

Isolasi dan Karakterisasi Kristal *Organic Flocculant Cyclea barbata* Mier

Nurdin^{1*}, Hendrawan^{1*}, Yaya Sonjaya¹, Fitri Khoerunnisa¹

¹ Departemen Pendidikan Kimia, Universitas Pendidikan Indonesia, Indonesia

Koresponden: E-mail: hendrawan@upi.edu

ABSTRAK

Ekstrak *cyclea barbata miers* (CBM) sebagai komponen pengembangan flokulan untuk pengolahan limbah cair telah terbukti memiliki potensi yang sangat baik. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan mengkaraktirasi kristal *organic flocculant* dari *Cyclea barbata* Miers yang diperoleh dengan cara ekstraksi melalui teknik refluks menggunakan pelarut metanol. Ekstrak CBM yang diperoleh dari selanjutnya dimurnikan sampai diperoleh Kristal, dan dikarakterisasi menggunakan analisis mikroskopik, HPLC, FTIR, XRD, ¹H NMR, dan LCMS. Hasil karakterisasi menunjukkan bahwa bentuk morfologi kristal yang diperoleh adalah batang dan kubus. Kristal mengandung gugus fungsi O-H, -CH₃, NH, -C-O-, dan -C-Cl, mempunyai massa molekul relatif 921,26, dan rumus molekulnya C₄₄H₅₆ClNO₁₈.

Kata Kunci: *Cyclea barbata Miers*; kristal; refluks; CBM.

Diterima 29 Jan 2021
Diperbaiki 11 Mar 2021
Diterbitkan 20 Apr 2021

ABSTRACT

It has been proven that the extract of *Cyclea Barbata Miers* (CBM) shown an impressive performance as a flocculant for wastewater treatment. This study aims to isolate and characterize crystals of organic flocculant aids from *Cyclea barbata* Miers obtained by methanol solvent reflux extraction. The CBM extract obtained from reflux in methanol was purified until the crystal was obtained. The obtained crystal was characterized using microscopic analysis, HPLC, FTIR, XRD, ¹H NMR, and LCMS. The results showed that the crystalline morphological obtained were in rods and cubes form. The crystal containing O-H, -CH₃, NH, -C-O-, and -C-Cl functional groups. Its relative molecular mass was 921.26, and the molecular formula was C₄₄H₅₆ClNO₁₈.

Kata Kunci: *Cyclea barbata Miers*; crystal; reflux; CBM.

1. PENDAHULUAN

Flokulan Organik (OF) sering digunakan dalam perlakuan penjernihan air, selain ko-agulan. OF digunakan untuk membantu menghasilkan aglomerat yang besar dan cepat mengendap. Polasek (2009) mengklasifikasikan OF berdasarkan asalnya, keadaan saat terlarut dalam air (karakteristik kimia), dan kegunaannya [1]. Berdasarkan asalnya, OF bisa berupa polimer sintetik dan polimer alami baik yang diperlakukan atau tidak diperlakukan lebih lanjut secara kimiawi. Berdasarkan karakteristik kimianya OF dapat digolongkan menjadi polielektrolit dan nonelektrolit. Sementara, berdasarkan kegunaannya OF dapat dibagi menjadi agen pemurnian, secara kimiawi adalah kationik, dan pembantu flokulasi (OFA), yang secara kimiawi bersifat anionik, amfolit, dan non-ionik.

Polimer sintetik bermassa molekul tinggi seperti poliakrilamida adalah sangat efektif untuk agen flokulasi tetapi polimer-polimer tersebut tidak stabil dalam medan gangguan sehingga dapat kehilangan efektifitas flokulasinya. Polimer alami seperti polisakarida memiliki sifat resistan terhadap shear degradation [2]. Beberapa sumber alam yang telah banyak mendapat perhatian untuk digunakan dalam penjernihan air adalah *Mucuna Seed* [3] dan *Moringa Oleifer Seed* [4].

Karena potensinya sebagai material dasar pada pengembangan flokulan organik, polisakarida telah menjadi perhatian pengembang untuk mendapatkan flokulan yang cocok dalam penyediaan air bersih. Hasil penelitian menunjukkan bahwa polisakarida kationik yang dipelajari memperlihatkan efisiensi flokulasi yang tinggi pada dosis flokulan optimumnya, yang berkorelasi dengan densitas muatan polikation. Hasil yang diperolehnya konsisten dengan mekanisme netralisasi untuk suatu proses flokulasi.

Kesadaran terhadap konservasi lingkungan telah mendorong para peneliti untuk berinovasi pada pemenuhan kebutuhan produk yang ramah terhadap lingkungan. Hal ini telah mendorong minat pengkajian flokulan alami dan mengembangkan cara-cara baru dalam pemanfaatannya agar dapat dicapai keselarasan antara biaya, efisiensi, dan keselamatan dalam pemanfaatan polielektrolit. Dalam pekerjaannya, Bratskaya dkk (2005) telah mendapatkan bahwa polisakarida kationik (turunan kanji dan kitosan) menyebabkan flokulasi disperse kaolin pada dosis minimum yang sama dengan flokulan sintetik [5].

Dari sekian banyak polimer alam yang menjadi perhatian peneliti, polisakarida menunjukkan banyak keuntungan seperti biodegradable, non-toksik, kemampuannya untuk dilakukan berbagai modifikasi, dapan memiliki sumber bahan terbarukan yang melimpah [5]. Pentingnya polisakarida sebagai bahan flokulan juga telah mendorong banyak peneliti untuk memanfaatkan potensi yang ada, termasuk melalui proses fermentasi. Zajic dan LeDUY (1973) telah memanfaatkan hasil penelitian yang dilakukan Bernier (1958) terkait penggunaan *Pullularia pullulans*, jamur sejenis ragi, sebagai fermentor untuk menghasilkan polisakarida [6, 7]. Singh dkk. (2014) berhasil mensintesis flokulan kationik baru berbasis pada polisakarida termodifikasi dari kanji, amilose, amilopektin, kitosan, guar gum, glikogen, dan kernel asam [8]. Dapat dinyatakan bahwa polisakarida kationik merupakan flokulan dengan efisiensi yang tinggi untuk perlakuan pada efluen industrial, pengolahan air limbah perkotaan, dan penghilangan warna dari pewarna.

Secara praktis, eksplorasi terhadap beberapa biodiversitas untuk dijadikan sebagai bahan dasar flokulan telah dikaji secara intensif. Salah satu sumber flokulan alam yang sangat potensial adalah *Cycle barbata* Miers, yang memiliki tingkat efisiensi yang baik dalam kinerja flokulasi dan memiliki kemudahan untuk dibudidayakan [9-12]. Untuk kepentingan pengembangan lebih lanjut diperlukan informasi mendasar tentang komponen utama polimer yang terkandung dalam spesies tersebut. Terkait dengan hal tersebut telah dilakukan kajian tentang kristalisasi dengan beragam jalur preparasi. Pada tulisan ini dipaparkan isolasi dan karakterisasi kristal dari *Cyclea barbata* Mier (CBM) melalui metode ekstraksi dengan teknik refluks menggunakan pelarut metanol.

2. METODE

2.1 Bahan

Metanol (*grade p.a.*), kloroform (*grade p.a.*), aseton (*grade p. a.*), metanol (*grade teknis*), dan n-heksan (*grade teknis*), dan Aquades. *Cyclea barbata* Miers diperoleh dari daerah Tasikmalaya.

2.3 Prosedur

Isolasi dan Kristalisasi CBM

Sebanyak 400 gram bubuk kering daun *Cyclea barbata* Mier dimasukkan ke dalam labu dasar bulat, kemudian ditambahkan 1950 mL metanol grade teknis sehingga semua bubuk terendam. Setelah direfluks pada suhu 65 °C selama tujuh jam dilakukan penyaringan dengan kain halus. Filtrat yang diperoleh dikisatkan dengan menggunakan *rotary evaporator* sampai diperoleh ekstrak pekat. Ekstrak tersebut kemudian dibiarkan sampai mengering sehingga diperoleh padatan.

Padatan yang diperoleh dicuci dengan aquades 40°C, yang dilanjutkan dengan penyaringan pada kondisi vakum. Filtrat yang diperoleh dicuci dengan nheksan grade teknis dengan perbandingan volume 1:1. Ekstrak fase air yang diperoleh diuapkan pada suhu kamar kemudian didinginkan sampai terbentuk kristal. Kristal yang dihasilkan dicuci berulang kali dengan metanol dingin (*grade p.a.*) sampai diperoleh filtrat yang hampir tidak berwarna. Sebagian kristal direkristalisasi untuk mendapatkan kristal yang berkualitas lebih baik. Ke dalam beberapa gram kristal ditambah metanol panas (*grade p.a.*) sampai semua kristal larut. Kemudian, larutan dibiarkan sampai metanolnya menguap. Kristal yang terbentuk (kristal CBM) dikumpulkan lalu ditimbang.

Karakterisasi Kristal CBM

Bentuk Morfologi Kristal

Satu bentuk kristal diambil dan ditempatkan di atas kaca preparat, kemudian diamati dengan menggunakan mikroskop binokuler Shimadzu 3905789.

Panjang Gelombang Maksimum Serapan Larutan

Analisis ini dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV/VIS Shimadzu 1240. Larutan CBM dibuat dengan melarutkan sekitar 0,01 gram kristal CBM dengan *aquabidest* sampai volume 10 mL. Absorbansi larutan di-*scan* pada rentang panjang gelombang 190390 nm sehingga diperoleh nilai panjang gelombang maksimumnya. Panjang gelombang ini digunakan untuk analisis jumlah komponen menggunakan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC).

Jumlah Komponen Kristal CBM

Analisis ini dilakukan dengan metode kromatografi cair kinerja tinggi fase terikat menggunakan alat HPLC Hitachi D-7000. Larutan kristal CBM disuntikkan sebanyak 20 µL ke dalam kolom C18 bersuhu 40°C. Fase gerak metanol : air (1:1) dialirkan dengan laju alir 0,500 mL/menit. Komponen yang ke luar dari kolom dideteksi menggunakan detektor UV.

Gugus Fungsi Kristal Bioflokulan CBM

Analisis ini menggunakan metode spektrofotometri *Fourier Transform Infra Red* (FTIR). Alat yang digunakan adalah spektrofotometer FTIR Shimadzu-8400. Beberapa miligram kristal CBM dicampur dengan serbuk KBr dan digerus di dalam alat *mortir agate* sampai halus dan campurannya merata. Campuran tersebut kemudian dimasukkan ke dalam suatu cetakan dan ditekan dengan penekan hidrolik sehingga diperoleh suatu lempeng tipis yang transparan. Selanjutnya, lempeng tipis dimasukkan ke dalam *pellet holder* dan ditempatkan di dalam alat FTIR.

Kelarutan Kristal Bioflokulan DYT

Uji kelarutan kristal dilakukan di dalam pelarut air dan metanol. Uji kelarutan dilakukan dengan cara mengambil sebagian kecil kristal CBM, kemudian dimasukan ke dalam sejumlah tabung reaksi kecil yang masing-masing sudah berisi n-heksana, kloroform, n-butanol, aseton, metanol dan air.

Difraksi sinar-X (XRD)

Uji difraksi sinar-x dilakukan dengan menggunakan instrumentasi XRD. Uji ini dilakukan dengan cara kristal diambil seujung spatula kemudian digerus dalam lumpang, setelah halus, Kristal diletakkan dalam preparat dan diratakan permukaanya dengan bantuan spatula. Sediaan dimasukan ke dalam XRD, dan parameter pengukuran diseting melalui portable computer yang terintegrasi langsung ke alat XRD. Parameter pengukuran tersebut yaitu *Start Position* [$^{\circ}2\theta$] = 5.0084, *End position* [$^{\circ}2\theta$] = 79.9954, *Step Size* [$^{\circ}2\theta$] = 0.0170, *Scan Step Time* [s] = 4.1750, *Scan Type* = continous, *Specimen Length* [mm] = 10.00, *Measurement Temperature* [$^{\circ}C$] = 25.00, *Anoda Material*: Cu, K-Alpha1 [A] = 1.54060, *Generator Setting*: 30 mA, 40 kV. Setelah parameter diseting maka langkah selanjutnya adalah scanning Kristal yang datanya kemudian langsung terintegrasi ke dalam komputer.

Pengukuran NMR

Pengukuran NMR menggunakan pengukuran proton dan karbon untuk mengetahui struktur senyawa dengan informasi posisi atom H (proton) dan atom C (karbon) yang terdapat dalam senyawa hasil isolasi. Sampel kristal CBM dilarutkan dengan suatu pelarut yang dapat melarutkan sampel dengan baik. Pelarut yang digunakan merupakan pelarut yang terdeoneutrasi pada atom Hidrogennya. Pengukuran dilakukan dengan cara memasukkan sampel yang telah dilarutkan ke dalam tabung khusus untuk pengukuran NMR, sampel yang telah ada di tabung dimasukkan ke dalam alat NMR untuk diukur.

Pengukuran LCMS

Instrumentasi LCMS ini berguna untuk menentukan massa relatif dari molekul komponen dan massa relatif hasil pecahannya. Parameter pengukurannya adalah jumlah sampel yang diinjeksikan 20 μ L, flow rate 1 mL/min, eluen yang digunakan MeOH+Air = 80 + 20, LC: Hitachi L 6200, System ESI (*Electrospray Ionisation*), Positive ion mode, Kolom C18 (RP 18) Supelco, Column length: 150 mm, ID: 2 mm, Particle size: 5 μ m.

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Isolasi Senyawa CBM

Setelah didinginkan sampai suhu 50 oC, hasil refluks 400 g bubukan kering simplisia *cyclea barbata miers* (CMB) dalam 1950 mL metanol selama 7 jam disaring dengan kain halus. Ekstrak atau filtrat hasil saringan berwarna hijau tua, sebanyak 1200 mL, sebagaimana ditunjukkan pada Gambar 1.



Gambar 1. Ekstrak yang dihasilkan pada proses refluks dengan pelarut metanol

Warna hijau tersebut menunjukkan bahwa selama proses refluks klorofil telah ikut terekstrak. Untuk menghilangkan klorofil yang terekstrak dilakukan penghilangan pelarut dengan menggunakan *freeze dryer*, dihasilkan residu sebanyak 19,61 gram, yang dilanjutkan dengan pencucian dengan menggunakan aquadest bersuhu 40 °C pada perbandingan massa zat : volume air adalah 1 g : 5 mL.

Saat massa padat ditambah aquadest terbentuk larutan berwarna coklat tua dan endapan hijau. Pemisahan kedua komponen tersebut dilakukan dengan cara penyaringan berulang sampai tidak terlihat lagi adanya warna hijau pada kertas saring. Pada kondisi ini, filtrat yang diperoleh masih berwarna hijau.



Penambahan *n*-heksan pertama



Penambahan *n*-heksana terakhir

Gambar 2. Tampilan fisik cairan sebelum dan setelah ekstraksi dengan *n*-heksana

Untuk menghilangkan kemungkinan masih adanya senyawa non polar dalam filtrat dilakukan ekstraksi berulang cair-cair dengan menggunakan *n*-heksana. Ekstraksi ini

dilakukan di dalam corong pisah dengan perbandingan filtrat berwarna hijau dengan *n*-heksan adalah 1:1. Lapisan air berada di bawah karena massa jenisnya lebih besar daripada massa jenis *n*heksan. Fase air berwarna coklat kemerahan. Proses ekstraksi ini dilakukan terus-menerus sampai semua senyawa non polar terekstrak ke dalam fase *n*heksana yang ditandai dengan tidak terjadinya lagi perubahan warna pada *n*heksana yang ditambahkan ke dalam fase air.

3.2 Pemurnian Senyawa CBM

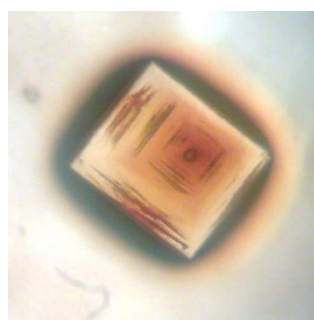
Fase cair yang diperoleh dari hasil ekstraksi berulang diuapkan dan didinginkan pada kaca arloji. Sekitar enam jam kemudian, terbentuk kristal dengan bentuk batang dan kubus. Kristal tersebut didiamkan sampai semua pelarutnya menguap. Untuk menghilangkan kemungkinan masih adanya pengotor dalam kristal dilakukan pencucian secara berkelanjutan dengan menggunakan metanol dingin (suhu kamar) dan metanol panas (sekitar 50 °C). Filtrat yang dihasilkan didinginkan dan pelarutnya diuapkan pada suhu kamar. Setelah satu hari kristal mulai terbentuk sejalan dengan berkurangnya pelarut yang ada dalam lingkungan kristal.

3.3. Bentuk Morfologi Kristal CBM

Bentuk morfologi kristal CBM diamati di bawah mikroskop cahaya dengan perbesaran 400 kali. Sebelum rekristalisasi dihasilkan dua bentuk kristal yaitu batang dan kubus. Bentuk morfologi kedua bentuk kristal dapat dilihat pada Gambar 3.



(a) Batang



(b) Kubus

Gambar 3. Bentuk Morfologi Kristal CBM

3.4. Panjang Gelombang Maksimum Serapan Larutan CBM

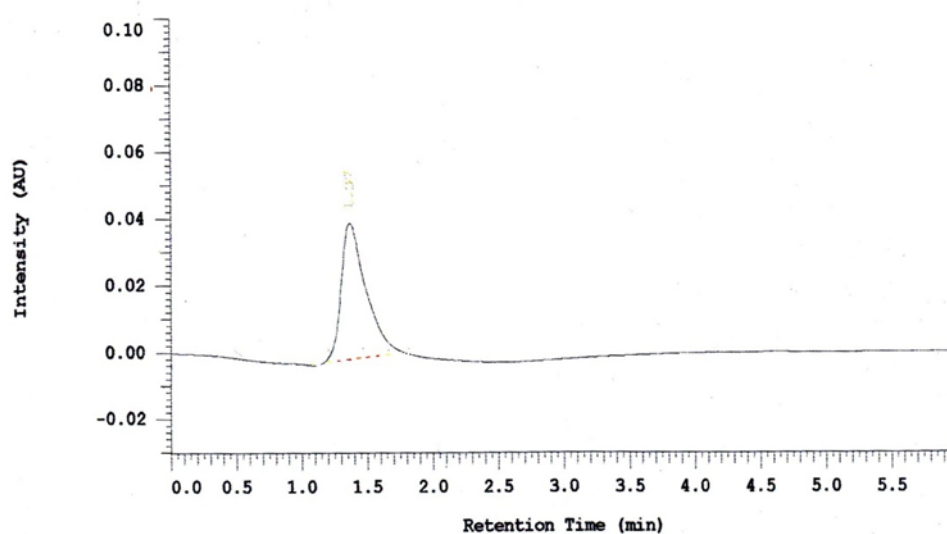
Data mengenai panjang gelombang maksimum memberikan keterangan mengenai jenis kromofor tempat terjadinya transisi elektron pada tingkat energi tertentu pada molekul kristal. Uji panjang gelombang maksimum serapan ini dilakukan dengan cara melarutkan cuplikan kristal CBM batang dalam 10 mL pelarut air, kemudian *discan* pada rentang panjang gelombang 190390 nm.

Untuk kristal batang, diperoleh dua panjang gelombang maksimum, yaitu pada 284,0 nm dengan absorbansi 0,519 dan pada 205,0 nm dengan absorbansi 4,000. Intensitas serapan yang lebih kuat pada panjang gelombang 284,0 nm, menunjukkan terjadinya transisi $\pi \rightarrow \pi^*$. Transisi ini disebabkan oleh elektron pada sistem ikatan tak jenuh yang mengandung orbital π . Penyerapan sinar UV pada panjang gelombang ini menyebabkan elektron dari orbital π tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi yaitu pada orbital π^* . Serapan maksimum pada

panjang gelombang 205,0 nm menunjukkan terjadinya transisi $n \rightarrow \pi^*$ yang disebabkan oleh elektron pada sistem ikatan jenuh dan elektron yang tidak berikatan. Penyerapan sinar UV pada panjang gelombang ini menyebabkan elektron tingkat dasar dari orbital n tereksitasi ke tingkat energi yang lebih tinggi yaitu pada orbital π^* . Penyerapan sinar UV pada transisi $n \rightarrow \pi^*$, terjadi pada panjang gelombang yang lebih tinggi daripada transisi $\pi \rightarrow \pi^*$. Hal ini disebabkan energi yang dibutuhkan untuk transisi $n \rightarrow \pi^*$ lebih kecil daripada transisi $\pi \rightarrow \pi^*$.

3.5. Hasil Kromatografi HPLC

Instrumentasi kromatografi HPLC dilakukan pada panjang gelombang 284,0 nm. Hasil kromatografinya diberikan pada Gambar 4.



Gambar 4. Kromatogram HPLC Kristal CBM

Pada kromatogram Gambar 4 terlihat bahwa hanya ada satu puncak yang muncul, dengan waktu retensi 1,4 dan luas area 229098. Pada batas resolusi alat yang digunakan, munculnya hanya satu puncak tersebut mengindikasikan sampel hanya terdiri dari satu komponen.

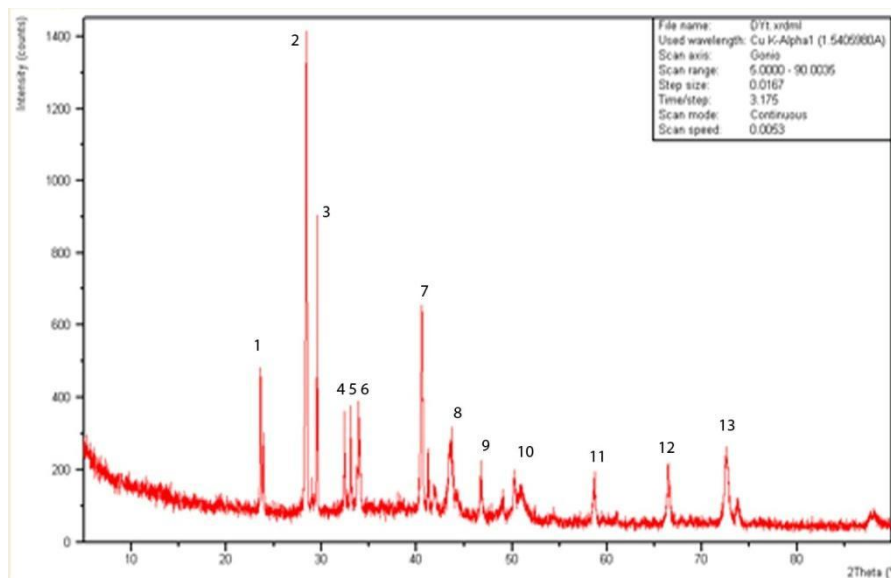
3.6. Karakterisasi XRD (X-Ray Diffraction)

Karakterisasi pola difraksi sinar-X (XRD) dilakukan untuk mengetahui pola difraksi dari kristal CBM. Difraktogram dari kristal bioflokulan CBM ditampilkan oleh Gambar 5.

Hasil dari pola difraksi oleh sinar-X berupa puncak-puncak yang mempunyai intensitas dan nilai 2θ yang berbeda-beda. Terdapat 13 puncak yang dihasilkan dari difraksi sinar-X oleh kristal CBM. Dari 13 puncak yang dihasilkan, terdapat 7 puncak dengan nilai intensitas tertinggi, yaitu puncak ke-1, 2, 3, 4, 5, 6 dan 7. Intensitas dan 2θ dari keenam puncak yang memiliki intensitas paling tinggi diperlihatkan oleh Tabel 1.

Intensitas yang tinggi yang dihasilkan oleh keenam puncak tersebut menunjukkan bahwa pada daerah tertentu dalam kristal, terdapat bidang kisi kristal yang mempunyai orientasi yang sama sehingga ketika sinar-X ditembakkan pada kristal maka kristal memberikan sudut pantul yang sama dengan panjang gelombang dan fase gelombang yang sama pula, sehingga

menghasilkan interferensi konstruktif dimana amplitudo gelombang resultannya merupakan jumlah amplitudo gelombang-gelombang individual. Terjadinya interferensi konstruktif ini menyebabkan intensitas sinar yang diterima oleh detektor menjadi tinggi dan muncul sebagai puncak yang tajam pada data hasil olahan.



Gambar 5. Difraktogram Kristal CBM

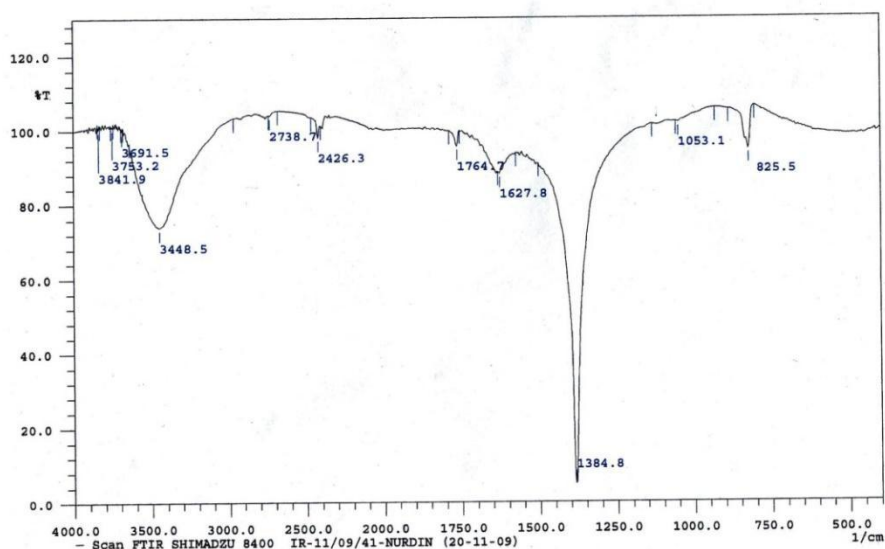
Tabel 1. Data Intensitas dan 2-Theta dari Pola Difraksi kristal CBM

No .	No Puncak.	2-Thet a	Intensita s	Lebar Puncak	<i>d</i>
1.	1	23.664	381	0.4896	3.7567
2.	2	28.382	1212	0.2448	3.1420
3.	3	29.502	329	0.2448	3.0253
4.	4	32.401	307	0.2448	2.7609
5.	5	33.969	320	0.3264	2.6370
6.	7	40.548	620	0.2448	2.2230

3.7. Karakterisasi Gugus Fungsi Kristal CBM dengan FTIR

Spektrum FTIR memberikan informasi tentang gugus fungsi yang menyusun sampel kristal dalam penentuan struktur molekul senyawa Kristal CBM. Spektrum FTIR dari kristal CBM ini disajikan pada Gambar 6.

Dari data hasil analisis kristal bentuk batang, diperoleh serapan pada daerah gugus fungsi yang meliputi serapan pada daerah 3841,9 cm^{-1} yang ditafsirkan sebagai regangan NH, serapan pada daerah 3448,5 cm^{-1} ditafsirkan sebagai regangan OH, serapan pada daerah 1627,7 cm^{-1} ditafsirkan sebagai overtone CH, serapan pada daerah 1384,8 cm^{-1} ditafsirkan sebagai regangan CH₃ kombinasi, serapan pada daerah 1053,1 cm^{-1} ditafsirkan sebagai regangan -C-O, serapan pada daerah 1053,1 cm^{-1} ditafsirkan sebagai regangan -C-O, serapan pada daerah 825,5 cm^{-1} ditafsirkan sebagai regangan -C-Cl.

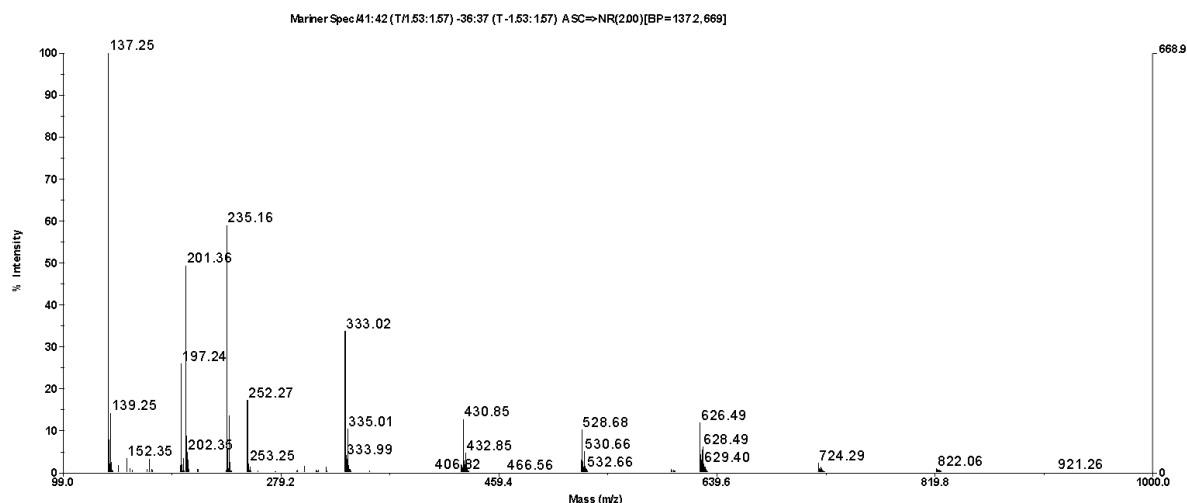


Gambar 6. Spektra FTIR kristal CBM

Berdasarkan data gugus fungsi yang telah diperoleh, dapat ditentukan ikatan yang terjadi antara gugus-gugus fungsi yang terdapat dalam molekul kristal. Adanya gugus OH dapat menyebabkan terjadinya ikatan hidrogen antara gugus tersebut pada molekul kristal. Ikatan hidrogen juga dapat terjadi antara gugus OH dengan gugus C-O. Selain itu, adanya gugus C-H dapat menyebabkan terjadinya gaya van der Waals. Ikatan hidrogen dan gaya van der Waals memiliki peranan penting dalam proses flokulasi pada limbah cair.

3.8. Karakterisasi Massa Molekul Relatif dengan LCMS

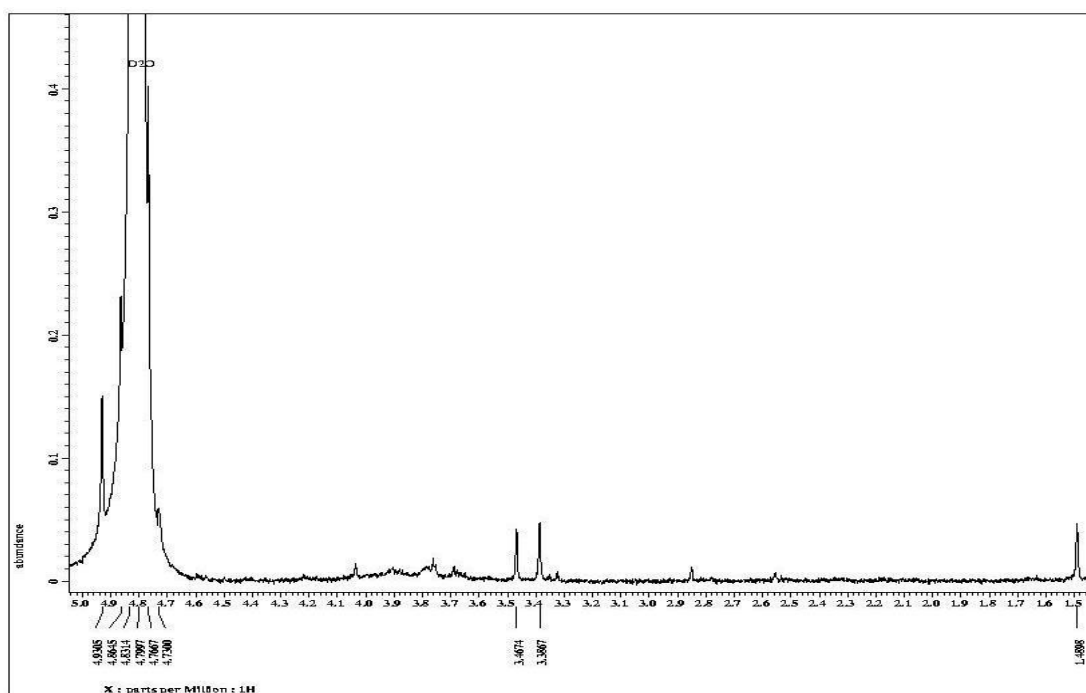
Massa molekul relatif senyawa Kristal CBM diperoleh dari data kromatogram LCMS. Dari data diperoleh bahwa massa molekul relatif dari senyawa Kristal CBM adalah 921,26, sebagaimana dapat dilihat dari Gambar 7.



Gambar 7. Hasil LCMS kristal CBM

3.9. Karakterisasi ¹H-NMR

Spektroskopi ¹H-NMR memberi informasi tentang susunan hidrogen dalam molekul. Karena pelarut kristal bioflokulan adalah air maka dalam pengukuran ini pelarut yang digunakan adalah D₂O (hidrogen digantikan dengan deuterium). Spektra ¹H-NMR diberikan pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektra ¹H-NMR kristal CBM

Spektra pada Gambar 8 menunjukkan pemetaan hidrogen pada senyawa kristal CBM, deteksi hidrogen diperoleh pada masing-masing geseran kimia yang khas. Pada geseran kimia (δ) = 4,93 puncak yang muncul merupakan hidrogen milik OH, pada geseran kimia (δ) = 3,48 puncak yang muncul merupakan hidrogen dekat vinil (ikatan rangkap dua), pada geseran kimia (δ) = 3,39 puncak yang muncul merupakan hidrogen milik vinil, pada geseran

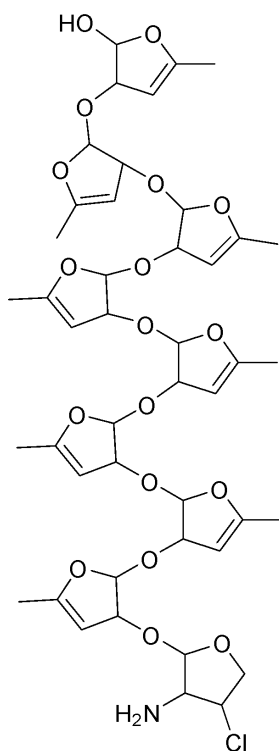
kimia (δ) = 2,84 puncak yang muncul merupakan hidrogen milik NH, pada geseran kimia (δ) = 1.49 puncak yang muncul merupakan hidrogen milik CH₃.

3.10. Penentuan Struktur Molekul Senyawa Kristal CBM

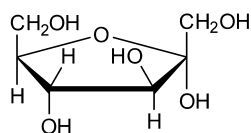
Penentuan struktur molekul senyawa kristal CBM dilakukan dengan melihat hasil uji instrumentasi gugus fungsi menggunakan FTIR, uji fraksinasi komponen senyawa aktif dengan HPLC, uji ¹H-NMR, uji massa molekul dengan LCMS. Dari data tersebut diperoleh struktur molekul senyawa CBM seperti ditunjukkan pada Gambar 9.

Dari struktur molekul yang didapatkan kemungkinan senyawa tersebut merupakan turunan dari polimer karbohidrat dan mempunyai rumus molekul C₄₄H₅₆ClNO₁₈.

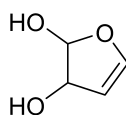
Jika dikaji lebih lanjut senyawa tersebut mempunyai monomer 2,3-dihydrofuran-2,3-diol. Monomer tersebut merupakan turunan dari cincin furan yang merupakan cincin pembentuk karbohidrat seperti α -D-fruktosa atau α -D-fruktofuranosa, sebagaimana direpresentasikan seperti pada Gambar 10.



Gambar 9. Struktur molekul menyawa krystal CBM



α -D-fruktosa



2,3-dihydrofuran-2,3-diol



Gambar 10. Monomer molekul CBM

4. KESIMPULAN

Pada pekerjaan ini dapat disimpulkan bahwa kristal CBM yang diperoleh memiliki bentuk morfologi kristal berbentuk batang dan kubus. Gugus fungsi yang ada di dalam kristal adalah O-H, -CH₃, NH, =CH-, -C-O-, dan C-Cl. Analisis HPLC menunjukkan bahwa kristal CBM menghasilkan satu puncak atau satu komponen. Kristal memiliki hidrogen tertaut dengan oksigen sebagai OH, hidrogen dekat vinil (ikatan rangkap dua), hidrogen milik vinil, hidrogen milik NH, hidrogen milik CH₃. Massa molekul relatif kristal CBM adalah 921,26 dan kemungkinan mempunyai rumus molekul C₄₄H₅₆ClNO₁₈ yang tergolong jenis polimer.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] P. Polasek, "Optimized condition for application of organic flocculant aids in water purification," *Drinking Water Engineering and Science Discussion*, vol. 2, pp. 205-229, 2009.
- [2] T. Tropany dan BR. De, "Biodegradable Flocculants Based on Partially Hydrolysed Starch-g-Polyacrylamide," *Journal of Physical Science*, vol. 11, pp. 139-146, 2007.
- [3] MC. Menkiti, P.C. Nnaji, C.I. Nwoye, dan O.D. Onukwuli, "Coag-Flocculation Kinetics and Functional Parameters Response of Mucuna Seed Coagulant to pH Variation in Organic Rich Coal Effluent Medium," *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, vol. 9, no. 2, pp. 89-103, 2010.
- [4] M. Yarahmadi, M. Hossieni, B. Bina, M.H. Mahmoudian, A. Naimabadie dan A. Shahsavani, "Application of Moringa Oleifer Seed Extract and Polyaluminum Chloride in Water Treatment," *World Applied Sciences Journal*, vol. 7, no. 8, pp. 962-967, 2009.
- [5] S. Bratskaya, C. Lohmann, S. Schwarz, W-M. Kulicke, J. Laube, T. Liebert, T. Heinze, dan O. Krentz, "Effect of Polyelectrolyte Structural Features on Flocculation Behavior: Cationic Polysaccharides vs. Synthetic Polycations," *Macromolar Material Engineering*, vol. 290, no. 8, pp. 778-785, 2005.
- [6] C.E. Zajic dan A. LeDUY "Flocculant and Chemical Properties of a Polysaccharide from *Pullularia pullulans*," *Applied Microbiology*, vol. 5, no. 4, pp. 628-635, 1973.
- [7] B. Bernier, "The production of polysaccharides by fungi active in the decomposition of wood and forest litter," *Canadian Journal of Microbiology*, vol. 4, no. 3, pp. 195-204, 1958.
- [8] R.P. Singh, S. Pal dan S.A. Ali, "Novel biodegradable polymeric flocculants based on cationic polysaccharides," *Advanced Material Letter*, vol. 5, no. 1, 24-30, 2014.
- [9] Hendrawan, Y. Sonjaya, dan Hernani, "Kajian tentang sinergisitas bioflok-DYT dan bioflok-TAD untuk pengolahan limbah cair industri tekstil," Penelitian Hibah Bersaing Perguruan Tinggi XII tahun I, Laporan Peneliti, DIKTI, 2003.
- [10] Hendrawan, Y. Sonjaya dan Hernani, "Kajian tentang sinergisitas bioflok-DYT dan bioflok-TAD untuk pengolahan limbah cair industri tekstil," Penelitian Hibah Bersaing Perguruan Tinggi XII tahun I, Laporan Peneliti, DIKTI, 2005.

- [11] Hernani, Hendrawan, A. Kadarohman, O. Sumarna, I. Rohman, "Peningkatan Unjuk Kerja dan Pabrikasi Produk Bioflokulan sebagai Material Baru Pengolah Limbah Cair Industri," Riset Andalan Perguruan Tinggi dan Industri (RAPID) tahun I, Laporan Peneliti, DIKTI, 2004.
- [12] Hernani, Hendrawan, A. Kadarohman, O. Sumarna, I. Rohman, "Peningkatan Unjuk Kerja dan Pabrikasi Produk Bioflokulan sebagai Material Baru Pengolah Limbah Cair Industri," Riset Andalan Perguruan Tinggi dan Industri (RAPID) tahun II, Laporan Peneliti, DIKTI, 2005.