



## DEKOKSI SEBAGAI ALTERNATIF PEMBUATAN ZAT WARNA INDIGO TARUM AREUY (*Marsdenia tinctoria*) DAN PERANANNYA TERHADAP PEWARNAAN SERAT BERBAHAN DASAR SELULOSA

*Decoction as an Alternative to Producing Indigo Tarum Areuy (Marsdenia tinctoria) Dyes and Its Role on Fiber Coloration from Cellulose*

**Ika Natalia Mauliza\* dan Vita Permata Putri**

Program Studi Kimia Tekstil, Politeknik STTT Bandung  
Jl. Jakarta No. 31 Bandung, Jawa Barat 40272, Indonesia

\*Untuk korespondensi, telp: 0817422262, e-mail : nataliamauliza@gmail.com

Received: May 07, 2019

Accepted: August 18, 2019

Online Published: August 31, 2019

DOI : 10.20961/jkpk.v4i2.29866

### ABSTRAK

Zat warna indigo alam umumnya dibuat dengan cara maserasi–fermentasi selama 24-72 jam berimbas pada produktivitas. Oleh karena itu diperlukan metode ekstraksi yang lebih cepat, melalui cara dekoksi. Pembuatan zat warna indigo tarum areuy yang lebih cepat dilakukan dengan cara dekoksi pada suhu 60°C, 70°C dan 80°C selama 5 menit, 10 menit dan 15 menit. Ekstrak diatur agar mencapai pH 11. Aerasi dilakukan 30 menit kemudian diendapkan selama 24 jam. Zat warna indigo ditentukan *yield*, kemurnian indigo, dan evaluasi mutu hasil pewarnaan menggunakan metode spektrofotometri dan pengujian tahan luntur warna terhadap pencucian. Peningkatan *yield* zat warna indigo terjadi pada suhu 60°C dan 70°C. Pada suhu 80°C, *yield* mengalami penurunan seiring kenaikan waktu dekoksi. Suhu dan waktu dekoksi terbaik terhadap *yield* indigo murni dan mutu hasil pencelupan pada kapas adalah pada suhu 70°C selama 15 menit dengan *yield* sebanyak 3,625 gram per 500 gram daun. Ketuaan warna kain kapas hasil pencelupan mengalami kenaikan seiring dengan kenaikan *yield* dan kemurnian zat warna. Ketuaan warna tertinggi dicapai oleh kain yang dicelup oleh zat warna indigo hasil proses dekoksi pada suhu 70°C selama 15 menit, dengan nilai K/S sebesar 3,8754. Waktu dan suhu ekstraksi tidak berpengaruh terhadap ketahanan luntur pencucian.

**Kata Kunci:** dekoksi, indigo tarum areuy

### ABSTRACT

Indigo natural dyes are generally made by maceration-fermentation for 24-72 hours impacting on productivity. A faster extraction method is needed by decoction methods. The faster production of indigo tarum areuy dyes is done by decoction at temperatures of 60°C, 70°C and 80°C for 5 minutes, 10 minutes and 15 minutes. The extract was adjusted to reach pH 11. Aeration was carried out 30 minutes and then deposited for 24 hours. Indigo dyes are determined yield, purity of indigo, and evaluation of the quality of the staining results using spectrophotometric methods and color fastness testing of washing. Increased yield of indigo dyes occurs at temperatures of 60°C and 70°C. At 80°C, the yield decreases with increasing decoction time. The best temperature and decoction time for pure indigo yield and the quality of the dyeing results in cotton were at 70°C for 15 minutes with a yield of 3.625 grams per 500 grams of leaves. The dyeing color of the cotton fabric has increased along with the increase in yield and the purity of

the dye. The highest color determination is achieved by a cloth dyed by indigo dyes from the decoction process at 70°C for 15 minutes, with a K / S value of 3.8754. The extraction time and temperature did not affect the washing fastness.

**Keywords:** decoction, indigo vines tarum

## PENDAHULUAN

Zat warna indigo merupakan salah satu zat warna alam berwarna biru yang memiliki keunggulan sebagai pewarna tekstil. Zat warna ini memiliki warna yang stabil, tidak larut dalam air, serta memiliki sifat ketahanan luntur warna terhadap pencucian, pengelantangan, dan cahaya sangat tinggi [1]. Tarum areuy atau tarum rambat (*Marsdenia tinctoria*) memiliki kandungan indigo pada daunnya. Tanaman ini banyak ditemukan di Indonesia terutama daerah Jawa dan Sumatera [2]. *Marsdenia tinctoria* berasal dari famili *Asclepiadaceae* yang tumbuh secara merambat. *Marsdenia tinctoria* dapat hidup secara alami pada dataran rendah dan menengah, dapat merambat di bebatuan, semak belukar dan di lahan terbuka.

Pembuatan zat warna alam indigo meliputi ekstraksi, hidrolisis, oksidasi, pengendapan, filtrasi, dan pengeringan [3].

Proses ekstraksi merupakan proses pengambilan substansi dari suatu bahan dengan cara tertentu. Zat warna indigo umumnya diekstrak dengan cara maserasi – fermentasi dari daun segar. Ekstraksi *Strobilanthes flaccidifolius* dan *Indigofera tinctoria* metode maserasi fermentasi dilakukan selama 72 jam untuk menghasilkan indigo dengan jumlah yang optimum [4]. Proses ekstraksi melalui cara maserasi-fermentasi butuh waktu lama dan kurang

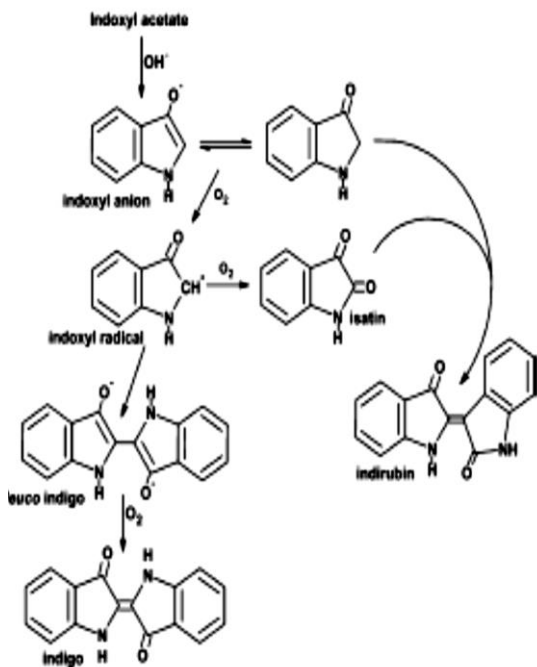
efektif. Oleh karena itu, dilakukan upaya lain untuk menghasilkan zat warna indigo dengan waktu yang lebih singkat pada daun tarum areuy (*Marsdenia tinctoria*)

Prekursor indigo (Indican) bersifat larut dalam air, terekstrak dari daun kemudian dihidrolisis menghasilkan indoxyl yang mudah terlepas, Proses aerasi menyebabkan indoxyl membentuk indigo, yaitu komponen zat warna yang tidak larut dapat mengendap. Perubahan Indican membentuk indoxyl dan glukosa melibatkan enzim  $\beta$ -glucosidase.

Aktivitas enzim  $\beta$ -glucosidase yang dihasilkan dari *Aspergillus niger* dipengaruhi oleh pH, suhu, dan waktu. Hasil uji aktivitas enzim menunjukkan bahwa enzim  $\beta$ -glucosidase efektif bekerja pada pH 3 dan terus mengalami penurunan dengan kenaikan nilai pH. Aktivitas enzim stabil pada suhu kamar hingga suhu 60°C dan terus menurun pada suhu di atas 60°C. Sementara, makin lama waktu fermentasi, aktivitas enzim makin meningkat dan stabil setelah waktu tertentu [6]. Selama proses pengekstraksian indigo dari daun melibatkan reaksi enzimatik, maka ketiga parameter tersebut harus diperhatikan.

Zat warna indigo yang dihasilkan memiliki pengotor pada pasta maupun serbuk zat warnanya. Pengotor-pengotor ini berasal dari kotoran bawaan tanaman penghasil indigo, hasil samping reaksi, maupun senyawa-senyawa yang tertinggal

selama proses pembuatan zat warna. Pengotor-pengotor tersebut harus terlebih dahulu diidentifikasi jumlahnya sehingga menghasilkan nilai kemurnian yang diterapkan pada proses pewarnaan. Metode analisis kuantitatif kemurnian dilakukan melalui metode mikrogravimetri menggunakan pelarut n-methyl pyrrolidone (NMP) [7]. Salah satu penyebab ketidakmurnian adalah hadirnya indirubin selama reaksi pembentukan indigo, seperti terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Pembentukan Indigo dan Indirubin

Pewarnaan menggunakan zat warna alam, banyak dilakukan di industri kecil. Bahan baku kain yang digunakan mayoritas adalah kain kapas (selulosa) yang memiliki sifat daya serap yang sangat baik sehingga nyaman digunakan. Pencelupan zat warna indigo umumnya dilakukan pada kondisi alkali. Zat warna ini memiliki substantivitas terhadap bahan tekstil setelah direduksi menjadi bentuk larut (leuco) [8]. Kain selulosa

memiliki ketahanan terhadap alkali yang sangat baik, sehingga zat warna indigo sangat tepat digunakan untuk kain berbahan dasar selulosa. Berbagai upaya perbaikan untuk proses pewarnaan kain kapas menggunakan zat warna indigo terus menerus dilakukan untuk menunjang keberlanjutan pewarnaan pada kain kapas, contohnya dengan menggunakan berbagai jenis zat pereduksi alam dan sintesis [9] [10], metode pencelupan [11], dan upaya penggunaan kembali zat warna melalui metode recovery [12].

Nazan (2015) melakukan pencelupan menggunakan zat warna indigo yang berasal dari Isatis dan Indigofera. Kain yang dicelup menggunakan zat warna dengan cara dekoksi menunjukkan warna yang lebih tua dibandingkan dengan kain yang dicelup dengan zat warna dari cara maserasi [13].

## METODE PENELITIAN

Penelitian dilakukan di Politeknik STTT Bandung dengan skala laboratorium.

### 1. Alat dan Bahan

Bahan utama yang digunakan untuk penelitian ini antara lain daun tarum areuy yang didapatkan di kawasan perkebunan Ciumbuleuit, Bandung. Bahan lainnya adalah soda kostik (NaOH), N-methyl pyrrolidone (Merck), sodium hidrosulfit, kain kapas (kain selulosa), dan air. Kain kapas memiliki spesifikasi anyaman polos, tetal lusi 115 helai per inch, tetal pakan 55 helai per inch, nomor benang 40 tex, gramasi kain 160 g/m<sup>2</sup>. Alat yang digunakan dalam penelitian ini antara lain bejana, neraca analitik, pH meter, pemanas, aerator, HT dyeing, dan launder-o-meter.

## 2. Persiapan Bahan

Daun tarum areuy dibersihkan kemudian dipotong kecil-kecil. Daun yang digunakan adalah daun segar. Kain kapas terlebih dahulu dihilangkan pengotornya.

## 3. Pembuatan zat warna

Proses dekoksi dilakukan dengan liquor ratio 1:8. Suhu dan waktu ekstraksi divariasikan masing-masing 60, 70, 80°C dan 5, 10, 15 menit. Ekstrak yang didapat kemudian diatur hingga mencapai pH 11 dan diaerasi selama 30 menit. Tahap akhir dilakukan proses pengendapan selama 24 jam untuk menghasilkan pasta zat warna indigo.

## 4. Pengujian Zat Warna

Evaluasi yang dilakukan adalah penentuan *yield* zat warna indigo [14], penentuan kandungan indirubin, dan penentuan kemurnian zat warna menggunakan metode analisis mikrogravimetri [7].

## 5. Pewarnaan pada bahan selulosa

Proses pencelupan dilakukan pada kain kapas. Zat warna indigo sebanyak 2 g/L. Soda kostik dan sodium hidrosulfit ditambahkan dengan perbandingan 1 : 2. Liquor ratio pencelupan 1:20. Pencelupan dilakukan selama 60 menit pada suhu kamar.

## 6. Uji Mutu Hasil Pewarnaan

Penentuan mutu hasil pencelupan pada kain kapas dilakukan melalui metode spektrofotometri dan pengujian tahan luntur warna terhadap pencucian menggunakan launder-O-meter mengacu pada JIS L-0844.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

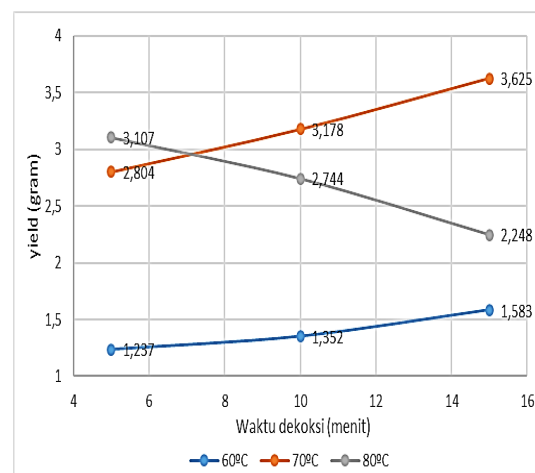
Zat warna indigo yang dihasilkan dari daun tarum areuy berupa zat warna indigo serbuk.

### 1. Yield Zat Warna Indigo

Suhu dan waktu dekoksi berpengaruh terhadap *yield* zat warna indigo seperti terlihat pada Gambar 2.

*Yield* zat warna indigo tertinggi dihasilkan pada suhu 70°C dengan waktu 15 menit yaitu 4,836 gram dan pada proses fermentasi 48 jam menghasilkan *yield* sebanyak 8,816 gram. *Yield* zat warna yang dihasilkan pada suhu 60°C dan 70°C meningkat setiap kenaikan waktu, lain halnya pada suhu 80°C mengalami penurunan pada setiap kenaikan waktu.

Jumlah indigo yang dihasilkan berbanding lurus dengan banyaknya indican yang terekstrak. Adanya enzim  $\beta$ -glukosidase membantu proses hidrolisis indican menjadi indoxyl-indoxyl pembentuk indigo.



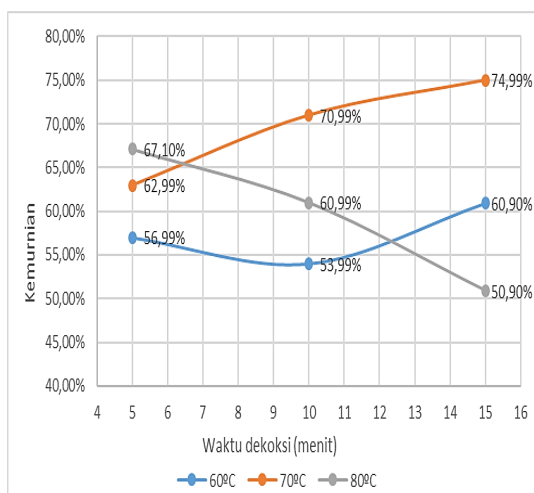
Gambar 2. *Yield* zat warna indigo daun tarum areuy yang dibuat dengan cara dekoksi

Kinerja enzim pada *Marsdenia tinctoria* ini dipengaruhi oleh suhu dan waktu ekstraksi untuk menguraikan indican yang ada pada daun menjadi indoxyl-indoxyl pembentuk indigo. Proses pengekstraksian yang terlalu cepat berdampak pada jumlah indigo yang dihasilkan. Makin cepat proses ekstraksi yang dilakukan, makin sedikit penguraian indican menjadi indoxyl [6].

Pada suhu 80°C *yield* zat warna indigo menurun pada setiap kenaikan waktu. Warna larutan rendaman yang baik menunjukkan warna kehijauan pada air rendaman dan munculnya busa kebiruan di permukaan [5]. Pada suhu 80°C perubahan kondisi tersebut tidak terlihat. Diduga, enzim  $\beta$ -glukosidase mengalami denaturasi, sehingga tidak bekerja secara efektif pada proses pengekstraksian.

## 2. Kemurnian Zat Warna Indigo

Dekoksi daun tarum areuy (*Marsdenia tinctoria*) berperan terhadap kemurnian zat warna indigo yang dihasilkan. Kemurnian zat warna indigo dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Kemurnian zat warna indigo daun tarum areuy yang dibuat dengan cara dekoksi

Hingga suhu 70°C, terjadi peningkatan nilai kemurnian zat warna indigo. Kemurnian tertinggi dicapai oleh hasil dekoksi daun tarum areuy pada suhu 70°C selama 15 menit, yaitu sebesar 74,99%. Pada suhu 80°C, kemurnian zat warna indigo mulai mengalami penurunan.

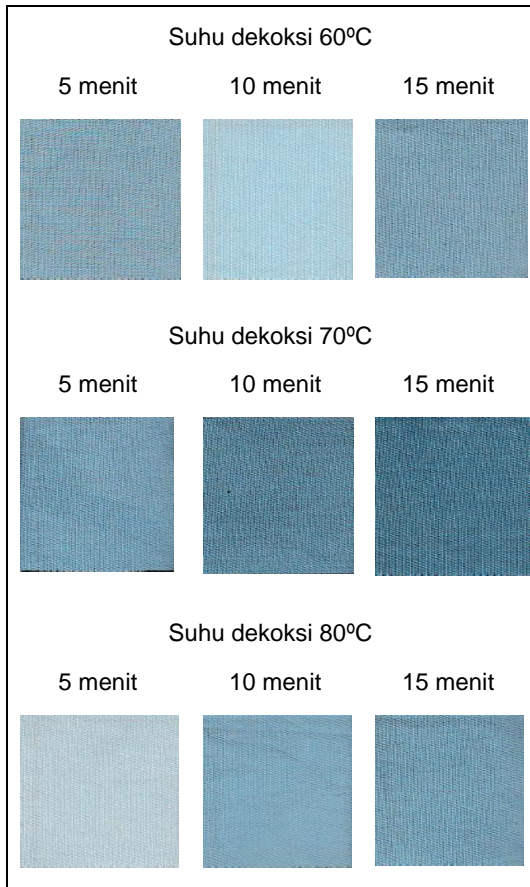
Kemurnian zat warna alam dipengaruhi faktor internal dan eksternal. Faktor internal berasal dari bahan alam, sementara faktor eksternal terjadi akibat paparan maupun kondisi pemrosesan. Pada penelitian ini, kadar indirubin sebagai hasil reaksi samping pembentukan indigo sebagaimana yang terdapat pada Gambar 3 merupakan salah satu faktor eksternal penyebab ketidakmurnian zat warna berhasil diukur. Kandungan indirubin hampir sama di setiap produk zat warna yakni pada kisaran 0,2–0,3 gram. Sementara faktor eksternal berupa suhu. Terlihat pada data kemurnian produk zat warna yang diproses pada 80°C, kemurnian menurun, sementara nilai indirubin tetap. Contohnya berupa wax yang mudah larut pada suhu tinggi dan sulit dipisahkan pada saat filtrasi.

## 3. Mutu Pewarnaan Kapas

Pengujian pewarnaan kapas pada ekstrak daun tarum areuy menghasilkan pewarnaan seperti terlihat pada Gambar 4.

Pada Gambar 4, kain kapas terwarnai oleh zat warna indigo alam yang berasal dari daun tarum areuy. Hasil pewarnaan memperlihatkan intensitas warna yang berbeda. Secara visual, kain yang diwarnai oleh zat warna indigo yang diproduksi melalui metode dekoksi pada suhu 70°C selama 15 menit memiliki warna paling tua.

Hal ini sesuai dengan analisis tingkat kemurnian yang dimiliki oleh zat warna tersebut yang memiliki kemurnian tertinggi.



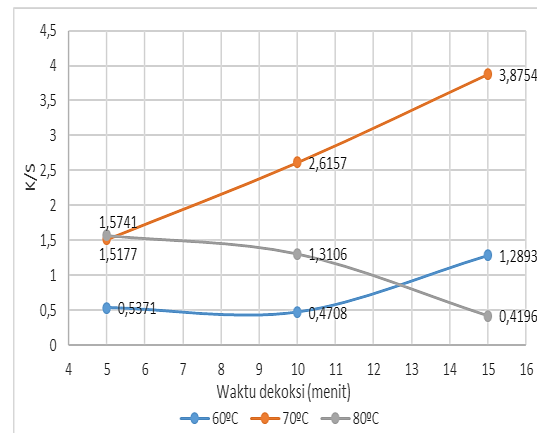
Gambar 4. Kain kapas hasil pewarnaan oleh zat warna indigo daun tarum areuy yang dibuat dengan cara dekoksi

**a. Ketuaan Warna**

Analisis ketuaan warna dilakukan melalui uji spektrofotometri. Variabel uji yang dianalisis yaitu nilai K/S. Makin tinggi nilai K/S, makin tinggi ketuaan warna suatu benda berwarna. Hasil uji ketuaan warna dapat dilihat pada Gambar 5.

Pada Gambar 5, nilai K/S tertinggi dimiliki oleh kain kapas yang diwarnai oleh zat

warna indigo daun tarum areuy hasil proses dekoksi pada suhu 70°C selama 15 menit.



Gambar 5. Ketuaan warna kain kapas yang diwarnai oleh zat warna indigo alam daun tarum areuy hasil proses dekoksi

Banyaknya kandungan indigo murni pada zat warna alam hasil dekoksi tarum areuy berperan secara langsung terhadap ketuaan warna yang dihasilkan. Makin banyak kandungan indigo murni pada larutan pencelupan, makin banyak leuko indigo yang dapat terserap ke dalam serat, makin tua warna hasil pencelupannya. Hal ini sejalan dengan hasil pengujian ketuaan warna. Hasil uji kemurnian pun menyatakan bahwa kemurnian tertinggi dihasilkan oleh zat warna yang dibuat melalui proses dekoksi pada suhu 70°C selama 15 menit. Berdasarkan hasil pewarnaan, metode dekoksi yang tepat berperan dalam menentukan mutu hasil pewarnaan.

**b. Tahan luntur warna terhadap pencucian**

Kain kapas yang telah diwarnai oleh zat warna indigo daun tarum areuy kemudian diuji ketahanan luntur warnanya terhadap pencucian. Hasilnya dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil uji tahan luntur warna terhadap pencucian

Serat	60°C			70°C			80°C		
	5 Menit	10 Menit	15 Menit	5 Menit	10 Menit	15 Menit	5 Menit	10 Menit	15 Menit
Wol	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Akrlilat	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Poliester	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Poliamida	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Kapas	5	5	5	5	5	5	5	5	5
Rayon	5	5	5	5	5	5	5	5	5

Pencelupan kapas menggunakan zat warna indigo memiliki ketahanan luntur warna terhadap pencucian yang sangat baik dilihat dari skala penodaan warna yaitu 5. Berdasarkan skala penodaan, nilai 5 menyatakan nilai penodaan terbaik (tidak ada penodaan sama sekali di kain pelapis). Zat warna indigo memiliki sifat tidak larut dalam air, meskipun ikatan antara zat warna dengan seratnya lemah. Proses uji tahan luntur terhadap pencucian dan proses pencucian pada umumnya menggunakan air sebagai medium pencucian. Adanya air dapat membantu proses pelepasan kotoran melalui pelarutan kotoran. Zat warna indigo tidak memiliki sifat larut dalam air, sehingga berapa besar pun gangguan yang diberikan oleh air tidak menyebabkan zat warna menjadi luntur, sehingga hasil ujinya bernilai sangat baik. Hal ini sesuai dengan karakteristik zat warna indigo yang memiliki ketahanan pencucian tinggi [1].

## KESIMPULAN

Proses dekoksi pada pembuatan zat warna indigo alam dari daun tarum areuy (*Marsdenia tinctoria*) dapat dilakukan dengan mutu zat warna cukup baik. Suhu dan waktu terbaik pada pembuatan zat warna indigo

metode dekoksi daun tarum areuy terhadap *yield* indigo murni dan mutu hasil pencelupan pada kapas adalah pada suhu 70°C selama 15 menit dengan *yield* sebanyak 3,625 gram per 500 gram daun tarum areuy. Ketuaan warna kain kapas yang dicelup oleh zat warna indigo mengalami kenaikan seiring dengan kenaikan *yield* dan kemurnian zat warna. Ketuaan warna tertinggi dicapai oleh kain kapas yang dicelup oleh zat warna indigo hasil proses dekoksi pada suhu 70°C selama 15 menit, dengan nilai K/S sebesar 3,8754. Waktu dan suhu ekstraksi tidak berpengaruh terhadap ketahanan luntur warna terhadap pencucian.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada segenap jajaran manajemen Politeknik STTT Bandung atas izin dan fasilitas yang diberikan untuk penyelenggaraan kegiatan penelitian di Kampus Politeknik STTT Bandung.

## DAFTAR RUJUKAN

- [1] S. Benkhaya, S. El Harfi, and A. El Harfi, "Classifications , properties and applications of textile dyes : A review," *Appl. J. Environ. Eng. Sci.*, vol. 3, no. March 2018, pp. 311–320, 2017.

- [2] C. J. Cooksey, "Indigo: an annotated bibliography.," *Biotech. Histochem.*, vol. 82, no. 2, pp. 105–125, 2007.
- [3] T. Bechtold, A. Turcanu, S. Geissler, and E. Ganglberger, "Process balance and product quality in the production of natural indigo from *Polygonum tinctorium* Ait. applying low-technology methods," *Bioresour. Technol.*, vol. 81, no. 3, pp. 171–177, 2002.
- [4] W. S. Laitonjam and S. D. Wangkheirakpam, "Comparative study of the major components of the indigo dye obtained from *Strobilanthes flaccidifolius* Nees. and *Indigofera tinctoria* Linn.," *Int. J. Plant Physiol. Biochem.*, vol. 3(7), no. July, pp. 108–116, 2011.
- [5] T. Bechtold, R. Mussak, and Wiley InterScience (Online service), "Handbook of natural colorants," p. 412, 2009.
- [6] J. Song, H. Imanaka, K. Imamura, K. Kajitani, K. Nakanishi, and J. B. I. B. loeng, "Development of a highly efficient indigo dyeing method using indican with an immobilized  $\beta$  - glucosidase from *Aspergillus niger*," *JBIOSC*, vol. 110, no. 3, pp. 281–287, 2010.
- [7] P. Garcia-Macias and P. John, "Formation of natural indigo derived from woad (*Isatis tinctoria* L.) in relation to product purity.," *J. Agric. Food Chem.*, vol. 52, no. 26, pp. 7891–7896, 2004.
- [8] A. D. Broadbent, "Basic Principles of Textile Coloration 2001 Society of Dyers and Colourists," *Soc. Dye. Colour.*, 2001.
- [9] Z. Motaghi, "The Comparison between a Natural Reducing Agent and Sodium Dithionite in Vat, Indigo and Sulphur Dyeing on Cotton Fabric," *Adv. Mater. Res.*, vol. 441, pp. 207–211, 2012.
- [10] N. Meksi, M. Kechida, and F. Mhenni, "Cotton dyeing by indigo with the borohydride process: Effect of some experimental conditions on indigo reduction and dyeing quality," *Chem. Eng. J.*, vol. 131, no. 1–3, pp. 187–193, 2007.
- [11] M. Ben Ticha, N. Meksi, N. Drira, M. Kechida, and M. F. Mhenni, "A promising route to dye cotton by indigo with an ecological exhaustion process: A dyeing process optimization based on a response surface methodology," *Ind. Crops Prod.*, vol. 46, pp. 350–358, 2013.
- [12] V. Buscio, M. Crespi, and C. Gutiérrez-Bouzán, "Sustainable dyeing of denim using indigo dye recovered with polyvinylidene difluoride ultrafiltration membranes," *J. Clean. Prod.*, vol. 91, pp. 201–207, 2015.
- [13] N. Comlekcioglu, L. Efe, and S. Karaman, "Extraction of indigo from some *Isatis* species and dyeing standardization using low-technology methods," *Brazilian Arch. Biol. Technol.*, vol. 58, no. 1, pp. 96–102, 2015.
- [14] A. Teanglum, S. Teanglum, and A. Saithong, "Selection of indigo plant varieties and other plants that yield indigo dye," *Procedia Eng.*, vol. 32, pp. 184–190, 2012.