

3. HASIL PENELITIAN

Pada penelitian pendahuluan digunakan satu macam pektin ampas jeruk, yakni pektin ampas jeruk yang tidak diberi perlakuan pendahuluan (ampas jeruk *fresh*, PJA). Sistem *in vitro* akan diinkubasi dengan tiga waktu kontak yang berbeda, yaitu: 1 jam, 3 jam, dan 5 jam (sajian deskriptif dapat dilihat pada lampiran). Perbedaan waktu kontak ini digunakan untuk mempersempit rentang waktu kontak yang selanjutnya digunakan pada penelitian utama.

3.1. Kadar Air dan Rendemen Pektin Ampas Jeruk Keprak

Total rendemen pektin yang didapat dari ekstraksi ampas jeruk keprak dengan perlakuan pendahuluan yang berbeda dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Kadar Air dan Rendemen Pektin pada Bahan Baku

Jenis pektin	Kadar air (%)	Rendemen pektin (% <i>db</i>)
PJA	76,54 ± 0,035	11,31 ± 0,001
PJB	20,20 ± 0,028	32,00 ± 0,007
PJC	16,87 ± 0,039	41,15 ± 0,006

Dari Tabel 1 di atas dapat dilihat bahwa perlakuan pendahuluan yang berbeda pada bahan baku dengan jumlah yang sama akan menghasilkan kadar air serta rendemen pektin yang berbeda. Rendemen pektin yang paling rendah dihasilkan oleh PJA yaitu sebesar 11,31 ± 0,001% (*db*). Di samping itu, rendemen pektin tertinggi dihasilkan dari PJC, yakni sebesar 41,15 ± 0,006% (*db*). Pada penelitian ini ditemukan bahwa kadar air ampas jeruk keprak berbanding terbalik dengan jumlah rendemen pektin yang dihasilkan.

3.2. Penetapan Larutan Standar Logam

SSA yang akan digunakan untuk mengukur kadar logam berat terlebih dulu melalui proses standardisasi. Standardisasi dilakukan pada masing-masing jenis logam berat yang akan diukur kadarnya, yaitu kadmium (Cd), tembaga (Cu) dan timbal (Pb). Proses standardisasi pada masing-masing logam berat ini dilakukan dengan menggunakan tiga larutan *stock* yang memiliki konsentrasi yang berbeda. Konsentrasi larutan standar yang digunakan dalam standardisasi ini ialah 0,1 ppm (S₁), 0,5 ppm (S₂) dan 1,0 ppm (S₃).

Kurva standardisasi SSA dengan larutan *stock* logam dapat dilihat pada Lampiran. Selain pengukuran kadar logam pada sampel dengan SSA, juga dilakukan pengukuran kadar logam pada bahan yang terlibat untuk mengetahui adanya pengotor.

Tabel 2. Pengotor Logam pada Bahan yang Digunakan dalam Sistem In Vitro

Bahan yang dianalisa	Kadar logam pengotor yang terukur (ppm)		
	Kadmium (Cd)	Tembaga (Cu)	Timbal (Pb)
<i>Aquades</i>	TT	TT	TT
Larutan pengencer logam	TT	TT	TT
Larutan <i>buffer</i>	0,16	0,16	0,24
Pektin ampas jeruk:			
- <i>Fresh</i>	TT	0,48	-
- Oven 5 jam	TT	0,46	-
- Oven 10 jam	TT	0,51	-
Pektin komersil	TT	0,28	-

Keterangan:

TT : Tidak terdeteksi (lebih kecil dari S_1)

Dari tabel di atas, diketahui bahwa terdapat logam pengotor pada bahan yang digunakan dalam sistem *in vitro*. Logam kadmium dan timbal hanya ditemukan pada larutan *buffer*. Sedangkan pada logam tembaga, pengotor ditemukan pada larutan *buffer*, pektin ampas jeruk, dan pektin komersil. Kadar logam pengotor ini digunakan sebagai faktor koreksi pada pengukuran kadar logam berat.

3.3. Penelitian Pendahuluan

Karena optimasi penelitian pendahuluan menunjukkan hasil yang tidak sesuai dengan ekspektasi yang diharapkan, maka cara kontak yang digunakan untuk penelitian utama adalah metode kotak langsung (tanpa menggunakan *tea bag* sebagai pemisah kedua fase). Untuk mengetahui waktu kontak yang paling optimal dalam menyerap logam berat pada sistem *in vitro*, dilakukan pengujian beda nyata menggunakan uji Duncan pada fase *insoluble* (tidak terlarut) setiap jenis logam berat.

Tabel 3. Penyerapan Logam dalam Fase Tidak Terlarut pada Penelitian Pendahuluan

Waktu kontak (jam)	Massa logam yang terbaca SSA pada fase <i>insoluble</i> (μg)		
	Kadmium (Cd)	Tembaga (Cu)	Timbal (Pb)
1	$280,936 \pm 2,900^c$	$119,085 \pm 1,401^c$	$84,166 \pm 18,732^b$
3	$65,409 \pm 1,148^a$	$73,386 \pm 2,696^a$	$45,015 \pm 14,641^a$
5	$146,085 \pm 1,839^b$	$81,613 \pm 4,372^b$	$81,467 \pm 8,897^b$

Keterangan:

Analisa statistik menggunakan *One Way Anova* dengan uji signifikansi *Duncan*

Abjad berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya beda nyata dengan tingkat kepercayaan 95% ($\alpha = 0,05$).

Abjad yang sama pada kolom yang berbeda tidak menunjukkan adanya keterkaitan.

Dari Tabel di atas, dapat dilihat bahwa massa logam terserap pada fase *insoluble* yang diperoleh dari hampir semua waktu kontak menunjukkan hasil yang berbeda nyata. Pada logam kadmium, waktu kontak satu jam menunjukkan massa yang paling besar, yakni sebesar $280,936 \pm 2,900 \mu\text{g}$ pada fase *insoluble*. Pada logam tembaga, massa terbesar diperoleh pada waktu kontak satu jam, yaitu sebesar $119,085 \pm 1,401 \mu\text{g}$ pada fase *insoluble*. Sama halnya dengan logam timbal, massa logam yang terbesar diperoleh pada waktu kontak satu jam, dengan $84,166 \pm 18,732 \mu\text{g}$ yang diperoleh pada fase *insoluble*.

Dari hasil tersebut, diketahui bahwa waktu kontak yang paling optimum dalam penyerapan logam berat pada sistem *in vitro* antara pektin dan *buffer* yang ditambah dengan logam ialah satu jam. Waktu kontak tersebut akan digunakan dalam penelitian utama dengan menambahkan dua waktu kontak lain sebagai pembanding. Waktu kontak yang digunakan sebagai pembanding adalah waktu kontak optimum yang dikurangkan dengan 30 menit (30 menit) dan waktu kontak optimum yang ditambah dengan 30 menit (90 menit).

3.4. Penelitian Utama

Penelitian utama dilakukan dengan uji penyerapan logam pada sistem *in vitro* yang menggunakan pektin ampas jeruk keprok dan *buffer* yang ditambah dengan logam berat. Jenis logam berat yang digunakan dalam penelitian utama ini adalah kadmium (Cd) dan tembaga (Cu). Metode kontak yang digunakan dalam penelitian utama ini ialah kontak langsung antara pektin dan *buffer*, tanpa menggunakan pembungkus (*tea bag*) sebagai

pemisah kedua fase. Pada penelitian utama ini juga digunakan pektin yang diekstrak dari ampas jeruk keprok yang diberi beberapa perlakuan pendahuluan yang memiliki kadar air berbeda, dibandingkan dengan pektin kulit jeruk komersil. Waktu kontak yang digunakan dalam sistem *in vitro* selama penelitian utama ini ialah satu jam \pm 30 menit (30 menit, 60 menit dan 90 menit).

3.4.1. Recovery Logam Berat

Recovery yang menunjukkan optimasi penyerapan logam pada pektin dalam sistem *in vitro*. Perhitungan *recovery* akan dilakukan untuk tiap jenis logam yang digunakan dalam penelitian ini.

- **Recovery Kadmium (Cd)**

Hasil penelitian utama berupa massa kadmium yang terserap dan *recovery* yang diperoleh dari uji penyerapan kadmium dapat dilihat pada tabel dan gambar di bawah ini.

Tabel 4. Penyerapan Kadmium pada Penelitian Utama

Jenis pektin	Waktu kontak (menit)	Distribusi kadmium (%)		<i>Recovery</i>
		Fase tidak terlarut (<i>insoluble</i>)	Fase terlarut (<i>soluble</i>)	
PJA	30	28,947 \pm 0,896	24,885 \pm 0,942	53,832 \pm 1,839
	60	14,330 \pm 0,909	29,987 \pm 0,638	44,317 \pm 0,285
	90	28,375 \pm 0,967	29,847 \pm 0,635	58,221 \pm 1,398
PJB	30	27,337 \pm 1,093	51,365 \pm 0,723	78,702 \pm 1,388
	60	24,403 \pm 0,845	38,327 \pm 1,071	62,729 \pm 1,915
	90	23,746 \pm 0,425	43,777 \pm 1,073	67,522 \pm 0,696
PJC	30	27,742 \pm 1,017	55,174 \pm 1,090	82,916 \pm 1,825
	60	28,355 \pm 0,469	32,390 \pm 1,083	60,745 \pm 1,379
	90	28,608 \pm 0,901	30,964 \pm 1,109	59,572 \pm 1,942
Komersil (kontrol)	30	38,417 \pm 0,898	42,297 \pm 1,140	80,714 \pm 0,242
	60	12,735 \pm 0,552	36,222 \pm 1,092	48,957 \pm 1,224
	90	13,835 \pm 0,769	35,775 \pm 0,688	49,610 \pm 1,312

Dari tabel di atas, dapat dilihat bahwa jenis perlakuan pendahuluan dan waktu kontak yang berbeda akan menghasilkan *recovery* yang berbeda. *Recovery* yang didapatkan dari berbagai perlakuan pendahuluan menunjukkan hasil yang fluktuatif pada setiap waktu kontak. Pada PJA, *recovery* paling tinggi terdapat pada waktu kontak 90 menit,

yakni sebesar $58,221 \pm 1,398\%$. Pada PJB dan PJC, *recovery* tertinggi diperoleh pada waktu kontak 30 menit, yakni sebesar $78,702 \pm 1,388\%$ dan $82,916 \pm 1,825\%$. Di samping itu, dilakukan pula kontak antara *buffer* yang mengandung logam dengan pektin komersil yang digunakan sebagai kontrol positif. Pada pektin komersil, *recovery* tertinggi diperoleh pada waktu kontak selama 30 menit, yaitu sebesar $80,714 \pm 0,242\%$.

- **Recovery Tembaga (Cu)**

Besarnya massa tembaga yang terserap dan *recovery* penyerapan tembaga pada penelitian utama dapat dilihat pada tabel di bawah ini.

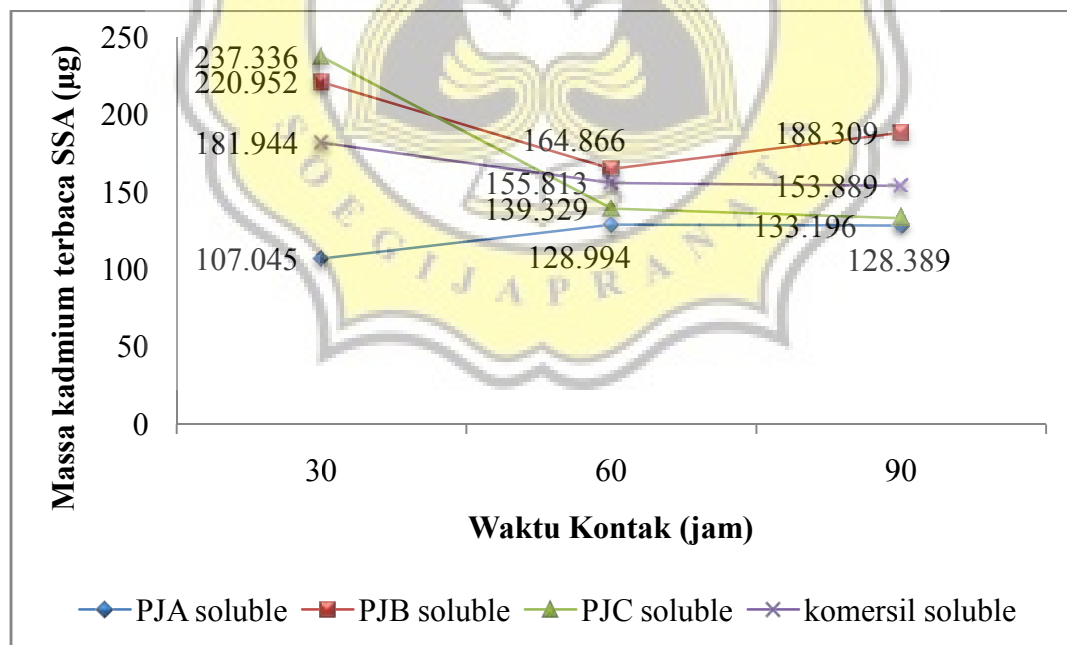
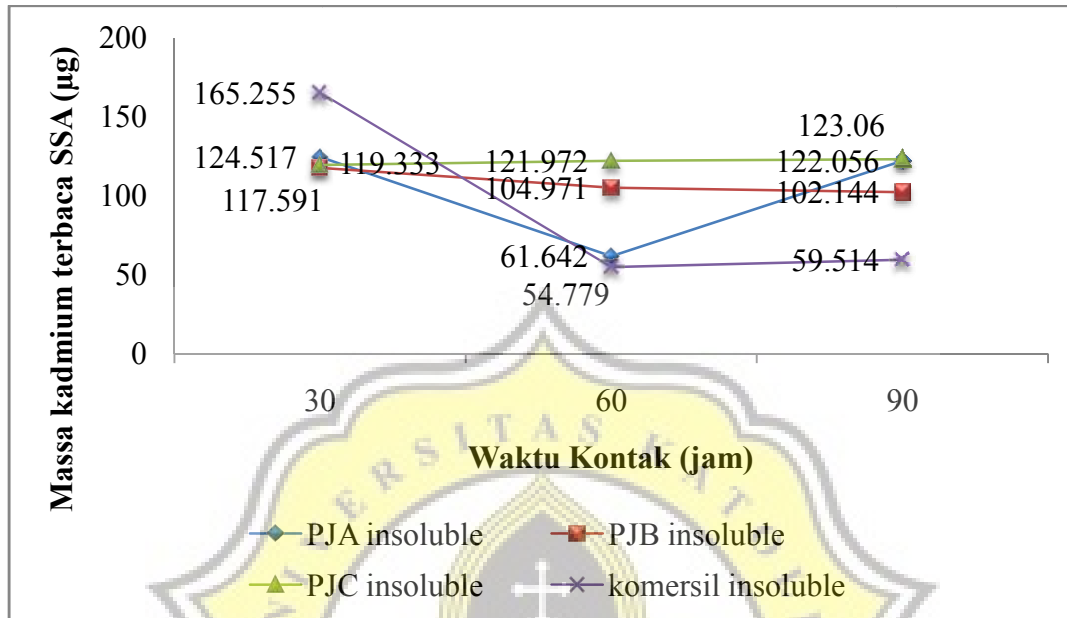
Tabel 5. Penyerapan Tembaga pada Penelitian Utama

Jenis pektin	Waktu kontak (menit)	Distribusi tembaga (%)		<i>Recovery</i>
		Fase tidak terlarut (<i>insoluble</i>)	Fase terlarut (<i>soluble</i>)	
PJA	30	$56,404 \pm 1,783$	$58,714 \pm 1,545$	$115,118 \pm 3,028$
	60	$49,643 \pm 1,615$	$46,841 \pm 2,084$	$96,483 \pm 1,777$
	90	$63,263 \pm 1,946$	$43,625 \pm 1,363$	$106,888 \pm 0,659$
PJB	30	$44,626 \pm 1,380$	$76,082 \pm 1,585$	$120,708 \pm 1,834$
	60	$48,373 \pm 0,968$	$75,046 \pm 2,566$	$123,420 \pm 3,164$
	90	$64,309 \pm 1,340$	$62,417 \pm 2,288$	$126,726 \pm 3,613$
PJC	30	$70,066 \pm 2,245$	$60,065 \pm 2,393$	$130,130 \pm 3,039$
	60	$60,112 \pm 1,138$	$59,254 \pm 1,646$	$119,366 \pm 2,541$
	90	$48,448 \pm 2,361$	$50,855 \pm 1,541$	$99,303 \pm 1,704$
Komersil (kontrol)	30	$37,663 \pm 1,713$	$66,493 \pm 1,900$	$104,156 \pm 1,989$
	60	$32,614 \pm 1,568$	$71,854 \pm 1,996$	$104,468 \pm 3,190$
	90	$34,429 \pm 0,555$	$97,485 \pm 2,119$	$131,914 \pm 2,675$

Dari tabel di atas, dapat dilihat bahwa *recovery* yang diperoleh dari kontak antara *buffer* yang mengandung logam tembaga dan pektin yang diekstrak dari ampas jeruk dengan berbagai perlakuan pendahuluan, serta yang berkontak dalam sistem *in vitro* dalam waktu kontak yang berbeda akan memberikan hasil yang berbeda pula. Pada PJA, *recovery* yang paling tinggi diperoleh pada waktu kontak 30 menit, yakni sebesar $115,118 \pm 3,028 \%$. Pada PJB dan PJC memiliki *recovery* tertinggi pada waktu kontak berturut-turut 90 menit ($126,726 \pm 3,613\%$) dan 30 menit ($130,130 \pm 3,039\%$). Sedangkan pada sistem *in vitro* yang menggunakan pektin komersil, *recovery* tertinggi diperoleh pada waktu kontak 90 menit, yakni sebesar $131,914 \pm 2,675\%$.

3.4.2. Penyerapan Kadmium (Cd) dalam Sistem *In Vitro*

Hasil penyerapan logam kadmium oleh fase *insoluble* pektin dalam sistem *in vitro* adalah sebagai berikut.



(b)

Gambar 10. Penyerapan Kadmium oleh Pektin pada:
(a) Fase *Insoluble*; (b) Fase *Soluble*

Dari Gambar 10 di atas, dapat dilihat bahwa pada fase *insoluble*, penyerapan kadmium tertinggi diperoleh pada penggunaan pektin komersil dengan waktu kontak 30 menit, diikuti oleh PJA dengan waktu kontak 30 menit. Penyerapan kadmium oleh fase tidak terlarut ini menghasilkan tiga *trend* yang dapat diamati, yakni: penurunan yang diikuti dengan kenaikan (pada PJA dan pektin komersil), penurunan berturut-turut (pada PJB) dan kenaikan berturut-turut (pada PJC). Secara keseluruhan, hampir seluruh jenis pektin menunjukkan penyerapan tertinggi pada waktu kontak 30 menit.

Pada fase *soluble*, penyerapan kadmium terendah diperoleh PJA yang berkontak selama 30 menit. Pada Gambar 10b ini juga menunjukkan tiga *trend* yang dapat disoroti, yaitu: kenaikan yang diikuti dengan penurunan (pada PJA), penurunan yang diikuti dengan kenaikan (pada PJB), serta penurunan berturut-turut (pada PJC dan pektin komersil).

Tabel 6. Penyerapan Kadmium pada Berbagai Kombinasi Pektin dan Waktu Kontak

Jenis pektin	Waktu kontak (menit)	Massa kadmium (μg)	
		Fase tidak terlarut (<i>insoluble</i>)	Fase terlarut (<i>soluble</i>)
PJA	30	124,517 \pm 3,853 ^e	107,045 \pm 4,054 ^a
	60	61,643 \pm 3,911 ^b	128,994 \pm 2,744 ^b
	90	122,060 \pm 4,160 ^{de}	128,389 \pm 2,732 ^b
PJB	30	117,590 \pm 4,700 ^d	220,952 \pm 3,112 ^g
	60	104,970 \pm 3,634 ^c	164,866 \pm 4,606 ^e
	90	102,147 \pm 1,828 ^c	188,309 \pm 4,615 ^f
PJC	30	119,333 \pm 4,374 ^{de}	237,336 \pm 4,688 ^h
	60	121,970 \pm 2,016 ^{de}	139,329 \pm 4,660 ^c
	90	123,063 \pm 3,878 ^{de}	133,196 \pm 4,768 ^{bc}
Komersil (kontrol)	30	165,253 \pm 3,865 ^f	181,944 \pm 4,905 ^f
	60	54,783 \pm 2,375 ^a	155,813 \pm 4,698 ^d
	90	59,513 \pm 3,309 ^{ab}	153,889 \pm 2,959 ^d

Keterangan:

Analisa statistik menggunakan *One Way Anova* dengan uji signifikansi *Duncan*

Abjad berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya beda nyata dengan tingkat kepercayaan 95% ($\alpha = 0,05$).

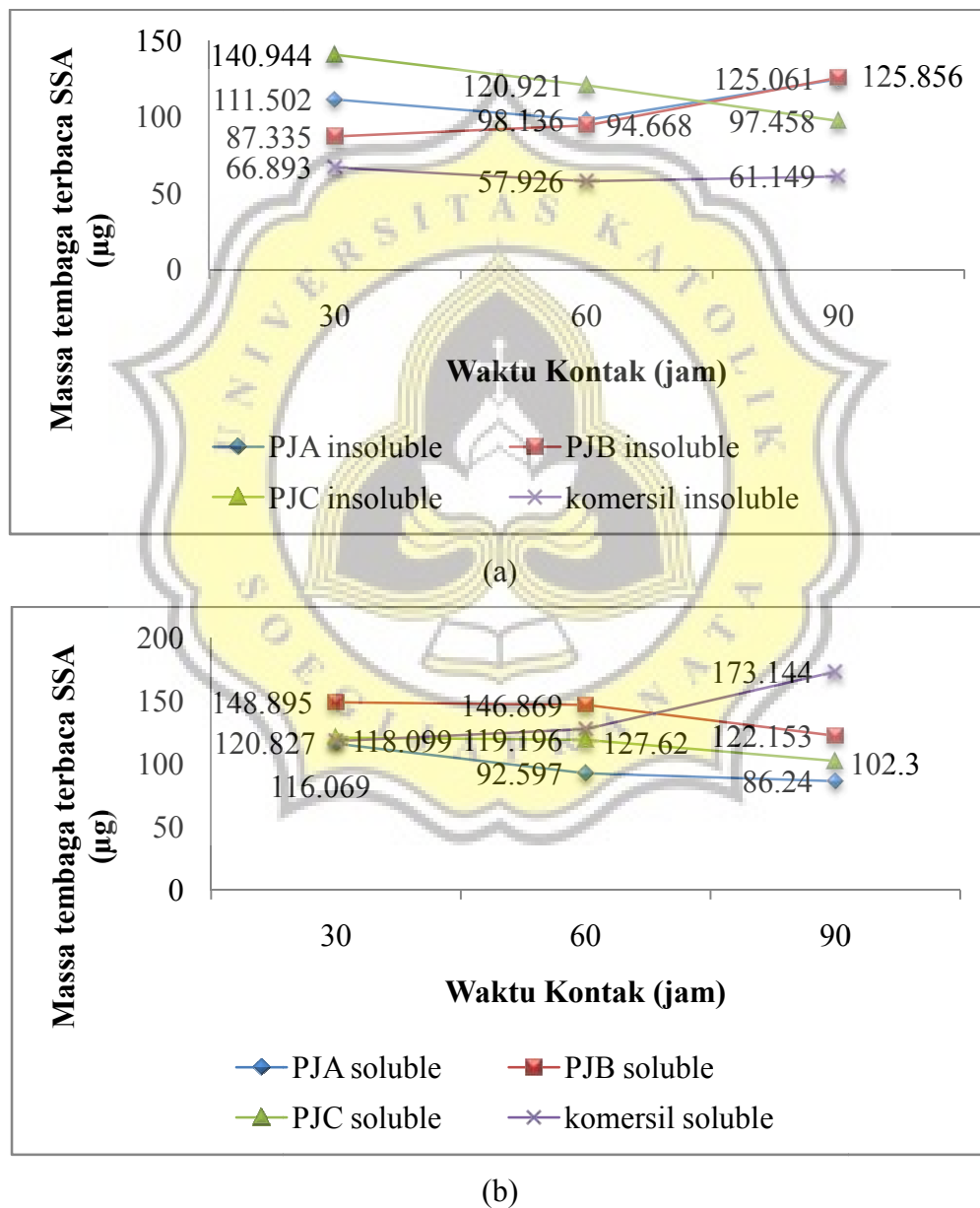
Abjad yang sama pada kolom yang berbeda tidak menunjukkan adanya keterkaitan.

Tabel 6 di atas menunjukkan penyerapan kadmium oleh fase tidak terlarut yang paling tinggi diperoleh pektin komersil yang berkontak selama 30 menit, sebesar 165,253 \pm 3,865 μg . Angka tersebut berbeda nyata pada tingkat kepercayaan 95% dengan PJC – 30 menit, PJC – 60 menit, PJA – 90 menit, PJC – 90 menit, dan PJA – 30 menit yang

berkisar antara $119,333 \pm 4,374 \mu\text{g}$ dan $124,517 \pm 3,853 \mu\text{g}$. Penyerapan kadmium pada fase terlarut menunjukkan nilai terendah dengan kombinasi PJA dengan waktu kontak 30 menit, sebesar $107,045 \pm 4,054 \mu\text{g}$.

3.4.3. Penyerapan Tembaga (Cu) dalam Sistem *In Vitro*

Hasil penyerapan logam tembaga oleh fase *insoluble* pektin dalam sistem *in vitro* ialah sebagai berikut.



Gambar 11. Penyerapan Tembaga oleh Pektin pada: (a) Fase *Insoluble*; (b) Fase *Soluble*

Pada Gambar 11a di atas, dapat dilihat bahwa penyerapan tembaga tertinggi pada fase *insoluble* didapatkan dari PJC dengan waktu kontak selama 30 menit. Dari gambar tersebut, terdapat tiga trend yang dapat disoroti, yakni: penurunan yang diikuti dengan kenaikan (pada PJA dan pektin komersil), kenaikan terus-menerus (pada PJB), dan penurunan terus-menerus (pada PJC).

Gambar 11b menunjukkan penyerapan tembaga yang paling rendah diperoleh dari PCA yang berkontak selama 30 menit. Dua *trend* yang berbeda terlihat pada gambar tersebut, yaitu: penurunan terus-menerus (pada PJA, PJB dan PJC) dan kenaikan terus-menerus (pada pektin komersil). Penyerapan tembaga yang paling rendah mayoritas terjadi pada waktu kontak 90 menit.

Tabel 7. Penyerapan Tembaga pada Berbagai Kombinasi Pektin dan Waktu Kontak

Jenis pektin	Waktu kontak (menit)	Massa tembaga (μg)	
		Fase tidak terlarut (<i>insoluble</i>)	Fase terlarut (<i>soluble</i>)
PJA	30	111,503 \pm 3,524 ^e	116,069 \pm 3,054 ^d
	60	98,137 \pm 3,191 ^d	92,597 \pm 4,120 ^b
	90	125,060 \pm 3,849 ^f	86,240 \pm 2,695 ^a
PJB	30	87,337 \pm 2,700 ^c	148,895 \pm 3,102 ^f
	60	94,673 \pm 1,894 ^d	146,869 \pm 5,022 ^f
	90	125,857 \pm 2,625 ^f	122,153 \pm 4,478 ^{de}
PJC	30	140,947 \pm 4,516 ^g	120,827 \pm 4,815 ^d
	60	120,920 \pm 2,291 ^f	119,196 \pm 3,311 ^d
	90	97,460 \pm 4,750 ^d	102,300 \pm 3,100 ^c
Komersil (kontrol)	30	66,893 \pm 3,045 ^b	118,099 \pm 3,374 ^d
	60	57,927 \pm 2,788 ^a	127,620 \pm 3,545 ^e
	90	61,150 \pm 0,990 ^a	173,144 \pm 3,764 ^g

Keterangan:

Analisa statistik menggunakan *One Way Anova* dengan uji signifikansi *Duncan*

Abjad berbeda pada kolom yang sama menunjukkan adanya beda nyata dengan tingkat kepercayaan 95% ($\alpha = 0,05$).

Abjad yang sama pada kolom yang berbeda tidak menunjukkan adanya keterkaitan.

Tabel 7 di atas menunjukkan penyerapan tembaga oleh fase tidak terlarut yang paling tinggi diperoleh PJC yang berkontak selama 30 menit, sebesar 140,947 \pm 4,516 μg . Angka tersebut berbeda nyata pada tingkat kepercayaan 95% dengan PJC – 60 menit, PJA – 90 menit, dan PJB – 90 menit yang berkisar antara 120,920 \pm 2,291 μg dan 125,857 \pm 2,625 μg . Penyerapan kadmium pada fase terlarut menunjukkan nilai

terendah dengan kombinasi PJA dengan waktu kontak 90 menit, sebesar $86,240 \pm 2,695$ μg .

