo daun tarum

Prosedur Analisa

A. Perhitungan *Yield* Antosianin

1. Membagi dua larutan hasil ekstrak
2. Membuat larutan hasil ekstrak pertama menjadi pH 1 dan larutan hasil ekstrak kedua menjadi pH 4,5
3. Melakukan uji UV-Vis untuk kedua larutan
4. Memasukkan hasil uji ke dalam rumus $\gamma = (A.M.F.V)/(m.\epsilon.l)$ di mana γ berarti konsentrasi massa antosianin, A (absorbansi) = $(A_{520nm} - A_{700nm})_{pH\ 1,0} - (A_{520nm} - A_{700nm})_{pH\ 4,5}$, M adalah massa molar antosianin, $449,2\ g.mol^{-1}$, F adalah rasio pengenceran bunga telang, V adalah volume larutan ekstraksi, m adalah massa bunga telang, ϵ adalah koefisien molar absorpsi sebesar $26900\ mol^{-1}cm^{-1}$ dan lebar kuvet dalam cm

B. Perhitungan *Yield* Zat Warna Indigo

1. Menimbang beaker glass kosong yang dinotasikan sebagai A (gram)
2. Menimbang beaker glass yang telah diisi minyak atsiri yang dinotasikan sebagai B (gram)
3. Menghitung massa zat warna (gram) = B – A
4. Menghitung *yield* zat warna dengan menggunakan persamaan:

Contoh perhitungan dari data variabel bawang putih dengan suhu 60°C, rasio F/S 0,02 g/ml, rasio CaO/F 0,05 dan frekuensi 40 kHz yang diekstraksi dengan metode *ultrasound-assisted extraction*.

Contoh perhitungan:

Massa bahan = 4,0050 gram

Massa beaker glass kosong (A) = 29,5205

gram beaker glass+indigo (B) = 29,7485

gram indigo ekstrak = 0,2305 gram

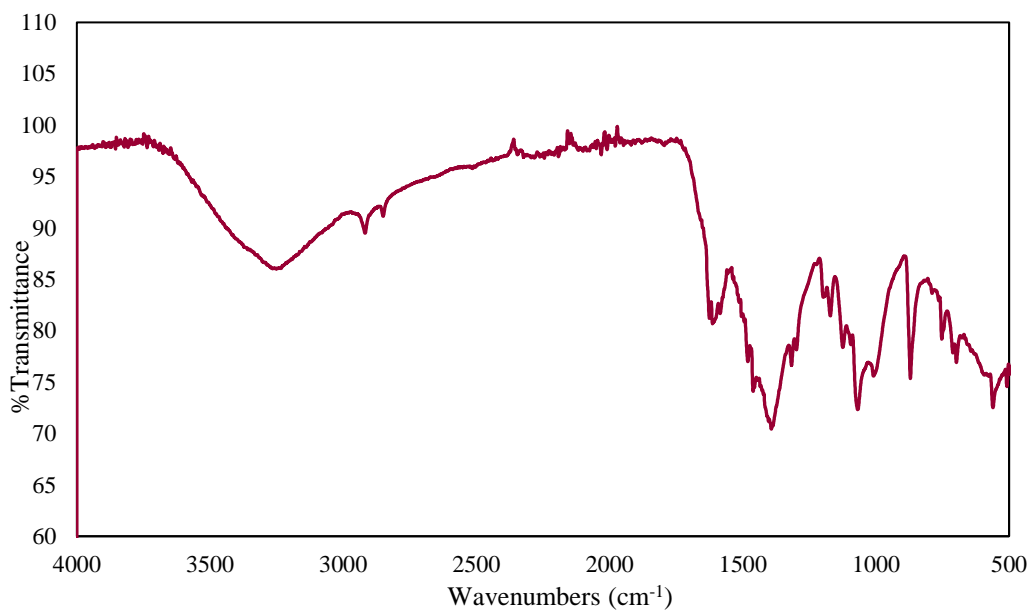
Menghitung *yield* minyak atsiri:

$$\begin{aligned} \text{Yield (\%)} &= \frac{\text{massa zat warna}}{\text{massa bahan}} \times 100\% \\ &= \frac{0,2305}{4,0050} \times 100\% \\ &= 5,75\% \end{aligned}$$

LAMPIRAN B

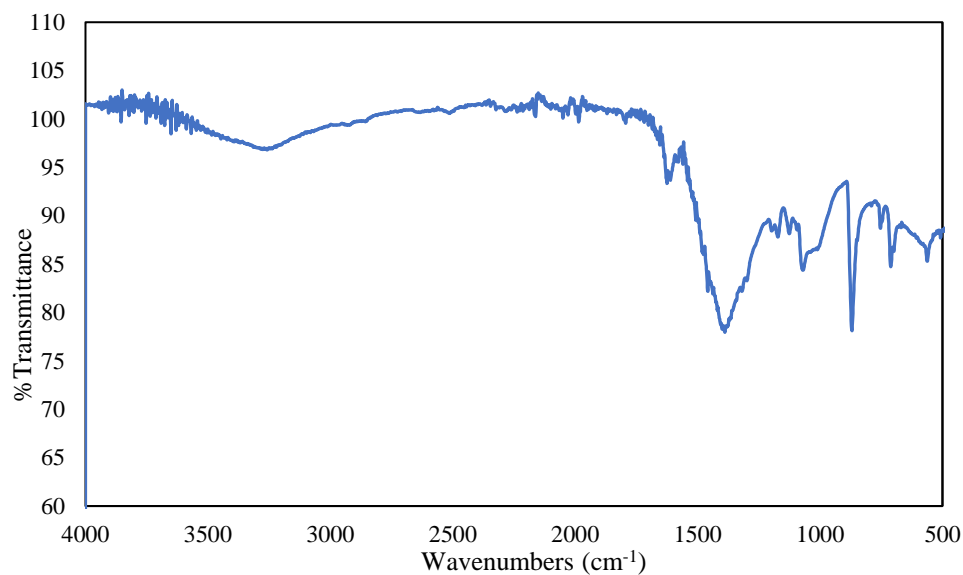
HASIL ANALISA FT-IR

1. Hasil Analisa Komponen Zat Warna Indigo dengan Metode *Ultrasound-assisted Extraction*



| Tingkat Kemiripan | Nama Senyawa |
|-------------------|--|
| 64,07 | Indigo, synthetic |
| 39,72 | PENICILIN G POTASSIUM IN KBR |
| 35,29 | SUCROSE IN KBR |
| 34,28 | DEXBROMPHENIRAMINE MALEATE IN KBR |
| 31,00 | OPIUM POWDER IN KBR |
| 29,60 | 1,2-Cyclohexanedione dioxime, 97% |
| 29,45 | Diphenylglyoxime, 97% |
| 28,73 | 2,2,6,6-Tetramethyl-3,5- heptanedione, 98+% |
| 28,62 | METHYL ALCOHOL, 99,9% |
| 28,57 | CELLOPHANE |

2. Hasil Analisa Komponen Zat Warna Indigo dengan Metode *Microwave-assisted Extraction*



| Tingkat Kemiripan | Nama Senyawa |
|--------------------------|--------------------------------------|
| 47,97 | PENICILIN G POTASSIUM IN KBR |
| 40,52 | Calcium carbonate 99% |
| 39,11 | Indigo, synthetic, 97% |
| 36,11 | Methylenecyclobutane, tech., 96% |
| 36,11 | Methylenecyclobutane |
| 35,10 | DEXBROMPHENIRAMINE MALEATE IN KBR |
| 33,30 | Diphenylglyoxime, 97% |
| 32,52 | 1,2-Cyclohexanedione dioxime, 97% |
| 31,32 | 5-Methylthiazole, 97% |
| 30,39 | Methylenecyclopentane, 97% |

BIOGRAFI PENULIS



Penulis yang bernama Achmad Qodim S. dilahirkan di Sidoarjo, Jawa Timur pada tanggal 11 Oktober 1995. Penulis yang merupakan anak pertama ini besar dan tumbuh di Sidoarjo. Pendidikan formal yang dilalui penulis: MINU Pucang Sidoarjo pada tahun 2002 – 2008, SMPN 1 Sidoarjo pada tahun 2008 – 2011, SMA Taruna Nusantara pada tahun 2011 – 2014, Sarjana Teknik Kimia di Institut Teknologi Sepuluh Nopember, Surabaya 2014 – 2018 dengan mengambil judul tugas akhir

“Ekstraksi Zat Warna Merah, Kuning, dan Hitam dari Limbah Mill Scale” dan dengan mengambil judul skripsi “Ekstraksi Zat Warna Alami dari Pacar Kuku dan Tarum dengan Metode Ultrasound-assisted Extraction”.

Pada tahun 2018, penulis melanjutkan pendidikan Masternya di Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember di Departemen Teknik Kimia dengan bidang keahlian Teknologi Proses. Pada tahap ini penulis melanjutkan dan mendalami penelitian terkait ekstraksi zat warna di Laboratorium Teknologi Proses Reaksi Kimia dan Biomassa yang dibimbing langsung oleh Kepala Laboratorium Teknologi Proses Kimia yaitu Prof. Dr. Ir. Mahfud, DEA, dan pada tanggal 3 Agustus 2020 berhasil melalui sidang Tesis.

Dalam penyusunan Tesis yang berjudul “Ekstraksi Zat Warna dari Telang (*Clitoria ternatea* L.) dan Tarum (*Indigofera tinctoria* L.) dengan Menggunakan Metode *Ultrasound-assisted Extraction* (UAE) dan *Microwave-assisted Extraction* (MAE)” ini penulis telah dan akan mengikuti beberapa seminar Internasional. Bagian dari Tesis ini telah dan akan diseminarkan di: 14th Joint Conference on Chemistry (JCC) 2019 yang diadakan oleh Universitas Sebelas Maret.

Satu hal yang saat ini masih diupayakan oleh penulis, yaitu mengembangkan Teknologi Proses Kimia yang berhasil mengantarkan penulis pada gelar Magister Teknik (M.T.). Mohon doa dari para pembaca agar upaya penulis ini dapat tercapai, sehingga metode yang dikembangkan dapat digunakan untuk mengekstraksi zat warna dengan lebih efektif dan efisien.