

4. HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Penelitian Pendahuluan

Penelitian pendahuluan dilakukan dengan tujuan untuk melakukan karakterisasi terhadap sampel awal mulai dari kandungan gizi dari tinta cumi-cumi, kadar Fe, serta identifikasi gugus fungsi yang terdapat pada sampel awal. Penelitian pendahuluan penting untuk dilaksanakan karena sebagai acuan dalam pelaksanaan penelitian utama.

4.1.1 Karakterisasi Sampel

Pada penelitian pendahuluan dilakukan identifikasi sampel awal dengan menguji kandungan gizi dan juga kadar Fe. Hasil penelitian pendahuluan dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3. Hasil Penelitian Pendahuluan

Parameter yang diuji	Jumlah	Literatur Pembanding
Rendemen	1,67%.	1,67%*
Kandungan Gizi		
Protein	9,37%	12,01%**
Lemak	0,28%	0,21%**
Air	89,15%	86,75%**
Abu	0,35%	0,09%**
Karbohidrat	0,85%	0,70%**
Kadar Fe		
Tinta Cumi	10,84 ppm	-
Sampel Melanin	16,94 ppm	-
Sampel Melanin-Fe	60,99 ppm	85 ppm***

*Fitrial dan Khotimah (2017)

**spesies *S.prabahari* dari Ganesan *et al.*, (2017)

***Wang *et al.*, (2014)

Dari tabel diatas yang menunjukkan hasil uji proksimat terhadap tinta cumi dapat diketahui bahwa air merupakan komponen terbesar yang terkandung dalam tinta cumi-cumi, diikuti oleh protein, karbohidrat, abu dan lemak. Dari tabel dapat dilihat perbandingan antara hasil proksimat dari sampel tinta cumi-cumi dari penelitian ini dan hasil proksimat dari literatur pembanding. Jika

dibandingkan dengan hasil analisa proksimat dari literatur pembanding, kandungan air yang ada dalam sampel tinta cumi-cumi pada penelitian ini lebih tinggi. Kadar lemak, abu, dan karbohidrat dari sampel tinta cumi-cumi pada penelitian ini juga lebih tinggi jika dibandingkan dengan literatur pembanding. Sedangkan kadar protein dari sampel tinta cumi-cumi pada penelitian ini lebih rendah dari literatur pembanding.

Menurut Hutasoir *et al.*, (2015), diketahui bahwa tinta cumi-cumi mengandung pigmen melanin yang secara alami terdapat dalam bentuk melano protein sebesar 90%, protein 5,8% dan karbohidrat 0,8%. Jika dibandingkan dengan hasil proksimat dalam penelitian ini dapat diketahui bahwa kandungan protein dan karbohidratnya lebih tinggi.

Tabel diatas menunjukkan bahwa kandungan Fe yang tertinggi terdapat pada sampel melanin-Fe, kemudian diikuti oleh sampel melanin dan yang paling rendah kandungan Fe-nya adalah sampel tinta cumi-cumi. Pada sampel Melanin-fe, tingginya kadar zat besi dikarenakan dalam proses pembuatannya dilakukan penambahan larutan FeCl_3 pada melanin yang telah diisolasi. Penambahan senyawa FeCl_3 dilakukan untuk melihat apakah melanin dari tinta cumi-cumi mampu mengkhelat ion besi tersebut. Pada sampel melanin kadar Fe-nya tidak lebih tinggi dari sampel melanin-Fe dikarenakan tidak adanya penambahan larutan FeCl_3 , hal ini bertujuan untuk melihat perbandingan kandungan zat besi antara sampel melanin dan sampel melanin-Fe dan sebagai pembuktian bahwa melanin mampu menkhelat senyawa Fe yang berasal dari penambahan larutan FeCl_3 . Sampel Melanin merupakan hasil ekstrak kasar melanin dari tinta cumi-cumi saja tanpa adanya penambahan senyawa FeCl_3 . Kemudian sampel tinta cumi-cumi merupakan sampel yang paling sedikit kandungam Fe-nya, hal ini dikarenakan sampel tinta cumi-cumi ini merupakan tinta cumi-cumi murni tanpa adanya perlakuan apapun (tanpa ekstraksi melanin).

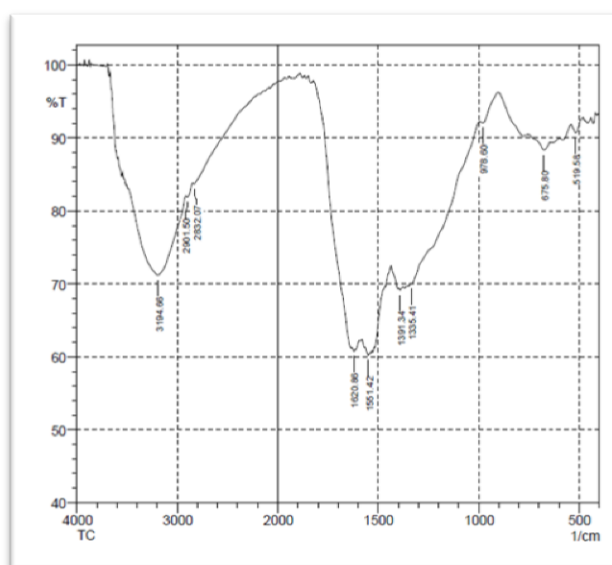
Dalam penelitian Wang *et al.*, (2014), dilakukan modifikasi terhadap ekstrak kasar melanin yakni dengan penambahan larutan FeCl_3 konsentrasi 10 mmol dengan pengadukan lambat selama 24 jam. Setelah dilakukan pengujian AAS-Fe terhadap sampel SM-Fe (*Squid Melanin*-Fe) tersebut didapatkan sampel tersebut mengandung kadar Fe sebesar 85 ppm. Sampel SM-Fe tersebut kemudian disimpan dalam suhu rendah untuk dilakukan pengujian lainnya dalam bentuk suspensi dengan air yang telah didistilasi.

Berdasarkan hasil penelitian Falandysz (1991), didapatkan kandungan Fe (*iron*) didalam tinta cumi-cumi sebesar $7,1 \pm 2.4$ (4,3-9,1) ppm. Spesies cumi-cumi yang digunakan dalam penelitian tersebut adalah jenis *Loligo opalescens* yang ditangkap dari perairan laut Pasifik didekat wilayah California. Jika dibandingkan dengan kadar Fe dari tinta cumi dari penelitian ini hasilnya tidak jauh berbeda.

Berdasarkan hasil penelitian dari Liu *et al.*, (2004), didapatkan kandungan Fe dalam tinta sotong dengan tanpa perlakuan apapun yakni sebesar 180 ± 30 ppm. Hasil tersebut didapatkan dari rata-rata pengujian logam berat menggunakan ICP-MS dari 3 kantung sotong yang dibeli dari wilayah Inggris. Jika dibandingkan dengan kadar Fe dari tinta cumi dalam penelitian ini terdapat perbedaan, kandungan Fe pada tinta sotong dalam literatur lebih tinggi dibandingkan dengan hasil kandungan Fe dalam sampel tinta cumi-cumi pada penelitian ini. Perbedaan ini bisa disebabkan karena perbedaan spesies. Pada literatur, spesies yang digunakan berupa *S.officinalis* sedangkan dalam penelitian ini spesies yang digunakan adalah *Loligo* sp.

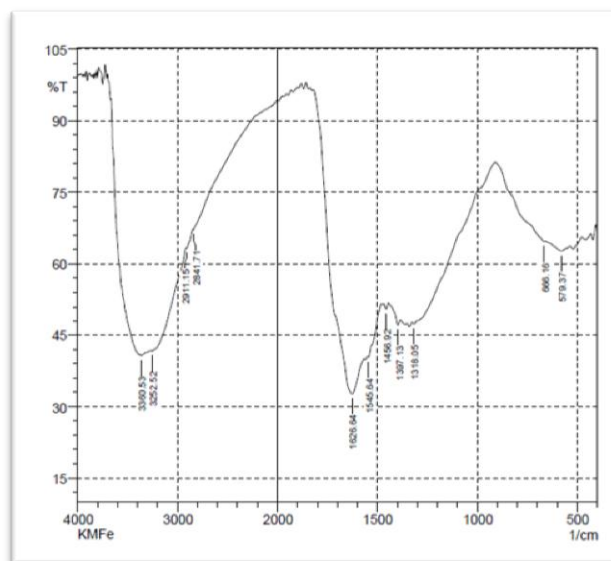
4.1.2 Analisa FTIR

Dalam penelitian pendahuluan telah dilakukan analisis *Fourier Transform Infrared* (FTIR) terhadap sampel tinta cumi-cumi dan sampel melanin-Fe. Dilakukannya uji FTIR terhadap sampel tinta cumi-cumi dan sampel melanin-Fe adalah untuk mengetahui apakah ada perbedaan gugus fungsi dari sampel awal sampai sampel yang telah ditambahkan larutan FeCl_3 . Hasil dari analisis FTIR dapat dilihat pada gambar berikut.



Gambar 8. Spektrum FTIR tinta cumi

Dilihat dari gambar 8 diatas merupakan hasil dari uji FTIR terhadap tinta cumi-cumi dimana terdapat serapan pada gelombang 3194.66 cm^{-1} yang diduga merupakan serapan khas gugus karboksil ($-\text{OH}$) dengan puncak yang cukup tajam dan memiliki intensitas 71.209. Pada puncak dengan serapan bilangan gelombang 1620.96 cm^{-1} diduga merupakan gugus fungsi dari senyawa alkena ($\text{C}=\text{C}$) dengan intensitas 60,757. Hal ini diperkuat dengan adanya puncak pada bilangan gelombang 1551.42 dengan intensitas 60,233 yang juga merupakan gugus fungsi dari senyawa alkena ($\text{C}=\text{C}$). Serapan pada daerah bilangan gelombang 1391.34 dengan intensitas 69,166 adalah serapan khas untuk senyawa alkana ($\text{C}-\text{H}$).

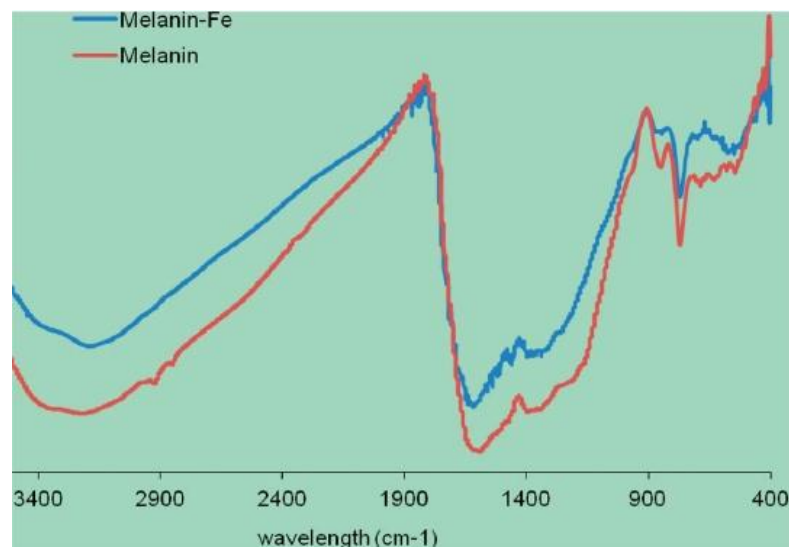


Gambar 9. Spektrum sampel Melanin-Fe

Kemudian dari gambar 9 diatas merupakan hasil dari uji FTIR terhadap sampel melanin-Fe dimana terdapat serapan pada gelombang 3252 cm^{-1} dengan intensitas 41,787 diduga merupakan puncak dari gugus karboksil (-OH) . Pada puncak dengan puncak 3360 cm^{-1} diduga merupakan serapan khas gugus amina (NH) dengan intensitas 40,754. Pada puncak dengan serapan bilangan gelombang 1626 cm^{-1} diduga merupakan gugus fungsi dari senyawa alkena ($\text{C}=\text{C}$) dengan intensitas 32.767. Hal ini diperkuat dengan adanya serapan pada gelombang 1545 cm^{-1} dengan intensitas 40,393 yang juga merupakan gugus dari senyawa alkena.

Jika dibandingkan, hasil uji FTIR dari sampel tinta cumi-cumi dan sampel melanin-Fe memiliki kemiripan dan ada sedikit perbedaan. Dari grafik keduanya ditemukan adanya hasil serapan dari gugus karbboksil (-OH) dan senyawa alkena ($\text{C}=\text{C}$). Namun pada sampel tinta cumi didapatkan puncak dari serapan gugus -OH agak tajam dan pada sampel melanin-Fe puncaknya sedikit melebar. Selain itu pada sampel tinta cumi-cumi ditemui gugus alkana (C-H) sedangkan pada sampel melanin-Fe ada bilangan serapan yang kemungkinan

mengindikasikan gugus alkana (C-H) namun puncaknya tidak terlalu terlihat secara signifikan seperti yang ada pada sampel tinta cumi.



Gambar 10. Spektrum Melanin-Fe dalam Wang *et al.*, (2014)

Pada gambar 10 merupakan uji FTIR terhadap sampel melanin dan sampel melanin-Fe yang dilakukan oleh Wang *et al.*, (2014). Jika dibandingkan dengan sampel melanin murni, sampel melanin-Fe memiliki gugus NH dengan intensitas 3200 cm^{-1} , gugus fenolic OH dengan intensitas 3400 cm^{-1} , dan grup COOH dengan intensitas 1710 cm^{-1} . Pada grup COOH dengan intensitas 1710 cm^{-1} terjadi penurunan yang drastis, dimana hal tersebut mengindikasikan terjadinya pengikatan kimia senyawa melanin dengan ion Fe. Melanin yang terdapat pada tinta cumi-cumi memiliki kemampuan menyerap atau mengikat logam. Gugus fungsi tersebut adalah fenolik hidroksil (OH), karboksil (COOH) dan amina (NH) (Fitrial dan lin, 2017).

4.1.3 Rendemen

Rendemen dalam penelitian ini didapatkan berdasarkan perbandingan berat kantung tinta cumi-cumi dengan berat cumi per ekor. Berat utuh cumi per ekor yaitu $90 \pm 15\text{ gr}$ dan berat per kantung tinta cumi-cumi didapatkan $1,5 \pm 0,5\text{ gr}$. Presentase rendemen cumi-cumi dalam penelitian ini didapatkan sebesar

1,67%. Menurut Fitriah dan Khotimah (2017), antara jenis cumi-cumi dan sotong memiliki ukuran kantung tinta yang berbeda. Sotong memiliki kantung tinta yang panjang dan besar, sementara kantung tinta cumi-cumi berukuran lebih kecil sehingga tinta yang dihasilkan pun lebih sedikit. Berat utuh cumi-cumi yaitu $116,6 \pm 40,36$ gr dan berat kantung tinta $0,6 \pm 0,1$ gr, sedangkan sotong memiliki berat utuh $173 \pm 19,6$ gr dan berat kantung tinta $4 \pm 1,4$ gr. Hasil analisis rendemen cumi-cumi sebesar 0,5%, sedangkan sotong sebesar 2,3%.

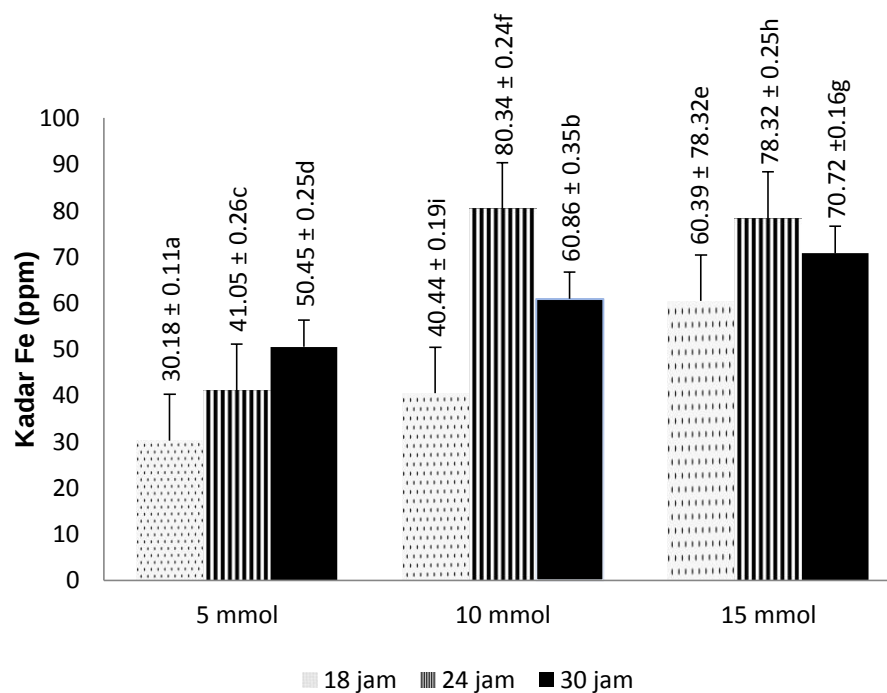
Menurut Putranto *et al.*, (2015), rendemen merupakan suatu parameter yang paling penting untuk mengetahui nilai ekonomis dan efektivitas suatu proses produk atau bahan. Perhitungan rendemen berdasarkan presentase perbandingan antara berat akhir dengan berat awal proses. Semakin besar rendemennya maka semakin tinggi pula nilai ekonomis produk tersebut. terjadinya penurunan rendemen dapat diakibatkan semakin banyak komponen nonmineral dalam bahan akan larut dengan semakin lama waktu yang digunakan.

4.2 Penelitian Utama

4.2.1 Hasil Pengujian AAS Fe

Berdasarkan hasil analisis sidik ragam anova terhadap kombinasi perlakuan konsentrasi larutan FeCl_3 dan lama waktu pengadukan diperoleh $F_{\text{hitung}} > F_{\text{tabel}} 5\%$ (lampiran 7). Hal ini menunjukkan bahwa kombinasi perlakuan konsentrasi larutan FeCl_3 dan lama waktu pengadukan memberikan pengaruh beda nyata terhadap kadar Fe dalam sampel melanin-Fe tinta cumi-cumi.

Hasil pengujian AAS Fe pada sampel melanin-Fe dengan variasi konsentrasi FeCl_3 dan lama waktu pengadukan dapat dilihat pada grafik (gambar 10) dibawah ini.



Gambar 10. Grafik rata-rata kadar Fe pada sampel melanin-Fe

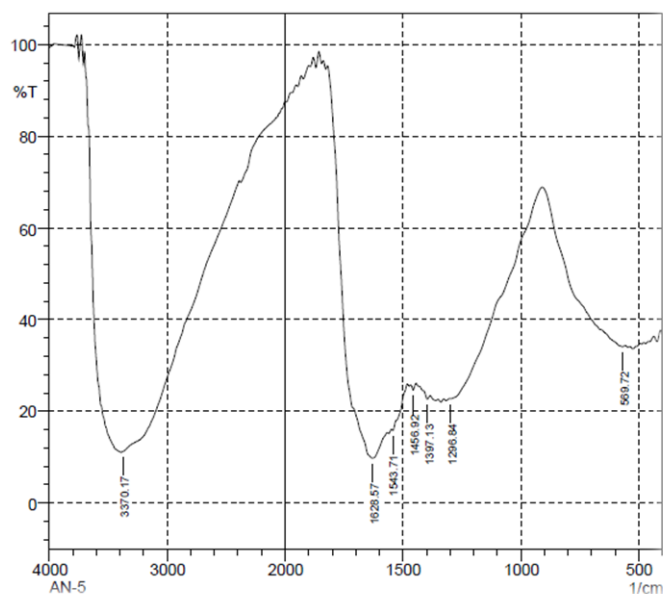
Dari gambar grafik diatas dapat diketahui bahwa perlakuan yang menghasilkan kadar Fe dari sampel melanin-Fe tertinggi adalah pada perlakuan konsentrasi 10 mmol dengan pengadukan 24 jam, dimana menghasilkan kadar Fe sebesar $80,34 \pm 0,24$ ppm, sedangkan perlakuan yang menghasilkan kadar Fe dari sampel melanin-Fe terendah adalah pada perlakuan konsentrasi 5 mmol dengan lama pengadukan 18 jam, dimana menghasilkan kadar Fe sebesar $30,18 \pm 0,11$. Kombinasi dari konsentrasi larutan FeCl_3 10 mmol dan lama waktu pengadukan 24 jam adalah kombinasi perlakuan yang menghasilkan kadar Fe tertinggi dibandingkan dengan perlakuan yang lainnya. Hal ini sesuai dengan penelitian Wang *et al.*, (2014), dimana dalam penelitian tersebut juga dilakukan pembuatan SM-Fe (*Squid* melanin-Fe) dengan konsentrasi larutan FeCl_3 dan lama waktu pengadukan 24 jam. Dalam penelitian tersebut dihasilkan SM-Fe dengan kadar Fe sebesar 85 ppm.

Dari grafik diatas dapat disimpulkan bahwa kadar Fe dari sampel melanin-Fe tinta cumi-cumi memiliki kecenderungan semakin bertambahnya konsentrasi dan lama waktu pengadukan maka kadar Fe-nya juga semakin naik. Namun terdapat penurunan pada dua sampel konsentrasi 10 mmol dan 15 mmol dengan lama waktu pengadukan 30 jam. Menurut Budiyo *et al.*, (1999), proses pengadukan pada dasarnya bertujuan untuk memperbanyak waktu kontak antar partikel bahan agar menyatu. Namun proses pengadukan yang terlalu lama dapat membuat partikel-partikel yang sudah menyatu menjadi terlepas kembali dalam larutan sehingga menjadi tidak larut kembali.

Menurut Widjajanti (2007), laju reaksi dipengaruhi oleh banyak faktor, salah satunya adalah konsentrasi pereaksi. Pada umumnya makin besar konsentrasi maka akan makin besar pula laju reaksi. Meningkatnya konsentrasi akan menyebabkan peningkatan frekuensi tumbukan efektif sehingga laju reaksi akan meningkat.

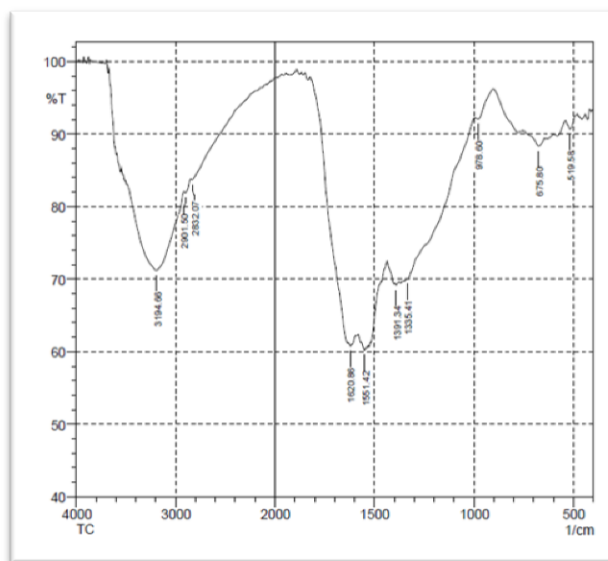
4.2.2 Hasil Pengujian FTIR

Dari data penelitian didapatkan bahwa perlakuan terbaik adalah pada konsentrasi 10 mmol dengan lama waktu pengadukan 24 jam. Berikut ini adalah grafik dari hasil uji FTIR kombinasi perlakuan terbaik yakni konsentrasi larutan FeCl_3 10 mmol dan lama waktu pengadukan 24 jam.



Gambar 11. Grafik uji FTIR sampel melanin-Fe konsentrasi FeCl_3 10 mmol^{-1}

Dari gambar 11 diatas terdapat grafik FTIR sampel melanin-Fe konsentrasi FeCl_3 10 mmol^{-1} , dimana pada serapan pada gelombang $3370,17 \text{ cm}^{-1}$ intensitas 11,294 dengan puncak yang melebar diduga merupakan puncak dari gugus karboksil (-OH). Pada puncak dengan puncak $1628,57 \text{ cm}^{-1}$ dengan puncak yang agak lebih meruncing diduga merupakan serapan khas gugus aromatik (C=C) dengan intensitas 9,796. Pada puncak dengan serapan bilangan gelombang 1296 cm^{-1} dengan puncak yang melebar diduga merupakan gugus fungsi dari senyawa karboksil dengan intensitas 22,77.



Gambar 12. Spektrum FTIR tinta cumi

Jika dibandingkan, hasil uji FTIR dari sampel tinta cumi-cumi pada penelitian pendahuluan dan sampel melanin-Fe Fe konsentrasi FeCl_3 10 mmol^{-1} memiliki kemiripan dan ada sedikit perbedaan. Dari grafik keduanya ditemukan adanya hasil serapan dari gugus karboksil ($-\text{OH}$) dan senyawa alkena ($\text{C}=\text{C}$). Namun pada sampel tinta cumi-cumi didapatkan puncak dari serapan gugus $-\text{OH}$ lebih tajam dan pada sampel melanin-Fe puncaknya sedikit melebar. Selain itu pada sampel tinta cumi-cumi ditemui gugus alkana ($\text{C}-\text{H}$) sedangkan pada sampel melanin-Fe ada bilangan serapan yang kemungkinan mengindikasikan gugus alkana ($\text{C}-\text{H}$) namun puncaknya tidak terlalu terlihat secara signifikan seperti yang ada pada sampel tinta cumi-cumi. Selain itu pada sampel melanin-Fe Fe konsentrasi FeCl_3 10 mmol^{-1} , gugus alkena ($\text{C}=\text{C}$) lebih menurun tajam dibandingkan dengan gugus alkena ($\text{C}=\text{C}$) pada sampel tinta cumi-cumi.

Menurut melanin Fitriani dan Lin (2017), yang terdapat pada tinta cumi-cumi memiliki kemampuan menyerap atau mengikat logam. Gugus fungsi tersebut adalah fenolik hidroksil (OH), karboksil (COOH) dan amina (NH).