

BAB VI. Hasil dan Pembahasan

VI.1 Pengumpulan Bahan dan Pembuatan Serbuk Cangkang Telur Puyuh

Pada penelitian ini bahan yang digunakan adalah cangkang telur puyuh. Telur puyuh diperoleh dari Batununggal Kota Bandung sebanyak 8 kg. Pembuatan serbuk cangkang telur puyuh dilakukan dengan cara penggerusan manual menggunakan mortir dan stamper. Cangkang telur dicuci terlebih dahulu menggunakan air mengalir kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 40°C selama 24 jam untuk mengurangi kadar air, kemudian disterilkan menggunakan autoklaf pada suhu 121°C selama 15 menit lalu dikeringkan kembali menggunakan oven (40°C, 24 jam). Tujuan dari proses sterilisasi yaitu untuk membunuh semua mikroorganisme baik patogen maupun non patogen dari cangkang telur puyuh.

Cangkang yang telah disterilisasi ditimbang dan didapatkan hasil 678 gram sehingga bisa dinyatakan hampir 9% berat cangkang telur dari total berat keseluruhan telur puyuh. Cangkang telur ditumbuk menggunakan mortir dan stamper kemudian diayak (mesh 10) untuk memisahkan membran dari cangkang telur (membran akan dipertahankan disaringan, sedangkan kulit telur akan melewati saringan). Ditimbang hasil cangkang yang sudah diayak (mesh 10) dan didapatkan hasil 620 gram.

Pemurnian serbuk cangkang telur dari senyawa organik dengan cara direbus 620 gram serbuk dalam 3,72 L aquadest selama satu jam. Zat

yang mengambang di atas selama mendidih dibuang. Endapan serbuk cangkang telur disterilisasi kembali menggunakan oven (160°C, 2 jam).

Pemisahan serbuk cangkang telur berdasarkan rentang ukuran menggunakan ayakan dengan mesh no 20, 40, 60, 80, dan 100. Serbuk cangkang yang tertahan di ayakan no 20 disebut sampel 1, tertahan diayakan no 40 disebut sampel 2, tertahan diayakan no 60 disebut sampel 3, tertahan diayakan no 80 disebut sampel 4, dan yang tertahan diayakan no 100 disebut sampel 5.

VI.2 Karakterisasi Cangkang Telur Puyuh

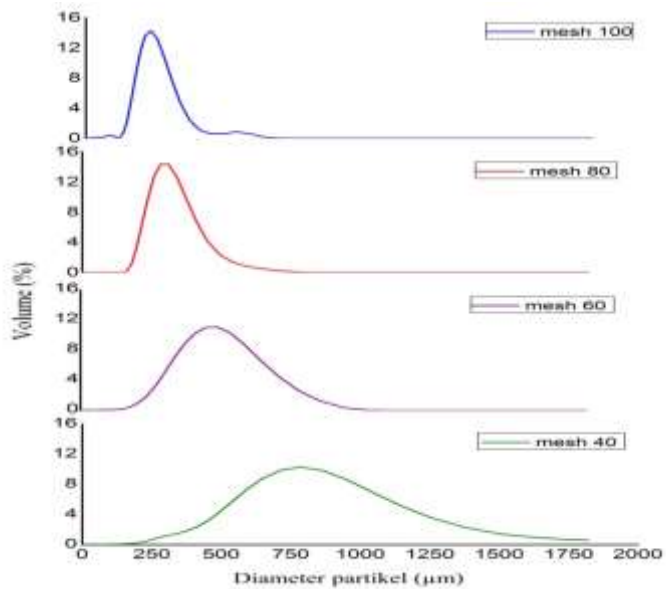
Pada penelitian ini dilakukan tiga karakterisasi cangkang telur puyuh yaitu *Particel Size Analyzer* (PSA), *X-Ray Diffraction* (XRD), dan *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR)

VI.2.1 *Particel Size Analyze* (PSA)

Particle size analyzer (PSA) digunakan untuk menentukan distribusi ukuran partikel. Ukuran partikel dapat diketahui melalui gambar yang dihasilkan (Hardiyanti, 2013). Analisis PSA dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui ukuran kuantitatif dari partikel kalsium karbonat dalam cangkang telur puyuh berdasarkan ayakan dari mesh 20 sampai 100. Hasil analisis PSA sampel ditunjukkan pada Tabel VI.1 dan Gambar VI.1 (untuk lebih detailnya hasil PSA dapat dilihat pada lampiran D).

Tabel VI.1
Hasil Analisis PSA

Sampel	Ukuran PSA (μm) Rata-rata $\pm$ SD
Mesh 20	-
Mesh 40	812,5 $\pm$ 317,8
Mesh 60	484,2 $\pm$ 163,8
Mesh 80	330,3 $\pm$ 88,90
Mesh 100	254,0 $\pm$ 82,97



Gambar VI.1 Grafik PSA sampel cangkang telur puyuh

Berdasarkan grafik diatas, semakin kecil ukuran mesh maka grafik semakin mundur dan menunjukkan ukuran diameter partikel yang lebih kecil, sedangkan semakin besar ukuran mesh maka grafik semakin maju dan menunjukkan ukuran diameter yang lebih besar.

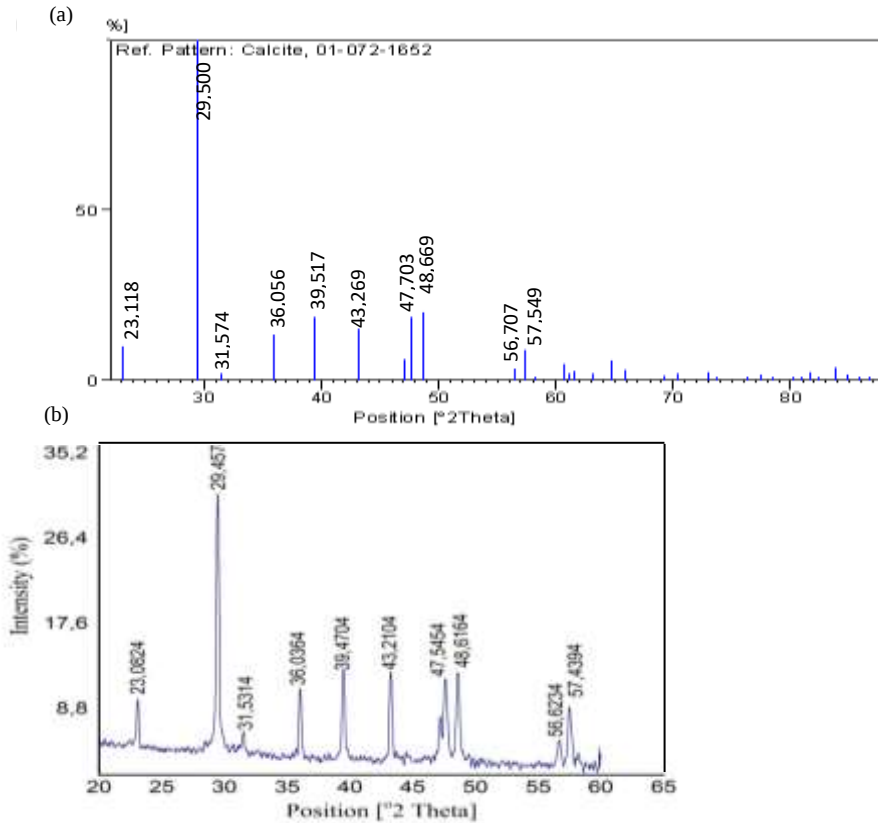
Pada mesh 20 tidak dilakukan uji PSA dikarenakan ukurannya melebihi batas minimal uji PSA.

VI.2.2 X-Ray Diffraction (XRD)

Teknik difraksi sinar x merupakan teknik umum yang dipakai untuk mengetahui karakteristik kristalografi suatu material melalui puncak-puncak intensitas yang muncul (Wahyuni, 2010). Senyawa dari sampel serbuk cangkang telur puyuh dianalisis dengan XRD (*X-Ray Diffraction*).

Analisis ini bertujuan untuk melihat puncak-puncak difraktogram pada sampel serbuk cangkang telur puyuh kemudian dibandingkan dengan puncak-puncak karakter kalsium karbonat (CaCO_3) dari data ICSD *using POWD-12++ (Inorganic Crystal Database Structure)* (Kusumaningtyas, 2012).

Berikut ini sumbu X menyatakan sudut 2θ dan sumbu Y menyatakan intensitas sinar x setelah melewati sampel serbuk cangkang telur puyuh. Pada uji sampel serbuk cangkang telur puyuh menggunakan sudut 2θ yang digunakan adalah antara 5° - 60° dan dimulai pada puncak 23° - 60° . Hasil XRD dapat dilihat pada Gambar VI.2.



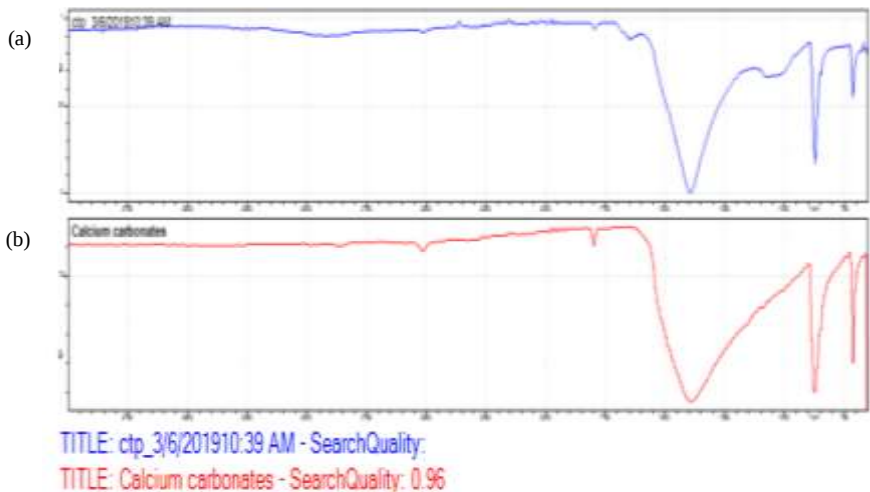
Gambar VI.2 Difraktogram XRD (a) kalsium karbonat standar;
(b) serbuk cangkang telur puyuh

Berdasarkan hasil difraktogram dari sampel, terdapat sepuluh puncak tertinggi sampel sebagai penciri senyawa dan mempunyai puncak sudut 2θ sesuai kalsium karbonat, yaitu 23,09; 29,45; 31,49; 36,00; 39,46; 43,23; 47,57; 48,57; 56,65; 57,46 dan dicocokkan dengan data kalsium karbonat (CaCO_3) standar dari ICSD *using POWD-*

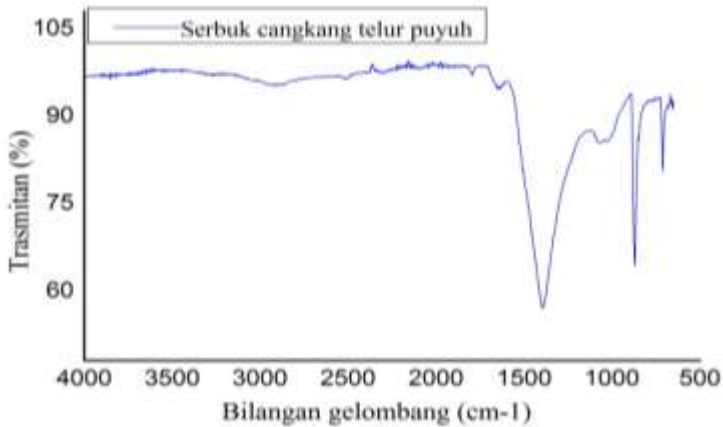
12++ dengan nilai puncak sudut 2θ yaitu 23,06; 29,45; 31,54; 35,96; 39,42; 43,16; 47,64; 48,58; 56,56; 57,49 (untuk lebih detailnya hasil XRD dapat dilihat pada lampiran E). Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa hasil difraksi serbuk cangkang telur puyuh menghasilkan puncak-puncak intensitas yang muncul bersesuaian dengan puncak-puncak karakter dari CaCO_3 .

VI.2.3 *Fourier Transform Infra-Red (FTIR)*

Analisis FTIR bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa CaCO_3 dari sampel cangkang telur puyuh. Perbandingan hasil karakterisasi sampel dengan CaCO_3 standar dapat dilihat pada Gambar VI.3 sedangkan data karakteristik sampel menggunakan FTIR dapat dilihat pada Gambar VI.4.



Gambar VI.3 Spektrum FTIR (a) serbuk cangkang telur puyuh;
(b) kalsium karbonat standar



Gambar VI.4 Spektrum cangkang telur puyuh

Pada gambar VI.4 diketahui serbuk cangkang telur puyuh diukur pada panjang gelombang 650 – 4000 cm^{-1} dengan persen transmiter 62%-101%. Puncak pada bilangan gelombang 633 dan 3570 cm^{-1} menunjukkan vibrasi dari OH, 3400 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur OH, ikatan karbonat teramati pada 870 dan 1430 cm^{-1} , 1400 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur asimetris CO_3 , 800 cm^{-1} menunjukkan deformasi luar bidang CO_3 (Johnson dan Glasser 2003 dalam Budiarti, 2012). Berdasarkan aturan klasifikasi kimia, gugus fungsi yang terdapat pada sampel dapat dilihat pada Tabel VI.2

Tabel VI.2
Klasifikasi Kimia Sampel

Vibration	Strat WN	End WN
O-H Stretch	3450	3300
C-H Stretch, CH_2	2975	2840
O-H Def	1400	1300
C-O Stretch	1070	1020

Jika dibandingkan dengan spektrum CaCO_3 standar terdapat kemiripan bentuk spektrum yang menandakan adanya persamaan gugus fungsi dan senyawa CaCO_3 standar dengan serbuk cangkang telur puyuh. Persamaan tersebut sebesar 96%. Hal ini menunjukkan bahwa cangkang telur puyuh benar memiliki kandungan CaCO_3 .

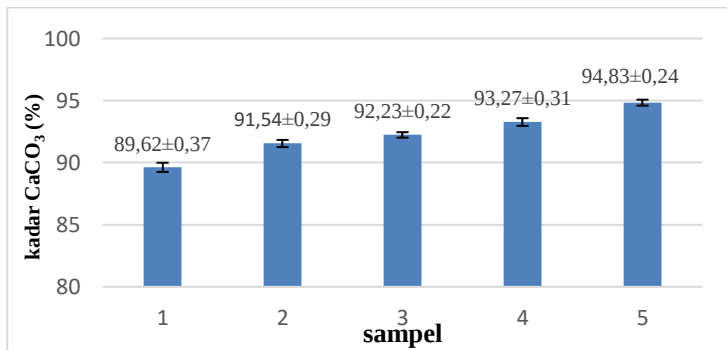
VI.3 Penetapan Kadar CaCO_3 dari Serbuk Cangkang Telur Puyuh

Penetapan kadar kalsium karbonat pada cangkang telur puyuh dilakukan dengan cara titrasi kompleksometri menggunakan peniter Na_2EDTA karena ion kalsium dapat membentuk kompleks dengan EDTA. EDTA termasuk senyawa yang mudah rusak hingga dilakukan pembakuan EDTA terlebih dahulu untuk mendapatkan konsentrasi EDTA yang sebenarnya.

Pembakuan EDTA distandarisasi dengan MgSO_4 dan menggunakan indikator EBT. EBT (*Erichrom Black T*) memiliki pH 7-11 dan perubahan warna yang terjadi yaitu dari merah keunguan menjadi biru karena selama titrasi terjadi pelepasan ion H^+ maka larutan yang akan dititrasi sebelumnya ditambahkan buffer dengan pH 10. Penambahan buffer ini bertujuan untuk mempertahankan nilai pH sehingga ketika penambahan asam, basa atau air tidak mengubah pH secara signifikan (Warsy dkk, 2015). Saat sebelum titrasi ditambahkan indikator maka indikator akan membentuk kompleks dengan Mg^{2+} (berwarna merah) kemudian Mg^{2+} pada kompleks akan bereaksi dengan EDTA maka warna merah akan hilang, selanjutnya kelebihan sedikit EDTA menyebabkan terjadinya titik akhir yaitu

Tahapan selanjutnya ditambahkan aquades, NaOH 1 N dan indikator biru hidroksinaftol. Penambahan NaOH ini bertujuan untuk

menetralkan dan membasakan larutan. Setelah itu dititrasi dengan Na_2EDTA , perubahan warna yang terjadi yaitu dari merah keunguan menjadi biru pekat. Perlakuan ini dilakukan triplo pada masing-masing sampel untuk mendapatkan hasil yang akurat. Dari hasil volume Na_2EDTA yang dihasilkan maka dapat dihitung kadar CaCO_3 dalam cangkang telur puyuh dimana hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar VI.5.



Gambar VI.5 Penetapan kadar CaCO_3 dalam cangkang telur puyuh

Berdasarkan hasil data tersebut nilai kadar CaCO_3 tertinggi terdapat pada sampel 5 (mesh 100) yaitu 94,83% dan menurut penelitian Warsy, dkk (2016) kadar CaCO_3 pada cangkang telur ayam yaitu 92,57% hal ini menunjukkan bahwa kadar CaCO_3 dalam cangkang telur puyuh lebih tinggi dibandingkan cangkang telur ayam.

Berdasarkan ukuran partikel semakin kecil ukuran partikel maka semakin tinggi kadar CaCO_3 nya. Hal ini dikarenakan pada sampel yang memiliki ukuran partikel lebih besar kemungkinan masih

terdapat selaput telur didalamnya sehingga nilai kadarnya lebih rendah sedangkan untuk sampel yang ukuran partikelnya lebih kecil sudah sedikit selaput telur yang tertinggal dan CaCO_3 yang terkandung didalamnya lebih banyak sehingga nilai kadar pada sampel 5 (mesh 100) merupakan nilai kadar tertinggi pada cangkang telur puyuh. Ukuran distribusi partikel dapat mempengaruhi nilai kadar CaCO_3 dalam cangkang telur puyuh, untuk memastikan perbedaan yang signifikan antar tiap sampel maka dilakukan analisis menggunakan SPSS *One Way Anova* dan *Post Hoc Test LSD* (dapat dilihat pada lampiran). Dalam pengujian ANOVA data tersebut harus terdistribusi secara merata dengan nilai signifikan ($P > 0,05$). Data yang digunakan dalam ANOVA memiliki nilai signifikan 0,908, artinya nilai tersebut lebih dari 0,05. Hal ini menunjukkan data tersebut terdistribusi secara merata sehingga dapat dilakukan pengujian *One Way Anova*.

Hasil pengujian ANOVA menggunakan uji F, didapat nilai F hitung 131.037 dengan nilai signifikan 0,00. Pengambilan keputusan didasarkan pada perbandingan F hitung dan F tabel, jika F hitung lebih kecil dari F tabel ($F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$) maka H_0 diterima. Dari hasil ANOVA nilai F hitung lebih besar dari F tabel (3,48) maka H_1 diterima dan H_0 ditolak. Hal ini menunjukkan adanya pengaruh ukuran distribusi partikel cangkang telur puyuh terhadap penetapan kadar CaCO_3 .

Uji selanjutnya menggunakan LSD, dimana uji LSD bertujuan untuk melihat perbedaan signifikan antar tiap sampel. Hasil uji LSD

menunjukkan perbedaan yang signifikan atau bermakna jika nilai signifikannya ($<0,05$). Berdasarkan data, dari setiap sampel memiliki perbedaan yang signifikan, sampel 1 (mesh 20) memiliki perbedaan dengan sampel 2 (mesh 40), 3 (mesh 60), 4 (mesh 80), dan 5 (mesh 100) begitupun sampel lainnya semua memiliki perbedaan yang signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa adanya pengaruh ukuran distribusi partikel cangkang telur puyuh terhadap penetapan kadar CaCO_3 karena berdasarkan uji LSD semua data dari masing-masing sampel memiliki perbedaan yang signifikan.

VI.4 Kapasitas Penetralkan Asam

Kapasitas penetralan asam didefinisikan sebagai nilai miliequivalent (mEq) dari HCl 1N dengan pH 3,5 stabil. Menurut *Food and Drug Administration* kapasitas penetralan asam dari antasida sebesar ≥ 5 mEq per dosis. Semakin besar nilai kapasitas penetralanasam maka semakin tinggi efektivitas dari antasida (Rao dkk., 2018).

Untuk penentuan nilai KPA yang digunakan adalah sampel serbuk dari cangkang telur puyuh yang sudah didistribusi ukuran partikelnya mulai dari mesh 20 sampai mesh 100. Pada tahap awal dilakukan penimbangan sampel sebanyak 1.250 mg, jumlah sampel yang digunakan sesuai dengan dosis kalsium karbonat pada sediaan suspensi antasida yaitu 1.250 mg/hari. Sampel yang sudah ditimbang ditambahkan aquadest 70 ml kemudian diaduk menggunakan *magnetik stirrer* yang bertujuan untuk mempermudah melarutkan sampel dan dipanaskan pada suhu $37^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$. Pemanasan pada suhu tersebut bertujuan sebagai pengondisian sampel agar menyerupai

kondisi tubuh manusia, lalu ditambahkan HCl 1N yang sebelumnya sudah distandarisasi, tujuan pemberian asam merupakan simulasi dari asam lambung manusia yang berlebih, aduk selama 15 menit tepat segara titrasi menggunakan NaOH 0,5 N yang sebelumnya sudah di standarisasi hingga mencapai pH 3,5 dengan stabil. Pada pH tersebut merupakan simulasi kondisi normal asam lambung manusia (Kusumaningtiyas, 2012).

Larutan NaOH dan HCl merupakan larutan baku sekunder dan memiliki kemurnian yang rendah sehingga konsentrasi yang dimililki kurang stabil, yang mana dapat menurun dari semakin lamanya proses penyimpanan. Maka, larutan NaOH dan HCl harus dibakukan terlebih dahulu sebelum digunakan dengan larutan baku primer yang memiliki tingkat kemurnian tinggi dan telah diketahui konsentrasinya (Gandjar dan Rohman, 2012).

Pembakuan larutan NaOH 0,5 N menggunakan larutan baku primer asam oksalat 0,5 N sebagai analit dan Fenolftalein (PP) sebagai indikator. Pembakuan ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Setelah titrasi, hasil yang diperoleh untuk volume NaOH dapat dilihat pada Tabel VI.4 sehingga dari hasil yang diperoleh dapat dihitung konsentrasi NaOH yang sebenarnya yaitu sebesar 0,4983 N mendekati dengan konsentrasi larutan NaOH yang diinginkan.

Tabel VI.4
Hasil Standarisasi NaOH dengan Asam Oksalat

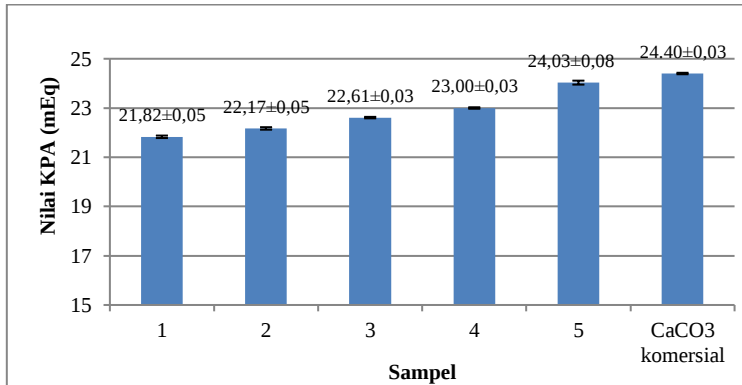
No	Volume Asam Oksalat (ml)	Konsentrasi Asam Oksalat (N)	Volume NaOH (ml)	Konsentrasi NaOH (N)	Rata-rata Normalitas NaOH
1	10,0 ml	0,5 N	10 ml	0,5 N	0,4983 N
2	10,0 ml		10 ml	0,5 N	
3	10,0 ml		10,1 ml	0,495 N	

Pembakuan larutan HCl 1 N menggunakan larutan baku primer Natrium Tetraborat (Boraks) 0,1 N dan Metil Orange sebagai indikator. Pembakuan ini dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan. Setelah titrasi, hasil yang diperoleh untuk volume HCl dapat dilihat pada Tabel VI.5. Sehingga hasil yang diperoleh dapat dihitung konsentrasi HCl yang sebenarnya yaitu sebesar 0,9866 N sesuai dengan larutan HCl yang diinginkan.

Tabel VI.5
Hasil Standarisasi HCl dengan Natrium Tetraborat (Boraks)

No	Volume Boraks (ml)	Konsentrasi Boraks (N)	Volume HCl (ml)	Konsentrasi HCl (N)	Rata-rata Normalitas HCl
1	25 ml	0,1 N	2,6 ml	0,96 N	0,9866 N
2	25 ml		2,5 ml	1 N	
3	25 ml		2,5 ml	1 N	

Nilai pembakuan NaOH dan HCl yang telah didapatkan dimasukkan dalam perhitungan nilai KPA dengan mengurangi mol HCl berlebih yang ditambahkan CaCO_3 dari cangkang telur puyuh dengan mol NaOH yang dibutuhkan pada saat titrasi. Dari hal ini dapat diperoleh sisa kelebihan asam yang merupakan kapasitas penetralan dari CaCO_3 cangkang telur puyuh (Kusumaningtyas, 2012). Perhitungan KPA dapat dilihat dalam Lampiran10. Nilai KPA yang diperoleh dapat dilihat pada Gambar VI.6.



Gambar VI.6 Kapasitas penetralanasam cangkang telur puyuh

Berdasarkan hasil yang didapatkan nilai KPA dari masing-masing memenuhi syarat karena > 5 mEq yang mana menurut FDA (*Food and Drug Administration*) syarat kapasitas penetralan asam dari antasida harus ≥ 5 mEq. Peneliti juga melakukan nilai KPA pada CCC (*Calcium Carbonate Comercial*) dan didapatkan nilai KPA sebesar 24,40 mEq, berdasarkan data hasil KPA cangkang telur puyuh didapatkan nilai KPA tertinggi pada sampel 5 (mesh 100) yaitu sebesar 24,03 mEq yang berarti mendekati dengan nilai KPA CCC (*Calcium Carbonate Comercial*).

Melihat hasil KPA secara berurutan semakin kecil ukuran partikel maka semakin tinggi nilai KPA nya, hal ini dikarenakan semakin kecil ukuran partikel maka semakin luasnya permukaan sehingga meningkatkan besaran area yang mengalami kontak dengan pelarut. Selain itu sesuai dengan kadar CaCO_3 pada cangkang telur puyuh, kadar tertinggi dimiliki oleh sampel yang memiliki ukuran terkecil

yaitu sampel 5 (mesh 100) dengan nilai kadar CaCO_3 sebesar 94,83%. Hal ini berbanding lurus dengan KPA, semakin tinggi kadar CaCO_3 pada serbuk cangkang telur puyuh maka semakin tinggi nilai KPA.

Ukuran distribusi partikel dapat mempengaruhi nilai kadar KPA dalam cangkang telur puyuh, untuk memastikan perbedaan yang signifikan antar tiap sampel maka dilakukan analisis menggunakan SPSS *One Way Anova* dan *Post Hoc Test LSD* (dapat dilihat pada lampiran). Dalam pengujian ANOVA data tersebut harus terdistribusi secara merata dengan nilai signifikan ($P > 0,05$). Data yang digunakan dalam ANOVA memiliki nilai signifikan 0,495, artinya nilai tersebut lebih dari 0,05. Hal ini menunjukkan data tersebut terdistribusi secara merata sehingga dapat dilakukan pengujian *One Way Anova*.

Hasil pengujian ANOVA menggunakan uji F, didapat nilai F hitung 881.933 dengan nilai signifikan 0,00. Pengambilan keputusan didasarkan pada perbandingan F hitung dan F tabel, jika F hitung lebih kecil dari F tabel ($F_{\text{hitung}} < F_{\text{tabel}}$) maka H_0 diterima. Dari hasil ANOVA nilai F hitung lebih besar dari F tabel (3,48) maka H_1 diterima dan H_0 ditolak. Hal ini menunjukkan adanya pengaruh ukuran distribusi partikel cangkang telur puyuh terhadap KPA (kapasitas penetralan asam).

Uji selanjutnya menggunakan LSD, dimana uji LSD bertujuan untuk melihat perbedaan signifikan antar tiap sampel. Hasil uji LSD

menunjukkan perbedaan yang signifikan atau bermakna jika nilai signifikannya ($<0,05$). Dan berdasarkan data, dari setiap sampel memiliki perbedaan yang signifikan, sampel 1 (mesh 20) memiliki perbedaan dengan sampel 2 (mesh 40), 3 (mesh 60), 4 (mesh 80), dan 5 (mesh 100) begitupun sampel lainnya semua memiliki perbedaan yang signifikan. Hal ini menunjukkan bahwa adanya pengaruh ukuran distribusi partikel cangkang telur puyuh terhadap kapasitas penetralan asam karena berdasarkan uji LSD semua data dari masing-masing sampel memiliki perbedaan yang signifikan.

VI.5 Kecepatan Penetralan Asam

Pada penelitian ini dilakukan kecepatan penetralan asam karena kapasitas penetralan asam belum cukup untuk melihat pengaruh ukuran distribusi partikel dari cangkang telur puyuh terhadap penetralan asam selain itu semakin cepat dapat menetralkan asam maka semakin baik efektifitas dari antasid, maka dilakukan kecepatan penetralan asam.

Disiapkan sampel sebanyak 1,250 mg kemudian dimasukkan *beaker glass* 250 ml, jumlah sampel yang digunakan sesuai dengan dosis kalsium karbonat pada sediaan suspensi antasida yaitu 1.250 mg/hari. Sampel diberi larutan aquades sebanyak 70 ml diaduk menggunakan magnetik stirrer pada suhu 37°C kemudian diberi larutan HCl 1 N sebanyak 1,25 ml. Tiap menit di cek pH nya sampai pH stabil setelah di cek tiga kali terakhir. Saat pH sudah stabil menunjukkan bahwa HCl 1 N sudah bereaksi sempurna dengan

CaCO₃ yang terdapat pada sampel. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel VI.6.

Tabel VI.6
Hasil Kecepatan Penetralkan Asam

	Menit	pH
Standar	15	7,74±0,02
sampel	1	7,74±0,02
	2	7,70±0,01
	3	7,65±0,01
	4	7,50±0,02
	5	7,46±0,01

Hasil pengujian kecepatan penetralan asam pada masing-masing sampel secara berurutan yaitu 23', 22', 20', 18', dan 17' terlihat bahwa semakin kecil ukuran partikel maka semakin cepat menetralkan asam karena pada waktu tersebut pH sudah stabil, dimana HCl 1 N sudah bereaksi sempurna dengan CaCO₃ dalam sampel, sedangkan semakin besar ukuran mesh maka semakin lama sampel dapat menetralkan asam karena membutuhkan waktu yang lama sampai pH stabil. Sampel 5 (mesh 100) merupakan nilai kecepatan penetralan asam tercepat dibandingkan sampel lainnya karena hanya membutuhkan 17' sampai pH stabil, hal ini mendekati nilai pada *Calcium Carbonate Comercial* (CCC) yaitu 15'.

Berdasarkan data tersebut, menunjukkan bahwa distribusi ukuran partikel dapat mempengaruhi kecepatan penetralan asam. Hal ini berbanding lurus dengan kapasitas penetralan asam, semakin kecil ukuran partikel maka nilai KPA nya semakin tinggi dan kecepatan penetralan asamnya lebih cepat sebaliknya semakin besar ukuran

partikel, nilai KPA nya lebih rendah dan semakin lambat kecepatan penetralan asamnya.