

OPTIMASI VARIABEL PROSES PEMBUATAN KARAGINAN DARI RUMPUT LAUT (*Euchemia Cottonii*) DENGAN *RESPONSE SURFACE METHODOLOGY*

Ilham dan Jakkob Arnold M

Jurusan Teknik Kimia, Fak. Teknik, Universitas Diponegoro
Jln. Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang, 50239, Telp/Fax: (024)7460058
Email : arnoldsmartins@gmail.com

Abstract

Carrageenan is the generic name for a family of gel-forming, viscosifying polysaccharides that are obtained commercially by extraction of certain species of red seaweeds (Rhodophyceae).

The objectives of this research is to determine the operating conditions optimum of extraction carrageenan from red seaweed (Euchemia Cottonii) to get maximum yield with three independent variables, there are mass ratio among seaweed and solvent (Distilled Water), extraction temperature and extraction time. The method used in determining the optimal condition of each variables is Response Surface Methodology (RSM). Fourier Transformation Infra Red (FTIR) was employed in product characterization. From this experiment, its obtained empirical model fitted to the experiment result, while the optimal conditions which deliver maximum carrageenan yield percentage is at mass ratio, extraction temperature and extraction time 0.03, 85°C, and 4 hours, respectively.

Keywords: *carrageenan, extraction carrageenan, Response Surface Methodology*

Karaginan adalah nama umum untuk sejenis bahan pembentuk gel, polisakarida pengental yang dapat diperoleh dengan ekstraksi dari beberapa jenis rumput laut merah (Rhodophyceae).

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk menentukan kondisi operasi optimum dari proses ekstraksi Karaginan dari rumput laut merah (Euchemia Cottonii) untuk mendapatkan yield produk yang maksimum dengan tiga variabel bebas yaitu Ratio massa rumput laut dengan pelarut KOH, suhu dan waktu ekstraksi. Metode yang digunakan untuk menentukan kondisi optimum masing-masing variabel adalah Response Surface Methodology (RSM). Fourier Transformation Infra Red (FTIR) digunakan untuk menentukan karakter produk karaginan. Dari hasil penelitian ini diperoleh model empiris yang sesuai dengan percobaan, dimana kondisi optimum memberikan persen yield karaginan maksimum pada mass ratio, suhu ekstraksi dan waktu ekstraksi 0.03, 85°C, dan 4 jam.

Kata Kunci : Karaginan, Ekstraksi Karaginan, Response Surface Methodology

1. Pendahuluan

Rumput laut merupakan salah satu sumber devisa negara dan sumber pendapatan bagi masyarakat pesisir. Selain dapat digunakan sebagai bahan makanan, minuman dan obat-obatan, beberapa hasil olahan rumput laut seperti agar-agar, alginat dan karaginan merupakan senyawa yang cukup penting dalam industri (Istini, 1998).

Sebagian besar rumput laut di Indonesia diekspor dalam bentuk kering (Suwandi, 1992). Bila ditinjau dari segi ekonomi, harga hasil olahan rumput laut seperti karaginan jauh lebih tinggi dari pada rumput laut kering. Oleh karena itu, untuk meningkatkan nilai tambah dari rumput laut dan mengurangi impor akan hasil-hasil olahannya, maka pengolahan rumput laut menjadi karaginan di dalam negeri perlu dikembangkan (Istini, 1998).

Karaginan merupakan kelompok polisakarida galaktosa yang diekstraksi dari rumput laut. Sebagian besar karaginan mengandung natrium, magnesium, dan kalsium yang dapat terikat pada gugus ester sulfat dari galaktosa dan kopolimer 3,6-anhydro-galaktosa (Usov A.I, 1998). Karaginan banyak digunakan pada penyediaan makanan, penyediaan farmasi dan kosmetik sebagai bahan pembuat gel, pengental atau penstabil (Nihen, 1987).

Prosedur isolasi karaginan dari berbagai rumput laut telah banyak dikembangkan. Umumnya prosedur ini terdiri atas tiga tahapan kerja yaitu; ekstraksi, penyaringan, dan pengendapan. Pada tahapan ekstraksi, kecepatan dan daya larut karaginan dalam air dipengaruhi oleh temperatur dan waktu proses bergabungnya seluruh fraksi karaginan dari rumput laut dengan fraksi air yang digunakan sebagai media pelarut (Sarjana, 1998; Sathori, 1986). Di samping itu, stabilitas karaginan sangat ditentukan oleh pH larutan.

Suwandi (1992) mengisolasi karaginan dari rumput laut jenis *Euchemia cottonii* pada temperatur 80°C dan waktu pemanasan 90 menit memperoleh rendemen hasil maksimal sebesar 57%. Sedangkan Sarjana dan Widia (1998) mengisolasi karaginan dari rumput laut jenis *Euchemia spinosum* pada temperatur 100°C dan waktu pemanasan 3,5 jam memperoleh rendemen hasil maksimal sebesar 63,64%. Kedua penelitian ini menggunakan

variabel suhu dan waktu ekstraksi yang konstan. Namun, kedua penelitian ini tidak menampilkan kondisi optimum (mass ratio, suhu dan waktu ekstraksi) dari pembuatan karaginan.

Sejauh ini belum ditemukan penelitian mengenai pengaruh variasi mass ratio, suhu, dan waktu ekstraksi (variabel bebas) terhadap yield hasil karaginan dari rumput laut. Berdasarkan uraian di atas maka perlu adanya penelitian untuk mengetahui kondisi operasi optimum (mass ratio, suhu, dan waktu ekstraksi) dalam membuat karaginan dari rumput laut jenis *Eucheuma cottonii* sehingga didapatkan yield dari kondisi yang paling optimum dan didapatkan produk karaginan yang lebih aman untuk dikonsumsi oleh masyarakat umum yaitu dengan menggunakan pelarut air distilat. Dimana pada percobaan yang sebelumnya digunakan larutan alkali (KOH/NaOH) sebagai pelarutnya dan Isopropanol sebagai pencuci atau pemurni dari hasil ekstraksi yang diperoleh.

Jika dilihat dari manfaatnya, karaginan dapat digunakan sebagai *stabilizer* (penstabil), *thickener* (bahan pengentalan), pembentuk gel, dan pengemulsi (Imeson A, 2000). Sifat ini banyak dimanfaatkan dalam industri makanan, obat-obatan, kosmetik, tekstil, cat, pasta gigi dan industri lainnya. Oleh karena berbagai manfaat tersebut, maka penelitian mengenai pembuatan karaginan ini perlu dilakukan. Kondisi operasi optimum dalam pembuatan karaginan dapat ditentukan dengan metode Response Surface Methodology (RSM). Dengan metode ini dapat diketahui bagaimana kombinasi kondisi proses yang cukup baik untuk mendapatkan karaginan dengan perolehan hasil atau yield yang baik. Di samping itu, dalam metode RSM ini juga ditinjau pengaruh interaksi antar variabel.

Tujuan penelitian ini adalah mencari kondisi operasi optimum dari pembuatan karaginan dari rumput laut. Produk berupa serbuk dianalisa menggunakan *Fourier Transformation Infra Red* (FTIR).

2. Bahan dan Metode Penelitian

2.1 Bahan

Bahan baku utama yang digunakan pada penelitian ini adalah rumput laut dari jenis *Eucheuma Cottonii*. Sedangkan bahan-bahan pembantu dalam proses produksi karaginan adalah : Distilled Water, Metanol (JT.Baker), dan NaOH (Merck)

2.2 Metode Penelitian

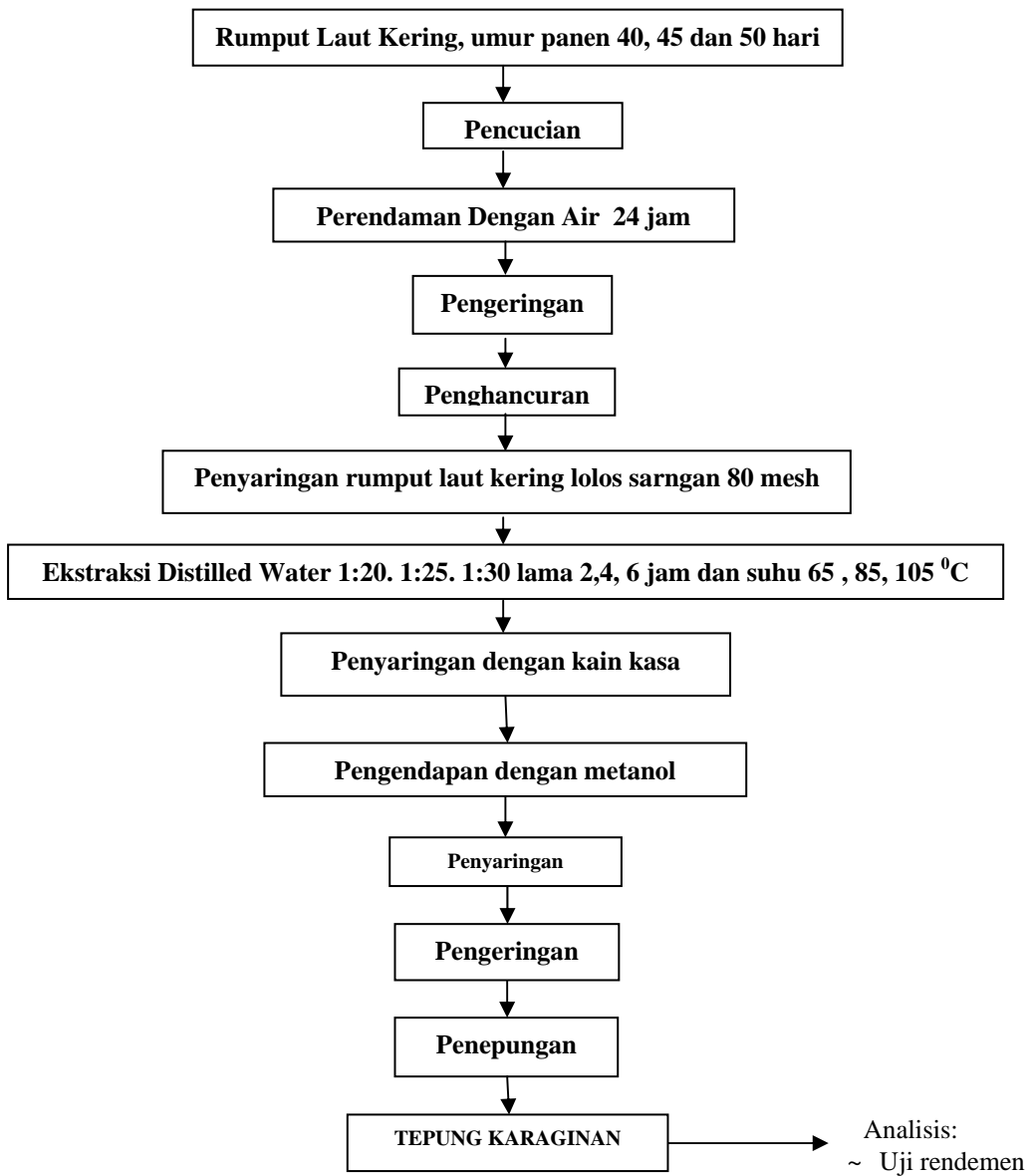
Pada penelitian ini digunakan central composite design (CCD), yang termasuk dalam metode RSM untuk menentukan rentang dan level masing-masing variabel, serta rancangan percobaan. Variabel berubah yang dipilih dalam penelitian ini adalah rasio berat, suhu, dan waktu. Batasan dan level yang digunakan untuk tiap variabel diberikan dalam Tabel 1.

Tahap pertama dari penelitian ini adalah ekstraksi rumput laut kering yang sudah dihaluskan sebelumnya dengan blender, dilarutkan dengan air distilat dengan perbandingan 1:30. Campuran ini dipanaskan dalam labu leher tiga sambil diaduk menggunakan magnetic stirrer dengan variasi suhu 85°C dengan waktu ekstraksi selama 4 jam. Dari proses ekstraksi, karaginan yang masih terkandung dalam larutan alkali tersebut disaring menggunakan kain kasa dan diambil filtratnya. Filtrat lalu dicuci dengan menggunakan Methanol, dan didiamkan selama 24 jam. Setelah 24 jam, filtrat tersebut disaring kemudian diambil residunya untuk dikeringkan didalam oven dengan suhu 50°C selama 24 jam. Setelah 24 jam didapat hasil berupa lembaran karaginan kering yang kemudian dihaluskan sampai berbentuk bubuk (*powder*) untuk kemudian dihitung yield-nya dan dilakukan analisa identifikasi dengan menggunakan FTIR (*Fourier Transform Infra Red*). Tahap kedua dari penelitian ini yaitu uji kuantitas produk karaginan, yaitu dengan perhitungan yield yang dihitung berdasarkan rasio antara berat karaginan yang dihasilkan dengan berat rumput laut kering yang digunakan.

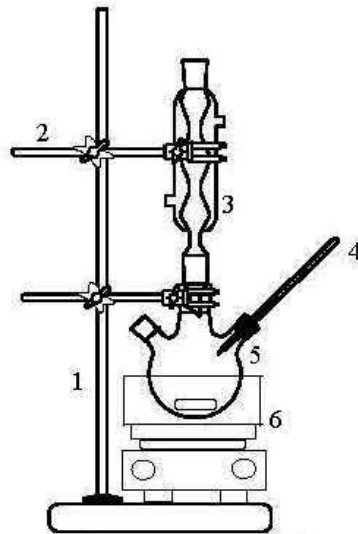
Dengan persamaan :

$$\text{Yield (\%)} = \frac{\text{Berat karaginan kering}}{\text{Berat rumput laut kering}} \times 100 \%$$

Rangkaian alat yang digunakan dalam penelitian ini dapat dilihat pada Gambar 2. Rangkaian alat tersebut terdiri dari labu leher tiga (nomor 5) yang dilengkapi dengan termometer (nomor 4) dan pendingin balik (nomor 3), sebagai tempat terjadinya reaksi. Di bawah labu leher tiga diletakkan seperangkat magnetic stirrer (nomor 6). Alat-alat tersebut disangga dengan statif (nomor 1) dan klem (nomor 2).



Gambar 1 : Skema Pembuatan Karaginan



Gambar 2. Rangkaian Alat Ekstraksi Karaginan dari rumput laut dengan Distilled Water Sebagai pelarut

2.3. Rancangan Percobaan dan Optimasi *Response Surface Methodology* (RSM)

RSM (*Response Surface Methodology*) adalah suatu metode statistik untuk perancangan percobaan, pemodelan matematik, optimasi dan analisis statistik dalam penelitian. Dengan menggunakan RSM, sebuah persamaan polinomial kuadrat dikembangkan untuk memperkirakan hasil percobaan sebagai fungsi dari interaksi antara variabel bebas. Koefisien dari model empirik diestimasi dengan menggunakan teknik analisa regresi multiarah yang ada dalam RSM. Secara umum persamaan empirik yang akan digunakan adalah:

$$Y = \beta_0 + \sum_{j=1}^3 \beta_j X_j + \sum_{j=1}^3 \beta_{jj} X_j^2 + \sum_{i < j} \beta_{ij} X_i X_j \quad (1)$$

dimana Y = hasil yang diperkirakan, β_0 = koefisien intercept, β_j = koefisien linier X_j , β_{jj} = koefisien kuadrat X_j , β_{ij} = koefisien interaksi, X_i dan X_j = variabel bebas.

Adapun rentang variabel bebas dan levelnya ditunjukkan di Tabel 1, sedangkan rancangan percobaan berdasarkan metode *Central Composite Design* ditunjukkan pada Tabel 2.

Tabel 1. Rentang dan level variabel bebas

Variabel Bebas	Range and Levels				
	Star point (-α)	Low level (-1)	Center level (0)	High level (+1)	Star point (+α)
Mass Ratio (rumput laut:KOH)	0.026	0.03	0.04	0.05	0.054
Suhu ekstraksi (°C)	57	65	85	105	113
Waktu ekstraksi (jam)	1	2	4	6	7

Tabel 2. Tempuhan berdasarkan design eksperimen menggunakan *Central Composite Design*

Run no.	Variabel bebas		
	Rasio Berat	Suhu ekstraksi	Waktu ekstraksi
	(rumput laut:Distilled Water)	(°C)	(jam)
1	0.03	65	2
2	0.03	65	6
3	0.03	105	2
4	0.03	105	6
5	0.05	65	2
6	0.05	65	6
7	0.05	105	2

8	0.05	105	6
9	0.03	85	4
10	0.05	85	4
11	0.04	57	4
12	0.04	113	4
13	0.04	85	1
14	0.04	85	7
15	0.04	85	4
16	0.04	85	4
17	0.04	85	4
18	0.04	85	4

Kurva tiga dimensi (*Three dimensional response surface and Contour plot*) digunakan untuk menguji kebenaran pengaruh variabel percobaan pada hasil yang diperoleh.. Koefisien-koefisien pada model empirik diestimasi dengan menggunakan analisis regresi multiarah. Kesesuaian model empirik dengan data eksperimen dapat ditentukan dari koefisien determinasi (R^2). Untuk menguji signifikan atau tidaknya model empirik yang dihasilkan digunakan ANOVA (*Analysis of Variance*).

3. Hasil dan Pembahasan

3.1 Permodelan Empirik Yield Karaginan

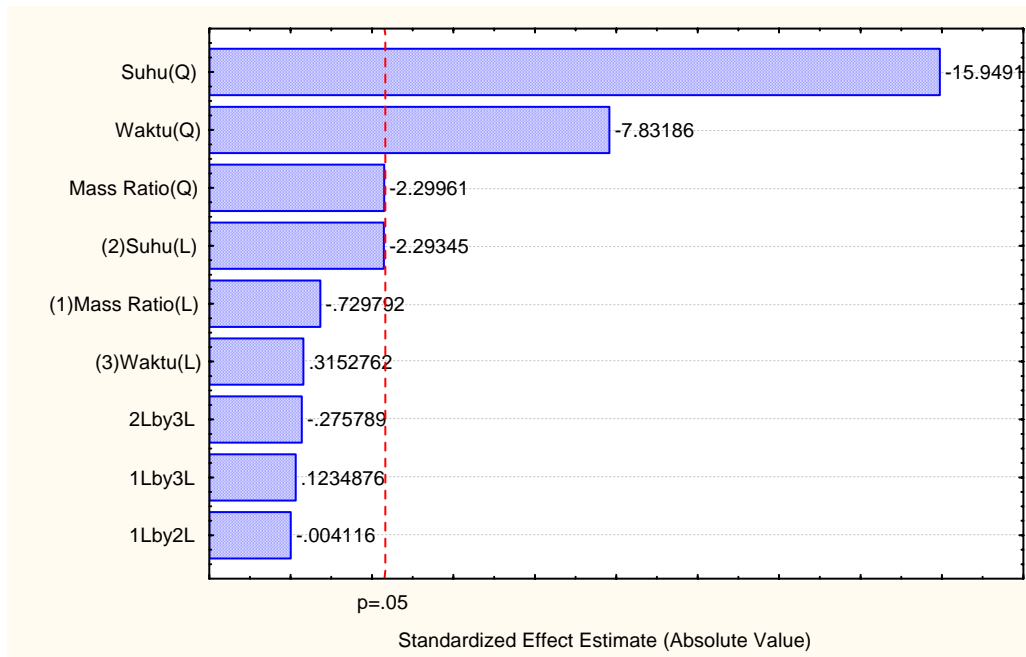
Percobaan ini dimaksudkan untuk mengetahui nilai optimum variabel mass ratio, suhu, dan waktu ekstraksi dalam karaginan, agar diperoleh produk karaginan dengan yield maksimum. Percobaan dilakukan berdasarkan matriks rancangan seperti ditunjukkan pada Tabel 3 .

Tabel 3. Hasil percobaan proses ekstraksi pembuatan karaginan dari Rumput Laut jenis *Eucheuma Cottonii*

Run no.	Variabel bebas			Hasil (dependent variabel)
	Ratio Berat (rumput laut:Distilled Water)	Suhu ekstraksi (°C)	Waktu ekstraksi (jam)	Yield karaginan (%)
1	0.03	65	2	16.53
2	0.03	65	6	17.16
3	0.03	105	2	12.89
4	0.03	105	6	12.03
5	0.05	65	2	15.13
6	0.05	65	6	16.21
7	0.05	105	2	11.32
8	0.05	105	6	11.21
9	0.03	85	4	46.35
10	0.05	85	4	43.56
11	0.04	57	4	15.23
12	0.04	113	4	8.36
13	0.04	85	1	30.45
14	0.04	85	7	32.58
15	0.04	85	4	45.87
16	0.04	85	4	46.02
17	0.04	85	4	45.92
18	0.04	85	4	45.15

Model empiris yang diperoleh untuk persentase yield sesuai persamaan.(2)

$$Y_1 = -375,1324 + 2134,4X_1 - 27933,3333X_1^2 + 8,1544X_2 - 0,0484X_2^2 + 19,5949X_3 - 2,3783X_3^2 - 0,0250X_1X_2 + 7,5X_1X_3 - 0,0084X_2X_3 \quad (2)$$



Gambar 3 . Grafik Pareto untuk mengetahui variable yang paling berpengaruh

Dari blok diagram di atas terlihat bahwa variabel bebas yang paling berpengaruh dalam reaksi pembuatan karaginan dari rumput laut jenis *Eucheuma Cottonii* ini adalah suhu ekstraksi, diikuti variable waktu dan mass ratio.

Keakuratan model ini dapat diketahui dari harga koefisien determinasi, R^2 , yang mencapai 0,9761. Dari harga R^2 ini dapat disimpulkan bahwa nilai yang diperkirakan dengan model mendekati nilai yang diperoleh dari hasil percobaan. Ini menandakan bahwa 97,61% dari total variasi pada hasil yang diperoleh terwakili dalam model. Keakuratan model ini juga dapat diketahui dari hasil ANOVA seperti ditunjukkan pada Tabel 4. Dari Tabel 4 diketahui bahwa nilai F hasil perhitungan sebesar 36,3315 lebih dari nilai F dalam table distribusi. Nilai F ini secara statistic menunjukkan regresi yang signifikan pada level 5%.

Tabel 4. Tabel ANOVA untuk yield produk karaginan

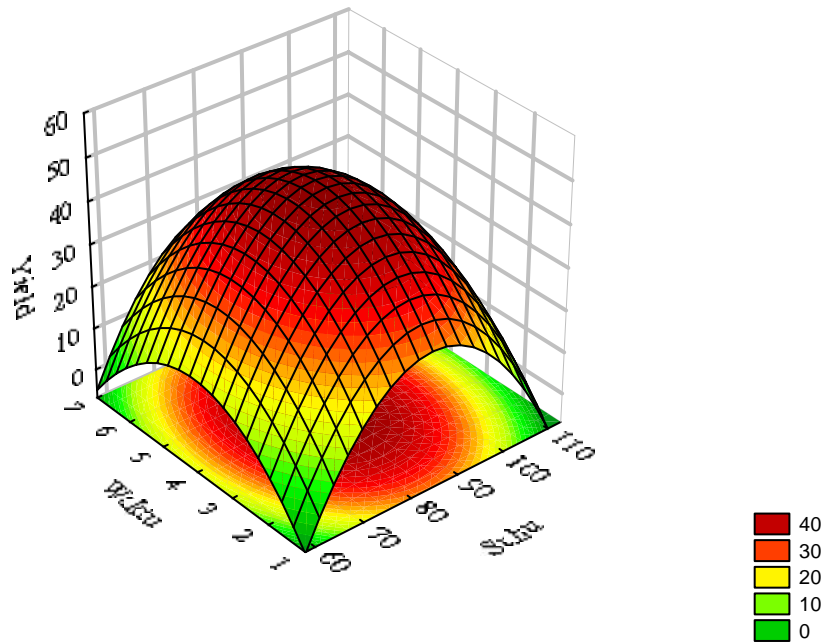
Sumber variasi	SS	Df	MS	F-value
SS regresi	3859.6838	9	3859.6838	36,3315
SS error	94.4312	8	11.8039	
SS total	3954.1151	17		
R^2	0,97612			

$$F_{\text{value}} = \frac{\text{MS/df regresi}}{\text{Error}} = \frac{3859,6838/9}{11,8039} = 36,3315$$

3.2 Optimasi Yield Produk Karaginan

Kondisi operasi optimal diperoleh pada suhu 85°C. Semakin besar suhu ekstraksi akan memberikan yield produk karaginan yang semakin besar, tetapi apabila suhu lebih dari 85°C maka yield produk karaginan akan mengalami penurunan. Demikian pula dengan waktu ekstraksi, semakin lama waktu ekstraksi, yield produk karaginan akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin lama rumput laut kontak dengan panas maupun dengan larutan pengekstrak, maka semakin banyak karaginan yang terlepas dari dinding sel dan menyebabkan karaginan semakin tinggi.

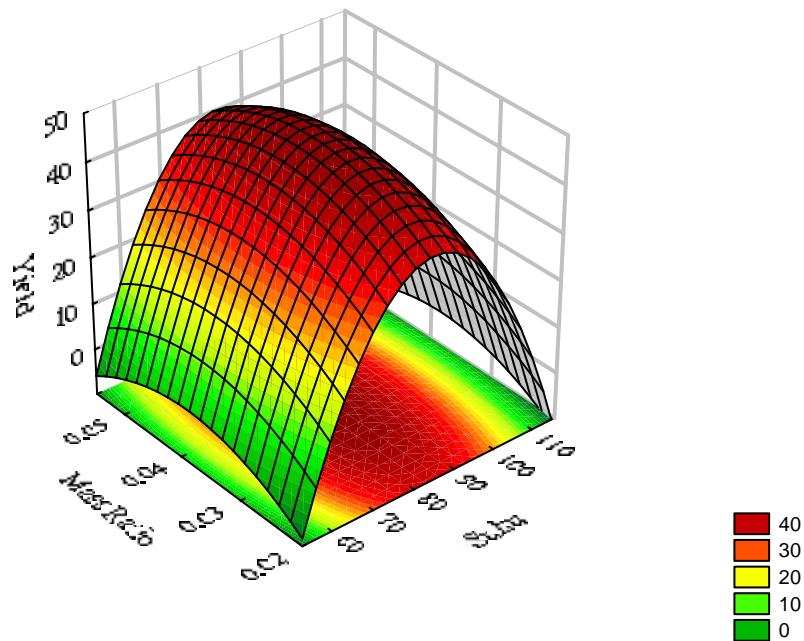
Hubungan antara suhu dan waktu ekstraksi terhadap yield produk karaginan ditunjukkan pada gambar 4.



Gambar 4. Grafik Pengaruh Suhu dan Waktu ekstraksi terhadap yield karaginan

Ratio rumput laut dengan solvent (*Distilled Water*) disini juga ikut berpengaruh terhadap yield karaginan yang dihasilkan. Dapat dilihat dari grafik bahwa semakin banyak pelarut (*Distilled Water*) yang digunakan untuk proses ekstraksi dan semakin lama waktu ekstraksi, maka yield yang dihasilkan juga semakin besar. Hal ini disebabkan karena perlakuan alkali membantu ekstraksi polisakarida menjadi sempurna, juga mempercepat terbentuknya 3,6 anhidrogalaktosa selama proses ekstraksi berlangsung.

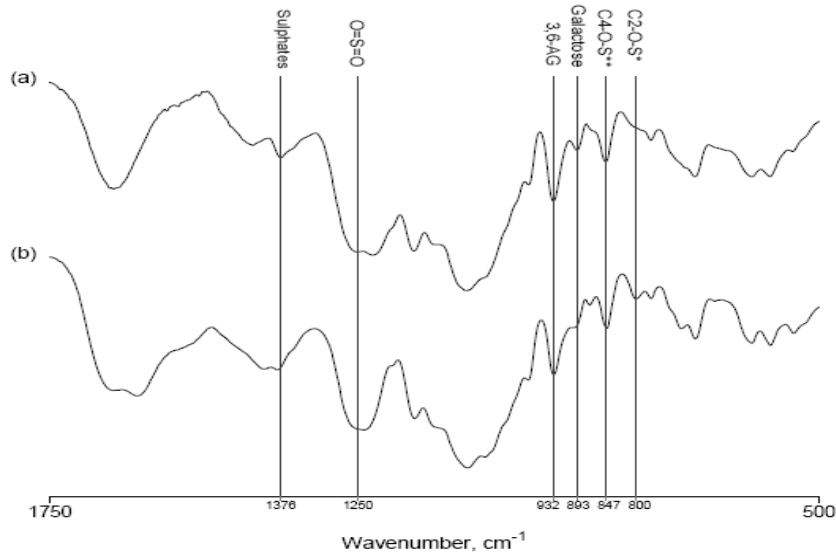
Hubungan antara suhu dan mass ratio terhadap yield produk karaginan ditunjukkan pada gambar 5.



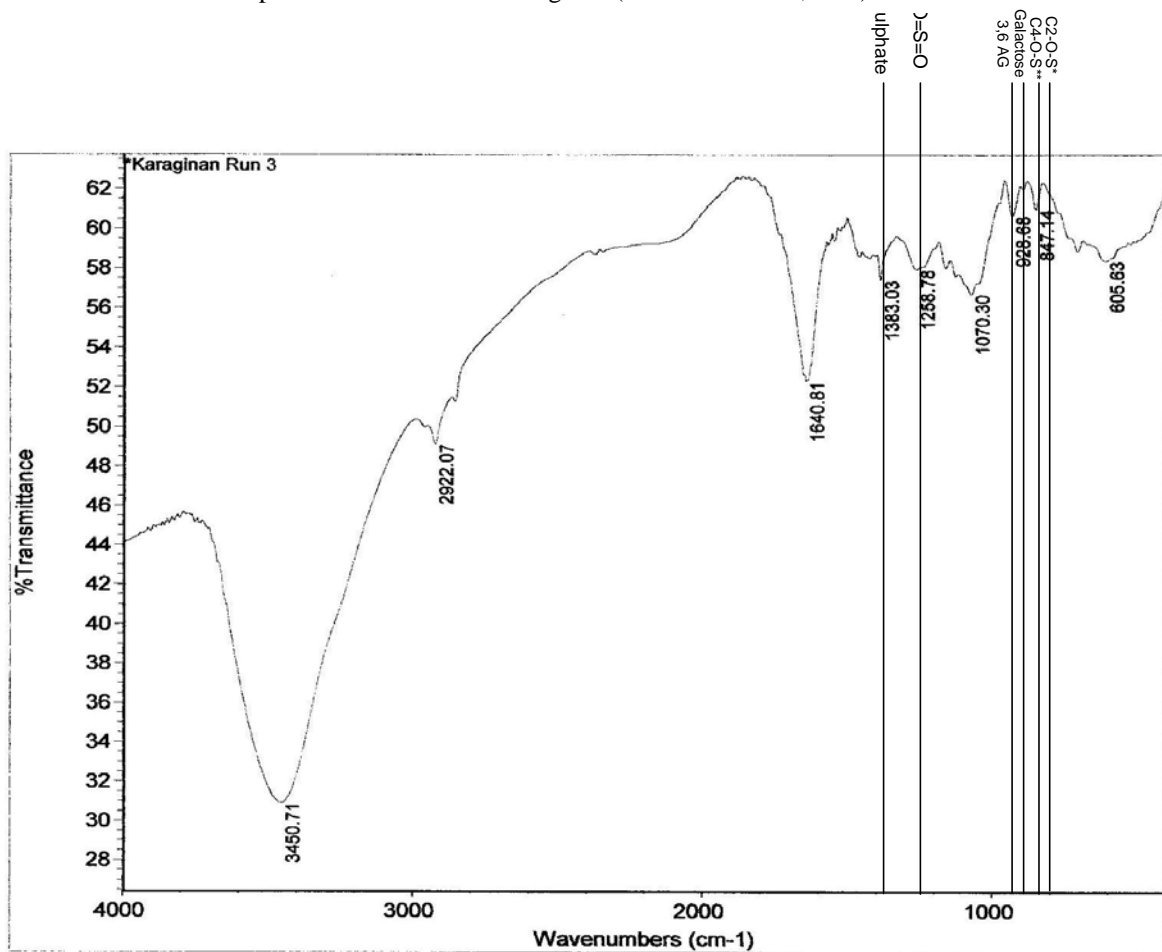
Gambar 5. Grafik Pengaruh Suhu dan Mass Ratio ekstraksi terhadap yield karaginan

3.2. Karakterisasi Produk Karaginan

Analisa FTIR digunakan untuk mengetahui keberadaan gugus-gugus fungsi molekul yang terdapat dalam suatu sampel, dimana kesamaan gugus-gugus fungsi yang terdapat antara standar dan sampel menyatakan sampel yang dianalisa identik dengan standar. Berikut ini merupakan spektrum FTIR standar dan sampel yang dihasilkan, dimana kedua spektrum di bawah dibandingkan antar gugus-gugus fungsinya.



Gambar 6. Spektrum FTIR standar karaginan (Rando Tuvikene, 2005)



Gambar 7. Spektrum FTIR produk karaginan

Dari spektrum produk karaginan yang telah didapat diketahui bahwa dari uji identifikasi menggunakan FTIR produk telah memenuhi spesifikasi karaginan standar karena gugus-gugus fungsi yang terdapat pada spektrum sampel yang dihasilkan identik dengan spektrum standar karaginan . Dalam spektrum infra merah dari senyawa karaginan hasil isolasi yang terdapat pada gambar 7 terlihat adanya ikatan glikosida, 3,6-anhidro-D-galaktosa, D-galaktosa-4-sulfat dan 3,6-anhidro-D-galaktosa-2-sulfat.

Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat diambil kesimpulan bahwa suhu operasi yang optimum pada pembuatan karaginan adalah 85°C, mass ratio 0,03, dan waktu yang optimum sebesar 4 jam , dimana berdasarkan model yang diperoleh, hasil yield produk karaginan sebesar 46,35%.

Ucapan Terimakasih

Puji syukur penulis panjatkan kehadirat Allah SWT, atas limpahan rahmat-Nya sehingga tugas penelitian dengan judul “Optimasi Proses Pembuatan Karagenan dari Rumput Laut (*Euचेuma Cottoni*) dengan Metode Response Methodology Surface” dapat dilaksanakan sampai akhir terselesaikannya makalah ini. Tak lupa penulis mengucapkan kepada Dr. Istadi ST, MT selaku dosen pembimbing penelitian kami, Dr. Ir. H Abdullah, MS selaku Ketua jurusan Teknik Kimia Universitas Diponegoro, Ir. Heri Santosa, selaku koordinator penelitian, laboran dan semua pihak yang telah membantu kami hingga terselesaikannya makalah penelitian ini.

Daftar Pustaka

- George Box, William Hunter & J. Stuart, *Statistic For Experimenter : An Introduction To Design, Data Analysis and Model Building*. John Willy and Sons, New York.
- Imeson A. 2000. Carrageenan. Di dalam: Philips GO, Williams PA (editors). *Handbook of Hydrocolloids*. Wood head Publishing. England. p 87 – 102.
- Istini, S. dan Suhaimi., 1998, *Manfaat dan Pengolahan Rumput Laut*, Lembaga Oseanologi Nasional, Jakarta.
- Nehen, I. K., 1987, *Study Kelayakan Usaha Budidaya Rumput Laut di daerah Bali*, Universitas Udayana, Denpasar
- Rando Tuvikene, at al. 2005. Extraction and quantification of hybridcarrageenans from the biomass of the red algae *Furcellaria lumbricalis* and *Coccolylus truncates*. Proc. Estonian Acad. Sci. Chem., 2006, **55**, 1, 40–53
- Sarjana, P. dan Widia, W., 1998, *Mempelajari Teknik Pengolahan Rumput Laut Menjadi Karaginan Secara Hidrasi*, Universitas Udayana, Denpasar.
- Suwandi, 1992, *Isolasi dan Identifikasi Karaginan Dari Rumput Laut Euचेuma cottonii*, Lembaga Penelitian Universitas Sumatra Utara, Medan
- Usov, A. I. Structural analysis of red seaweed galactans of agar and carrageenan groups. *Food Hydrocolloids*, 1998, **12**, 301–308.