

## **Pemanfaatan Cangkang Telur sebagai Biokoagulan Limbah Cair Amoksisilin dengan Pendekatan *Response Surface Methodology***

**Anggi Gumilar\*, Aulia Yasmin Danuwinata, Slamet Ibrahim**

Fakultas Farmasi, Universitas Jenderal Achmad Yani, Cimahi, Indonesia

\*Email korespondensi : [anggi.gumilar@lecture.unjani.ac.id](mailto:anggi.gumilar@lecture.unjani.ac.id)

Doi: 10.30867/jifs.v6i1.1070

### **ABSTRAK**

Limbah cair amoksisilin berpotensi memicu resistensi antibiotik sehingga memerlukan pengolahan yang aman. Cangkang telur yang kaya kalsium karbonat dapat dimanfaatkan sebagai biokoagulan alternatif pengganti koagulan kimia yang berpotensi toksik. Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimasi suhu dan waktu pemanasan cangkang telur sebagai biokoagulan pada pengolahan limbah cair amoksisilin menggunakan pendekatan *Response Surface Methodology* (RSM). Desain percobaan menggunakan *Central Composite Design* (CCD) dengan 13 titik percobaan untuk menguji dua variabel bebas, yaitu suhu dan waktu pemanasan. Serbuk cangkang telur hasil pemanasan diaplikasikan pada limbah buatan amoksisilin melalui pengadukan 150 rpm selama 15 menit dan waktu pengendapan 30 menit. Variabel respon yang dianalisis meliputi penurunan kadar amoksisilin menggunakan spektrofotometri UV-Vis, *Total Dissolved Solids* (TDS), dan *Total Suspended Solids* (TSS), serta uji Kromatografi Lapis Tipis (KLT) untuk mengonfirmasi pemecahan cincin  $\beta$ -laktam. Hasil analisis RSM menunjukkan bahwa pemanfaatan cangkang telur sebagai biokoagulan mencapai kondisi optimum pada suhu pemanasan 662 °C selama 6,6 jam. Pada kondisi tersebut hasil KLT menunjukkan bahwa tidak terdapat amoksisilin dalam limbah, serta memprediksi penurunan TDS hingga 1.342  $\mu\text{g/mL}$  dan TSS sebesar 211  $\mu\text{g/mL}$ . Hal ini menegaskan bahwa perlakuan termal pada cangkang telur terbukti efektif meningkatkan kinerjanya sebagai biokoagulan limbah cair amoksisilin.

**Kata kunci:** Limbah,  $\beta$ -Laktam, Cangkang Telur, RSM

### **ABSTRACT**

Amoxicillin wastewater has the potential to trigger antibiotic resistance, thus requiring safe treatment. Eggshells, which are rich in calcium carbonate, can be utilized as an alternative biocoagulant to replace potentially toxic chemical coagulants. This study aims to optimize the heating temperature and time of eggshells as a biocoagulant in amoxicillin wastewater treatment using the Response Surface Methodology (RSM) approach. The experimental design employed a Central Composite Design (CCD) with 13 experimental runs to evaluate two independent variables: heating temperature and time. The thermally treated eggshell powder was applied to synthetic amoxicillin wastewater at a stirring speed of 150 rpm for 15 minutes, followed by a settling time of 30 minutes. The response variables analyzed included the reduction in amoxicillin concentration using UV-Vis spectrophotometry, Total Dissolved Solids (TDS), and Total Suspended Solids (TSS), alongside Thin-Layer Chromatography (TLC) analysis to confirm the cleavage of the  $\beta$ -lactam ring. The RSM analysis revealed that the optimum conditions for utilizing eggshells as a biocoagulant were achieved at a heating temperature of 662 °C for 6.6 hours. Under these conditions, the TLC results indicated the complete absence of amoxicillin in the wastewater, with a predicted reduction of TDS up to 1,342  $\mu\text{g/mL}$  and TSS by 211  $\mu\text{g/mL}$ . This confirms that the thermal treatment of eggshells effectively enhances their performance as a biocoagulant for amoxicillin wastewater.

**Keywords :** Waste,  $\beta$ -Lactam, Chicken Eggshell, Optimization, RSM

## **PENDAHULUAN**

Limbah merupakan masalah yang selalu ada dalam setiap industri. Industri farmasi merupakan salah satu penghasil limbah yang memiliki karakteristik beracun dan berbahaya bagi lingkungan karena dapat menyebabkan kerusakan serius terutama pada air permukaan. Limbah yang dihasilkan oleh industri farmasi diperoleh dari proses pencucian bahan hingga pembuatan obat. Senyawa aktif yang terdapat dalam limbah industri farmasi seperti analgesik, antibiotik, antiseptik, hormon dan kemoterapi yang terdeteksi di aliran air limbah dan sumber air tanah menimbulkan kekhawatiran terpengaruhnya kesehatan masyarakat sekitar yang memanfaatkan sumber air tersebut. Salah satu

antibiotik yang biasa diproduksi adalah antibiotik  $\beta$ -laktam. Resistensi terhadap antibiotik  $\beta$ -laktam terjadi akibat terhidrolisisnya cincin  $\beta$ -laktam yang dapat menghentikan aktivitas antibiotik tersebut (Bush and Bradford, 2016). Air limbah yang dibuang ke lingkungan tanpa adanya pengolahan yang sesuai akan berdampak jangka panjang pada kualitas hidup lingkungan sekitarnya, sehingga pengendalian kualitas air limbah diperlukan agar dampak yang ditimbulkan dapat diperkecil (Rimantho dan Athiyah, 2019).

Pemutusan cincin  $\beta$ -laktam pada Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL) biasanya menggunakan hidrolisis basa kuat seperti NaOH hingga pH 12, kemudian dinetralkan kembali menggunakan asam kuat HCl. Selain menggunakan NaOH, pemecahan cincin  $\beta$ -laktam juga dapat menggunakan natrium karbonat ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) atau koagulan kimia seperti polialumunium klorida (PAC), alumunium sulfat  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ , dan kalsium hipoklorit  $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ . Namun, zat-zat kimia tersebut dapat menimbulkan pencemaran sekunder bagi lingkungan dan meningkatkan biaya operasional pengolahan (Cahyana dkk., 2021). Pendekatan pengolahan limbah yang sejalan dengan prinsip *Green Chemistry* sangat diperlukan untuk meminimalisasi penggunaan reagen toksik. Oleh karena itu, diperlukan alternatif biokoagulan yang lebih aman, ramah lingkungan, dan terbarukan, salah satunya adalah pemanfaatan cangkang telur ayam.

Cangkang telur ayam merupakan limbah domestik yang ketersediaannya melimpah. Komposisi mineral tertinggi pada cangkang telur adalah kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa cangkang telur dapat dimanfaatkan sebagai koagulan alternatif yang mampu menurunkan turbiditas air sungai Citarum hulu sebesar 87% dengan pH akhir berkisar 8,26–8,52 (Hanifah et al., 2020). Komposisi mineral tertinggi pada cangkang telur adalah kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ). Meskipun demikian, penelitian yang mengaplikasikan cangkang telur secara spesifik sebagai agen hidrolisis pemutus cincin  $\beta$ -laktam pada limbah cair amoksisilin masih sangat terbatas. Hal ini menjadi celah penelitian (research gap) yang penting untuk dieksplorasi. Kelemahan cangkang telur adalah reaktivitasnya yang rendah. Untuk meningkatkan efektivitasnya dalam memecah cincin  $\beta$ -laktam, cangkang telur perlu dikalsinasi agar kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) terdekomposisi menjadi kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) yang memiliki sifat basa lebih kuat dan situs aktif yang lebih luas (Setiyawan dkk., 2021). Keberhasilan proses kalsinasi ini sangat bergantung pada dua faktor utama: suhu dan waktu pemanasan. Suhu yang terlalu rendah atau waktu yang terlalu singkat menyebabkan konversi  $\text{CaCO}_3$  tidak sempurna, sedangkan suhu yang terlalu tinggi dapat menyebabkan *sintering* (penurunan luas permukaan) dan pemborosan energi. Oleh karena itu, kedua variabel ini dipilih sebagai faktor utama yang harus dioptimasi.

Metode optimasi konvensional tidak mampu mengevaluasi efek interaksi antara suhu dan waktu secara bersamaan. Oleh karena itu, penelitian ini menggunakan *Response Surface Methodology* (RSM) dengan desain *Central Composite Design* (CCD). RSM sangat penting digunakan karena mampu memodelkan interaksi antarvariabel secara matematis, menghemat jumlah percobaan, dan secara presisi menentukan titik kondisi operasi yang paling efektif. Penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi kemampuan cangkang telur sebagai biokoagulan dalam memecah cincin  $\beta$ -laktam pada limbah cair amoksisilin, serta menentukan kondisi optimum suhu dan waktu pemanasan cangkang telur menggunakan RSM. Keberhasilan pemutusan cincin  $\beta$ -laktam dianalisis secara kualitatif menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT), sedangkan metode gravimetri diterapkan untuk mengukur TDS dan TSS.

## METODE PENELITIAN

### Alat

Alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu cawan penguap, krus porselen, spatula, blender, neraca analitik, oven, tanur, alat-alat gelas, mortir dan stamper, kuvet, magnetic stirrer, chamber, plat KLT silika gel 60 F254, corong buchner dan pompa vakum.

## **Bahan**

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu Aquadest, Gas CO<sub>2</sub>, Natrium Hidroksida (NaOH) p.a., Amoksisilin BPFI, Kertas Saring Whatman no.41, Natrium bikarbonat (NaHCO<sub>3</sub>), Etil asetat, Asam asetat (CH<sub>3</sub>COOH).

## **Sampel**

Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah limbah cangkang telur ayam yang diperoleh dari pedagang nasi goreng di sekitar kampus Universitas Jenderal Achmad Yani. Sampel limbah diperoleh dari limbah domestik di sekitar kampus kemudian sengaja ditambahkan bahan baku amoksisilin.

## **Tahapan/Jalannya Penelitian**

### **Perancangan Desain Percobaan RSM**

Perancangan desain pada penelitian ini menggunakan perangkat lunak Minitab versi 21 dengan metode *Central Composite Design* (CCD). Data yang didapatkan berupa 13 titik percobaan dengan variabel yang digunakan yaitu waktu pemanasan dan suhu pemanasan cangkang telur seperti tertera pada tabel 1.

### **Preparasi Cangkang Telur**

Cangkang telur dibersihkan dengan air dan dipisahkan dari bagian lunaknya, kemudian dikeringkan dalam oven dengan suhu 105°C Selama 30 menit untuk mengeringkan dan mempermudah penggilingan. Dimasukkan cangkang telur ke dalam blender hingga halus, apabila masih kurang halus, dapat digerus kembali menggunakan mortir. Sampel cangkang telur yang telah halus dimasukkan kedalam tanur dengan waktu dan suhu sesuai hasil penentuan 13 titik percobaan dalam Tabel 1.

### **Pengaplikasian sampel uji dengan limbah β-Laktam**

Cangkang telur yang telah dipanaskan dengan suhu dan waktu yang telah ditentukan pada Tabel 1 selanjutnya ditimbang sebanyak 3 g dan dimasukkan ke dalam sampel limbah dengan pengadukan 150 rpm selama 15 menit sambil dialiri oleh gas CO<sub>2</sub>. Setelah selesai sampel didiamkan selama 30 menit. Filtrat kemudian diambil dan dilakukan beberapa pengujian.

### **Pengukuran TDS**

Kertas saring dimasukkan ke dalam corong buchner kemudian dibilas menggunakan air suling berlebih, vakum hingga sisa air menghilang. Sejumlah sampel dimasukkan kemudian vakum hingga mengering. Filtrat hasil penyaringan ditampung kemudian diambil sebanyak 25 mL kedalam cawan porselen yang telah memiliki bobot tetap. Cawan porselen yang berisi filtrat kemudian diuapkan diatas waterbath hingga semua teruapkan. Dimasukkan cawan porselen kedalam oven pada suhu 180°C selama ±1 jam, kemudian ditimbang. Perlakuan diulang hingga didapatkan bobot yang tetap (Baird et al., 2017). Nilai TDS harus kurang dari 1000 mg/L (Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan Dan Pengelolaan Lingkungan Hidup, 2021).

### **Pengukuran TSS**

Kertas saring yang telah diketahui bobot tetapnya dimasukkan kedalam corong buchner kemudian dibilas menggunakan air suling berlebih, vakum hingga sisa air menghilang. Dimasukkan sejumlah sampel kemudian vakum hingga mengering. Kertas saring dimasukkan kedalam cawan porselen kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 103°C-105°C selama ±1 jam, kemudian

ditimbang. Perlakuan diulang kembali hingga didapatkan bobot yang tetap. Apabila hasil penimbangan kurang dari 2,5 mg volume sampel dapat diperbesar hingga 1000 mL (Baird et al., 2017). Nilai TSS sesuai kelas peruntukan air, yaitu  $\leq 50$  mg/L untuk kelas 1 dan 2 serta  $\leq 400$  mg/L untuk kelas 3 dan 4 (Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan Dan Pengelolaan Lingkungan Hidup, 2021).

### Kromatografi Lapis Tipis

Analisis dilakukan menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis mengacu pada Farmakope Indonesia Edisi VI dengan modifikasi. Chamber dijenuhkan menggunakan fase gerak etil asetat–air–asam asetat (60:20:20) selama 30 menit. Plat silika gel GF254 diberi garis batas bawah (1 cm) dan batas atas (0,5 cm dari tepi atas). Larutan sampel dan larutan pembanding amoksisilin dibuat dengan konsentrasi 0,2% menggunakan pelarut natrium bikarbonat 2%. Masing-masing larutan ditotolkan pada garis batas bawah, kemudian dikeringkan. Plat dimasukkan ke dalam chamber dan dielusi hingga fase gerak mencapai batas atas. Plat kemudian dikeluarkan, dikeringkan, dan diamati di bawah lampu UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm. Tujuan pengujian ini adalah untuk mengidentifikasi keberadaan amoksisilin dalam sampel air limbah berdasarkan kesesuaian nilai Rf dan pola bercak antara sampel dan larutan pembanding (Depkes RI, 2020).

### Analisis Respon

Setelah dilakukan beberapa percobaan pada 13 titik pengujian, didapatkan data TDS, dan TSS. Data tersebut kemudian diolah menggunakan perangkat lunak Minitab versi 21 menghasilkan model persamaan regresi linear.

**Tabel 1.** Matriks Eksperimen RSM

Perlakuan ke-	Faktor Kode		Faktor Aktual	
	X <sub>1</sub>	X <sub>2</sub>	Suhu (°C)	Waktu (Jam)
1	-1	-1	300	3
2	-1.41421	0	238	4.5
3	1	-1	600	3
4	1.41421	0	662	4.5
5	1	1	600	6
6	0	0	450	4.5
7	0	0	450	4.5
8	0	-1.41421	450	2.4
9	0	0	450	4.5
10	-1	1	300	6
11	0	0	450	4.5
12	0	0	450	4.5
13	0	1.41421	450	6.6

Keterangan:

X<sub>1</sub>=Kode variabel suhu

X<sub>2</sub>=Kode variabel waktu

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini, karakterisasi instrumen (seperti XRD atau SEM) pada serbuk cangkang telur tidak dilakukan secara langsung karena keterbatasan fasilitas. Namun, mengacu pada penelitian sebelumnya (Razali et al., 2022) dan (Nagalakshmi et al., 2022) yang mengkarakterisasi cangkang telur ayam akibat perlakuan termal, dekomposisi kalsium karbonat ( $\text{CaCO}_3$ ) menjadi kalsium oksida ( $\text{CaO}$ ) terbukti mulai terinisiasi pada rentang suhu 600–700 °C. Analisis termal (TGA) pada literatur tersebut menunjukkan bahwa pada rentang suhu ini terjadi degradasi komponen organik secara signifikan. Selain itu, hasil pengujian FTIR dan XRD mengonfirmasi awal mula terjadinya transformasi fase yang ditandai dengan terbentuknya ikatan struktur kristal Ca-O. Hilangnya zat organik dan awal transformasi fase ini memicu peningkatan porositas dan luas permukaan secara drastis, yang secara empiris mengonfirmasi peningkatan sifat basa dan reaktivitas cangkang telur sebagai biokoagulan meskipun pemanasan tidak dilakukan hingga 900 °C.

Pada perancangan desain percobaan RSM terdapat tiga level rancangan penelitian dalam RSM, yaitu *low* (-1), *central* (0), dan *high* (+1). Level *central* (0) adalah nilai tengah yang diharapkan. Level *low* merupakan nilai batas bawah dan level *high* merupakan nilai batas atas. Nilai rotabilitas ( $\alpha$ ) merupakan nilai yang jauh dari nilai tengahnya. Nilai rotabilitas didapatkan berdasarkan rumus  $\alpha = 2k/4$  dimana k merupakan jumlah variabel bebas yang digunakan (Montgomery, 2017; Myres et al., 2002).

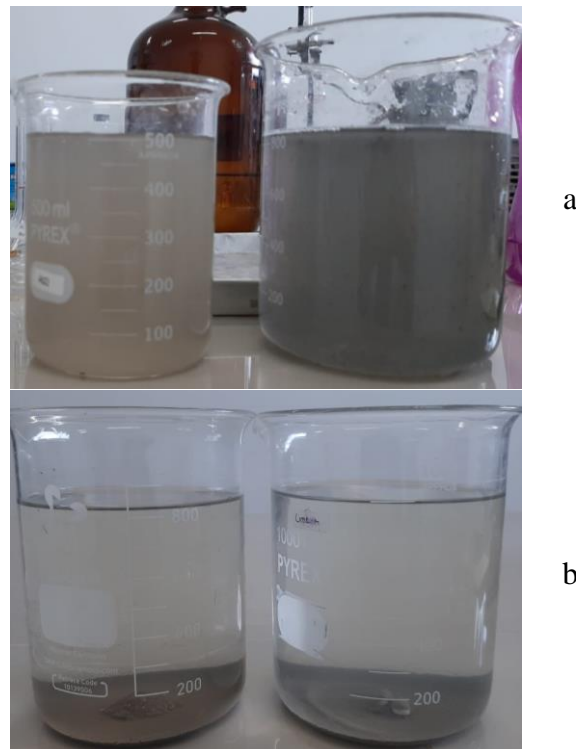
Pemutusan cincin  $\beta$ -laktam dapat terjadi pada kondisi pH ekstrem, baik dalam suasana asam maupun basa. Pada kondisi asam, protonasi atom nitrogen pada cincin  $\beta$ -laktam meningkatkan kerentanan terhadap serangan nukleofil, sehingga cincin mudah terhidrolisis. Sementara itu, pada kondisi basa (pH 9–10), ion hidroksida ( $\text{OH}^-$ ) bertindak sebagai nukleofil kuat yang menyerang atom karbon karbonil pada cincin  $\beta$ -laktam, menyebabkan pembukaan cincin secara lebih efektif (De Rosa et al., 2021). Analisis menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dalam penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi keberadaan amoksisilin yang masih memiliki struktur cincin  $\beta$ -laktam (senyawa utuh) dalam sampel limbah. Senyawa pembanding yang digunakan adalah Amoksisilin natrium BPF1. Hasil pengamatan menunjukkan bahwa larutan pembanding menghasilkan bercak yang terdeteksi jelas di bawah sinar UV 254 nm dan 366 nm, sedangkan pada sampel limbah tidak ditemukan bercak pada posisi Rf yang bersesuaian seperti tertera pada gambar 1.



**Gambar 1.** Hasil pengamatan KLT dibawah sinar UV 254 nm dan 365 nm

Keterangan:

- a. Pembanding amoksisilin dibawah sinar UV 254 nm
- b. Sampel uji dibawah sinar UV 254 nm
- c. Pembanding amoksisilin dibawah sinar UV 365 nm
- d. Sampel uji dibawah sinar UV 365 nm



**Gambar 2.** Kondisi limbah sebelum (a) dan sesudah perlakuan koagulasi (b)

Hasil proses koagulasi menggunakan biokoagulan dari cangkang telur menunjukkan perubahan visual yang signifikan, ditandai dengan terbentuknya endapan (flok) di bagian dasar dan peningkatan kejernihan supernatan. Kondisi ini mengindikasikan terjadinya penurunan kandungan padatan tersuspensi (TSS) dan sebagian padatan terlarut (TDS).

Penentuan TDS dan TSS dalam penelitian ini bertujuan untuk mengevaluasi efektivitas pengolahan limbah menggunakan cangkang telur dalam menurunkan kandungan padatan terlarut dan tersuspensi. Penurunan nilai TDS dan TSS pada Tabel 2 menunjukkan adanya proses koagulasi–flokulasi. Pemanasan cangkang telur menghasilkan CaO yang bereaksi dengan air membentuk  $\text{Ca(OH)}_2$  sehingga meningkatkan pH dan mendestabilisasi partikel koloid. Pengaliran  $\text{CO}_2$  selanjutnya membentuk  $\text{CaCO}_3$  yang berperan sebagai inti flok, sehingga partikel tersuspensi dan sebagian zat terlarut dapat teradsorpsi dan mengendap. Mekanisme ini sejalan dengan penelitian sebelumnya yang melaporkan efektivitas material berbasis kalsium dalam proses koagulasi–flokulasi (Hanifah dkk., 2020).

**Tabel 2.** Data Hasil Analisis 13 Titik Percobaan

No	Suhu (°C)	Waktu (Jam)	TDS (µg/mL)	TSS (µg/mL)	pH
1	300	3	2700	238	7,91
2	238	4.5	2830	259	7,21
3	600	3	1185	179	8,25
4	662	4.5	1730	145	8,86
5	600	6	1905	160	8,44
6	450	4.5	2285	190	7,45
7	450	4.5	2285	198	8,00
8	450	2.4	2230	221	7,98
9	450	4.5	2155	195	7,98
10	300	6	2200	220	7,93
11	450	4.5	2230	195	7,96
12	450	4.5	2260	189	7,99
13	450	6.6	2045	188	8,18

Uji kesesuaian model dilakukan untuk menguji apakah model sudah sesuai yang memiliki arti tidak adanya perbedaan antara hasil observasi dengan kemungkinan hasil prediksi model. Kebenaran dalam uji kesesuaian model menunjukkan kemampuan analisis RSM memprediksi respons dari data. Uji kesesuaian model dapat dilakukan dengan uji koefisien determinasi dan uji *Lack of Fit* (Anwar dkk., 2021).

Uji koefisien determinasi digunakan untuk mengetahui kemampuan model dalam menerangkan variable terikat atau respons. Parameter uji koefisien ditunjukkan dalam nilai  $R^2$ . Nilai  $R^2$  akan semakin baik apabila mendekati angka 1 (Syafaat, 2016).

Nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ) 94,99 (0,9499) pada TDS dan 97,11 (0,9711) pada TSS. Berdasarkan nilai koefisien determinasi tersebut, seluruh variabel bebas (Y) yaitu suhu dan waktu memiliki pengaruh yang besar terhadap variable terikat kadar amoksisilin, TDS dan TSS.

Uji *lack of fit* dilakukan untuk melihat ada atau tidaknya penyimpangan pada model. Parameter penilaian yang dilihat dalam uji *lack of fit* adalah Nilai p-value. Apabila tidak terjadi penyimpangan maka nilai p-value akan  $\geq 0,05$  dan jika terdapat penyimpangan maka nilai p-value  $< 0,05$ . Nilai p-value pada TDS (0,084) dan TSS (0,055) yang berarti tidak adanya penyimpangan karena nilainya lebih besar dari derajat signifikansi dan dapat dikatakan bahwa model telah sesuai.

Sebuah model matematika dapat diperoleh dari hasil pengolahan data RSM yang digunakan untuk memprediksi penurunan kadar amoksisilin, nilai TDS dan TSS (Y) yang dihasilkan dari suhu ( $X_1$ ) dan waktu ( $X_2$ ). Model persamaan regresi optimal yang dihasilkan adalah:

(1)  $Y_2 = -1032 + 5,02 X_1 + 65 X_2 - 0,00057 X_1^2 + 25,9 X_2^2 - 0,517 X_1 X_2$

(2)  $Y_3 = -42,3 + 0,361 X_1 + 24,7 X_2 - 0,000147 X_1^2 - 2,02 X_2^2 + 0,0011 X_1 X_2$

dengan:

$Y_2$  = TDS

$Y_3$  = TSS

$X_1$  = Suhu (°C)

$X_2$  = Waktu (Jam)

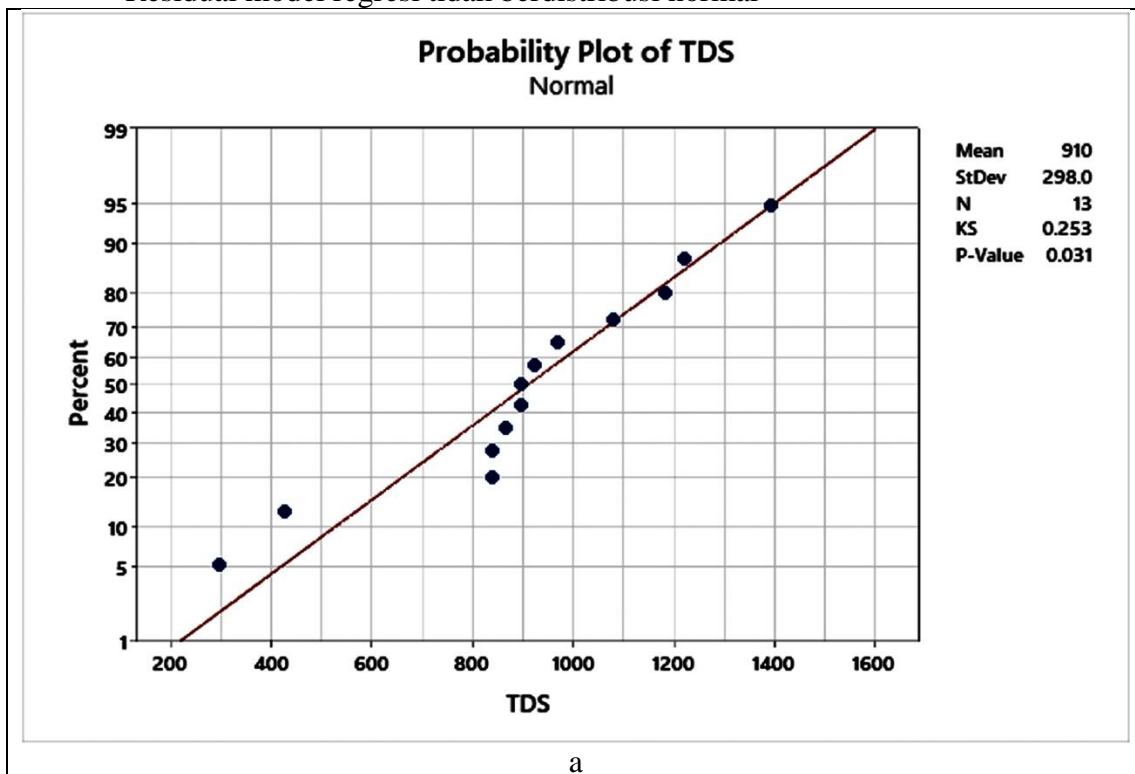
Hasil persamaan (1) menunjukkan bahwa suhu dan waktu pemanasan akan memperbesar penurunan kadar TDS. Suhu kuadrat akan memperkecil penurunan kadar TDS. Waktu pemanasan kuadrat akan memperbesar penurunan kadar TDS. Pada interaksi suhu dan waktu pemanasan akan memperkecil TDS.

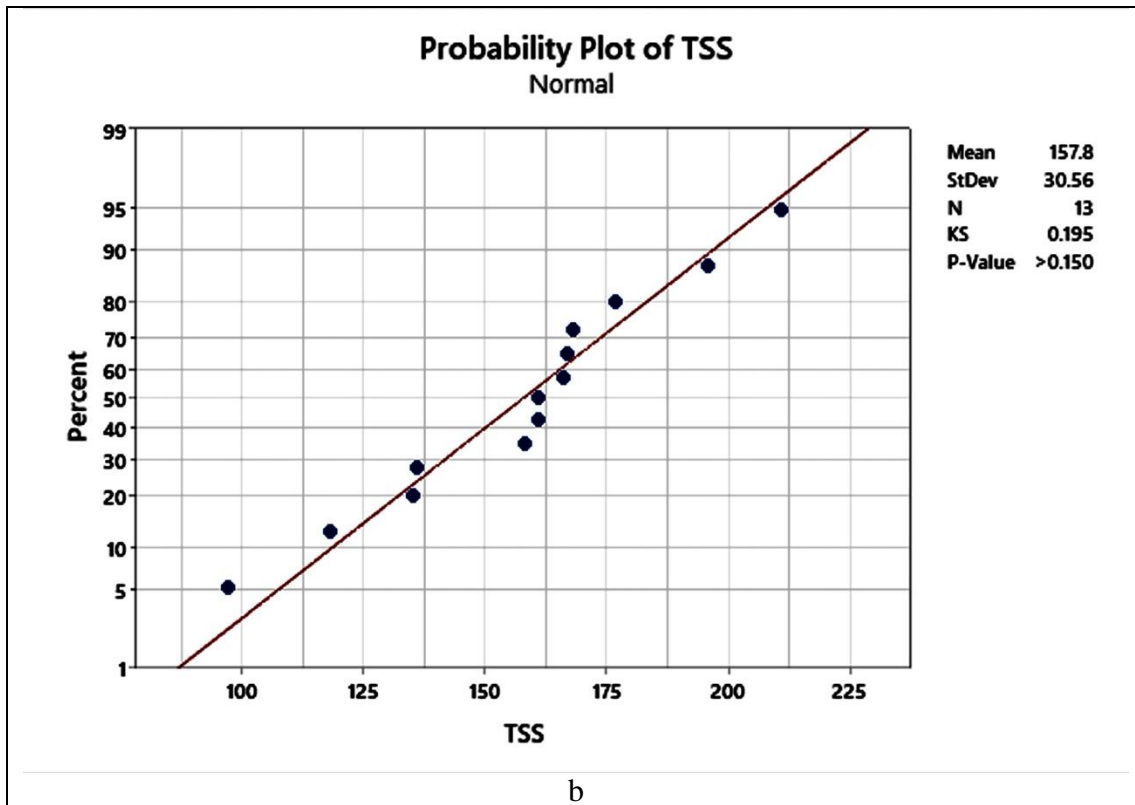
Hasil persamaan (2) menunjukkan bahwa suhu dan waktu pemanasan akan memperbesar penurunan kadar TSS. Suhu kuadrat dan waktu pemanasan kuadrat akan memperkecil penurunan kadar TSS. Pada interaksi suhu dan waktu pemanasan akan memperbesar penurunan kadar TSS.

Uji normalitas dapat dilakukan dengan membuat plot antara residual dengan nilai probabilitas normal. Uji normalitas yang digunakan pada penelitian ini menggunakan uji Kolmogorov-Smirnov seperti pada gambar 3 dengan hipotesis:

H0 = Residual model regresi berdistribusi normal

H1 = Residual model regresi tidak berdistribusi normal

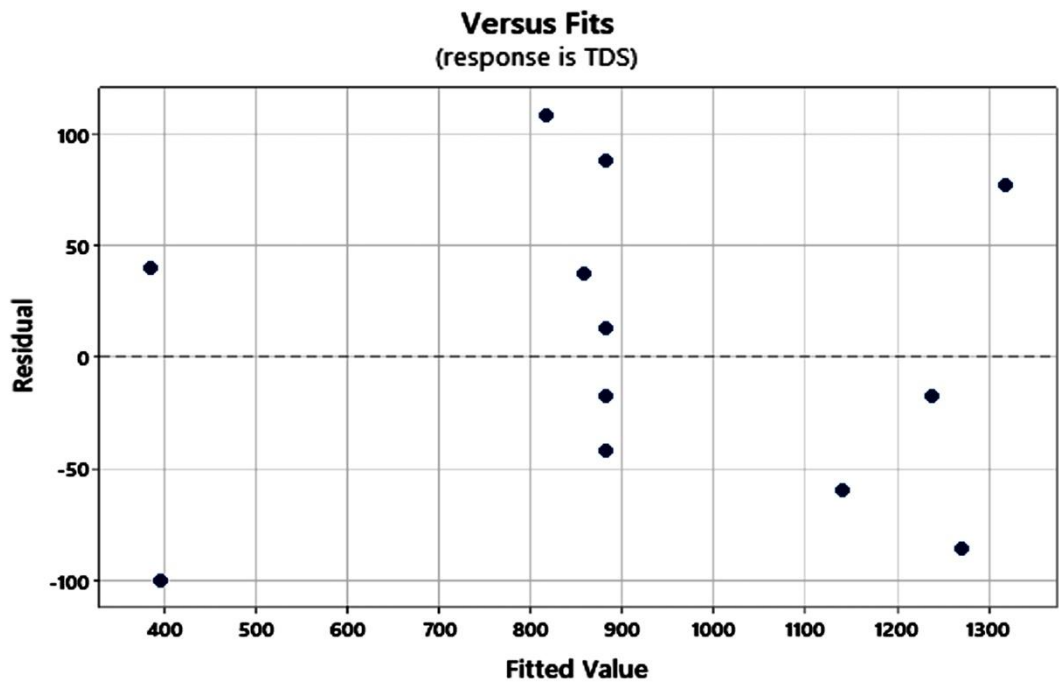




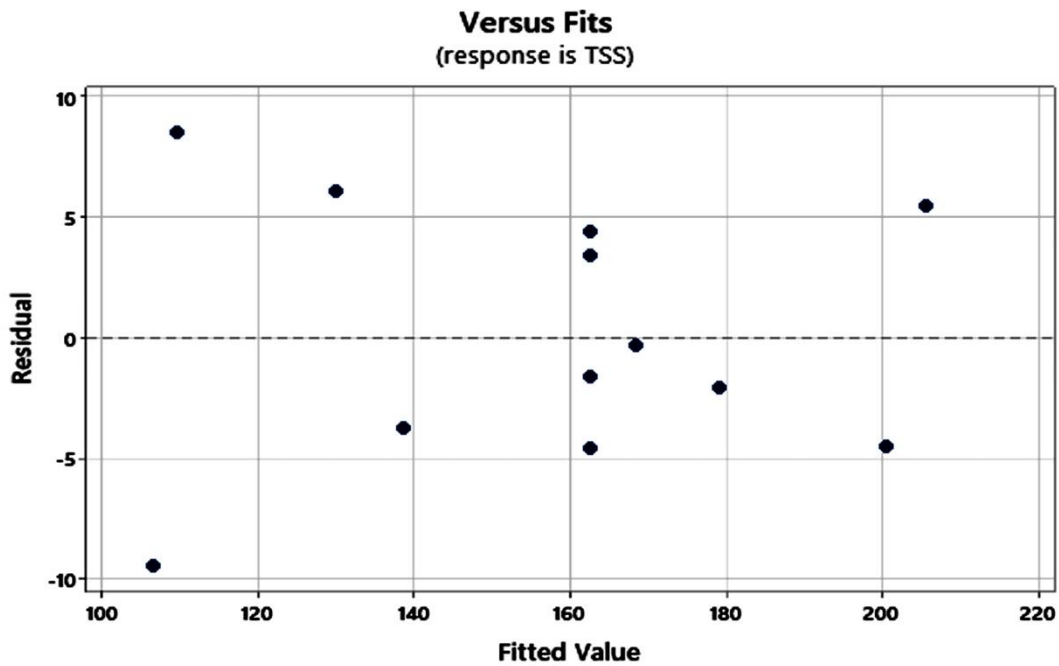
Gambar 3. Hasil Uji Distribusi Normal Kolmogorov-Smirnov (a) TDS (b) TSS

Kurva distribusi normal ditandai dengan kurva yang berbentuk simetris. Plot normal residual menunjukkan sebaran titik-titik residual berada disekitar garis diagonal. Hal tersebut menunjukkan bahwa residual berdistribusi normal. Hasil uji Kolmogorov-Smirnov menunjukkan nilai statistik  $KS_{hitung}$  adalah 0,195. Nilai statistik  $KS_{tabel}$  untuk derajat signifikansi  $\alpha = 5\%$  dengan jumlah pengamatan sebanyak 13 adalah 0,361.  $H_0$  akan diterima jika  $KS_{hitung} < K_{Stabel}$ . Hasil pengujian ini dapat disimpulkan bahwa residual dari model yang didapatkan sudah terdistribusi normal.

Uji identik dilakukan agar mengetahui pola penyebaran variansi residual berdasarkan model yang diperoleh. Hasil uji identik yang baik memiliki pola penyebaran residual yang menyebar dan tidak membentuk pola tertentu. Hasil pengujian uji identik pada gambar 4 menunjukkan hubungan plot residual dari respon dengan *fitted value*. Berdasarkan hasil uji identik TDS dan TSS memiliki penyebaran yang merata dan tidak memiliki pola tertentu, sehingga dapat diartikan bahwa uji identik sudah terpenuhi.



a

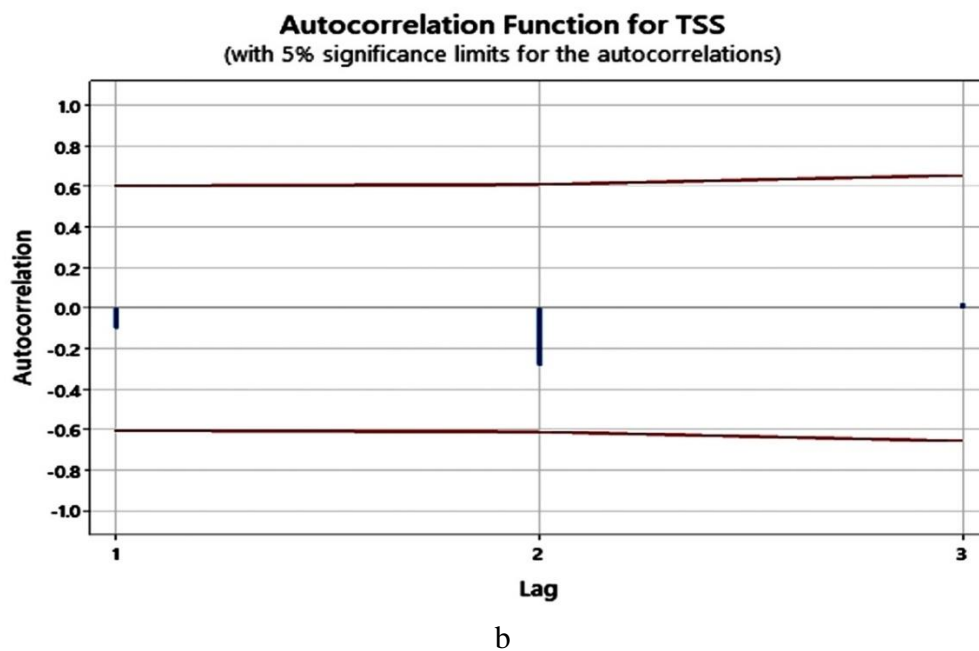
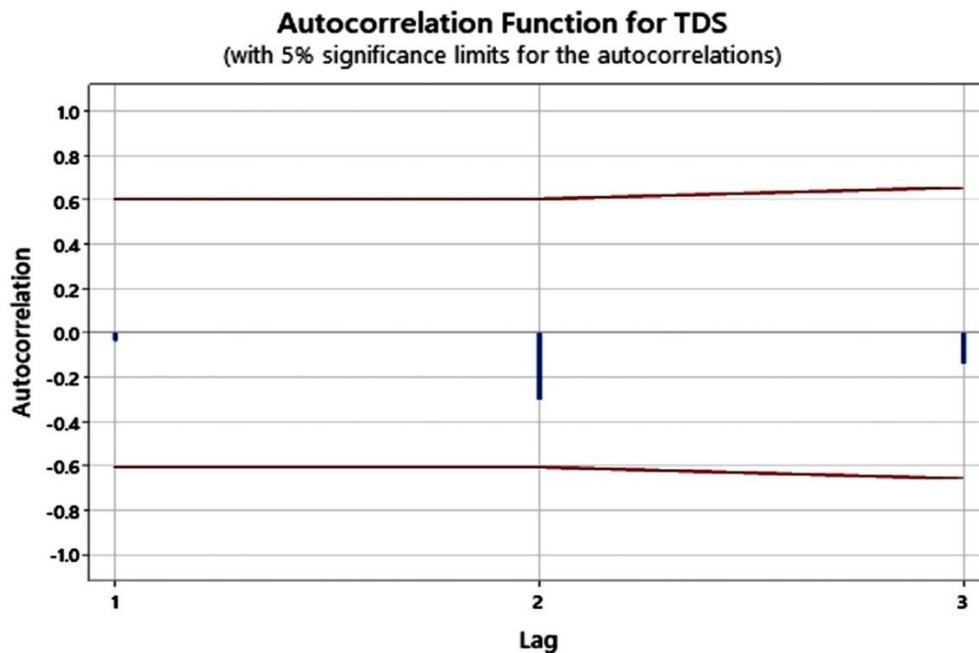


b

**Gambar 4.** Hasil Uji Identik Residual dengan *Fitted Value* (a) TDS (b) TSS

Hasil uji independen dapat digunakan untuk mengetahui apakah terdapat dependensi antara residual pada pengamatan dengan waktu tertentu. Residual dikatakan memenuhi syarat jika nilai *Auto Correlation Function* (ACF) dari hasil uji berada pada interval  $\pm \sqrt{\frac{2}{n}}$  (Hyndman, 2018).

Pada penelitian dengan jumlah pengamatan  $n=13$ , memiliki interval yang berada pada  $\pm 0,555$ . Hasil uji independen pada gambar 5 pada TDS dan TSS masih berada di dalam batas atas dan bawah nilai ACF yaitu pada interval  $\pm 0,555$ .

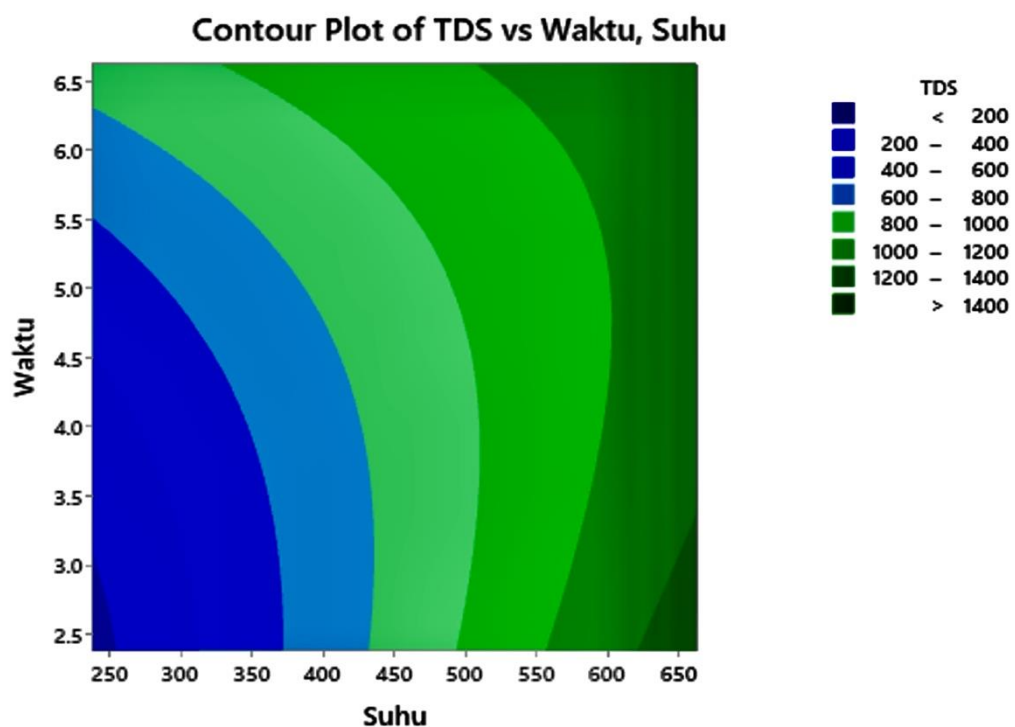


**Gambar 5.** Hasil Uji Independen (a) TDS (b) TSS

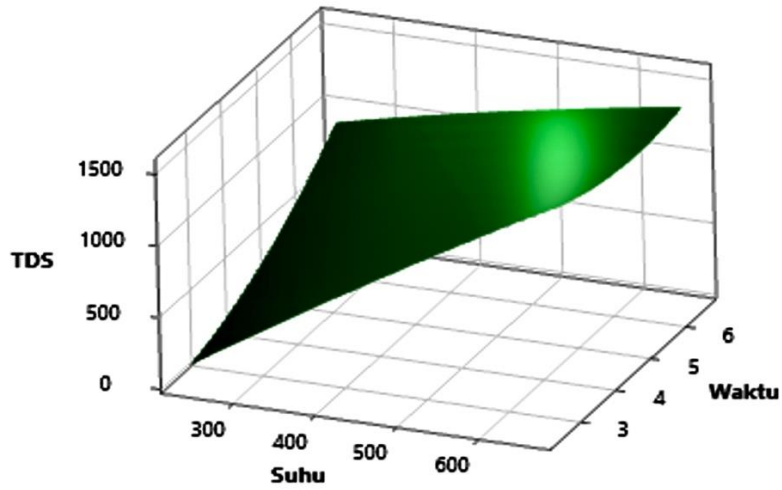
Hasil optimasi ditampilkan dalam bentuk *contour plot* dan *surface plot* yang menunjukkan hubungan antara suhu dan waktu pemanasan terhadap penurunan TDS dan TSS dilihat pada gambar 6. Analisis ini dilakukan untuk mencapai tujuan penelitian, yaitu menentukan kondisi optimum pemanasan cangkang telur yang paling efektif dalam menurunkan kandungan pencemar dalam limbah.

*Contour plot* menunjukkan interaksi antara kedua variabel, di mana warna dengan intensitas lebih tinggi menunjukkan respon penurunan TDS dan TSS yang lebih besar. Sementara itu, *surface plot* memperlihatkan bahwa peningkatan waktu pemanasan memberikan pengaruh signifikan terhadap peningkatan respon.

Dengan demikian, hasil analisis ini mengindikasikan bahwa kombinasi suhu dan waktu pemanasan tertentu menghasilkan kondisi optimum yang mendukung efektivitas proses pengolahan limbah menggunakan cangkang telur.

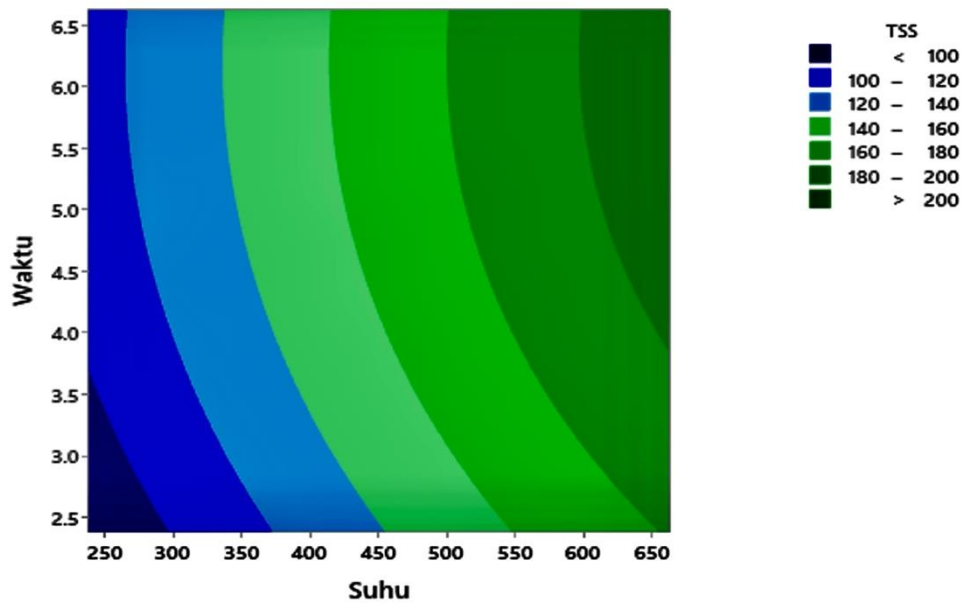


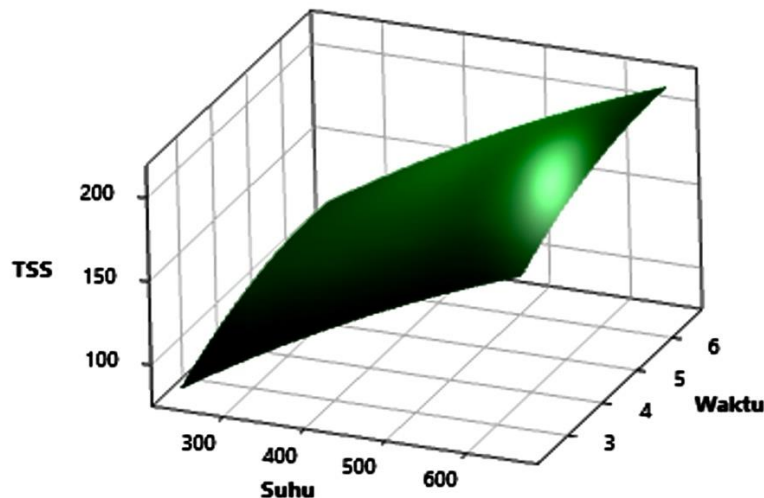
### Surface Plot of TDS vs Waktu, Suhu



a

### Contour Plot of TSS vs Waktu, Suhu



**Surface Plot of TSS vs Waktu, Suhu**

b

**Gambar 6.** Profil *Contour plot* dan *3D Surface plot* yang merepresentasikan pengaruh interaksi antara suhu dan waktu pemanasan cangkang telur terhadap variabel respon: (a) penurunan TDS dan (b) penurunan TSS. Arah optimasi pada penelitian ini adalah maksimalisasi respon, di mana penurunan kadar TDS/TSS tertinggi ditunjukkan oleh area berwarna hijau tua. Berdasarkan pemodelan, kondisi optimum tercapai pada suhu 662,13 °C dan waktu 6,62 jam.

Setelah didapatkan persamaan model regresi, dilakukan optimasi terhadap respon. Proses optimasi dengan pengolahan data menggunakan perangkat lunak Minitab 21 yang menghasilkan solusi perlakuan yang optimal sesuai tabel 3. Nilai *desirability* digunakan untuk menentukan ketepatan pada hasil solusi optimal dimana nilai *desirability* skala 1,0 - 0,8 menunjukkan angka yang sangat baik. Sehingga solusi dapat dikatakan tepat karena memiliki nilai 0,97.

Evaluasi kinerja biokoagulan cangkang telur dalam penelitian ini juga ditinjau berdasarkan standar baku mutu lingkungan mengacu pada Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 22 Tahun 2021 tentang Penyelenggaraan Perlindungan dan Pengelolaan Lingkungan Hidup. Hasil optimasi menunjukkan nilai prediksi TDS sebesar 1342,82 mg/L, yang mana nilai ini masih berada di atas ambang batas maksimal yang dipersyaratkan (< 1000 mg/L). Sementara itu, nilai TS yang diperoleh sebesar 211,727 mg/L belum memenuhi kriteria mutu air kelas 1 dan 2 ( $\leq 50$  mg/L), namun telah berhasil memenuhi standar baku mutu untuk peruntukan air kelas 3 dan 4 ( $\leq 400$  mg/L), yang secara umum dapat dimanfaatkan untuk keperluan irigasi atau pertanian. Pemanfaatan cangkang telur ini terbukti memberikan kontribusi yang sangat menjanjikan sebagai agen pengolahan awal (*primary treatment*). Implementasi prinsip kimia hijau (*green chemistry*) melalui penggunaan biokoagulan limbah domestik ini secara efektif mampu memangkas beban polutan awal. Untuk mencapai baku mutu pembuangan akhir yang aman secara komprehensif bagi perairan umum, metode ini idealnya dikombinasikan dengan sistem pengolahan lanjutan (*secondary treatment*) pada Instalasi Pengolahan Air Limbah (IPAL).

**Tabel 3.** Solusi Perlakuan Optimal Berdasarkan RSM

<i>Solution</i>	<i>Suhu</i>	<i>Waktu</i>	<i>TSS</i>	<i>TDS</i>	<i>Composite Desirability</i>
1	662,132	6,62132	211,727	1342,82	0,983933

## KESIMPULAN

Berdasarkan hasil optimasi menggunakan RSM, suhu dan waktu pemanasan cangkang telur ayam berpengaruh terhadap penurunan kadar amoksisilin, TDS, dan TSS dalam air limbah. Model menunjukkan bahwa kondisi optimum diprediksi terjadi pada suhu 662°C dan waktu pemanasan 6,6 jam, dengan estimasi penurunan TDS 1342 µg/mL dan TSS 211 µg/mL. Namun demikian, kondisi optimum tersebut masih bersifat prediktif berdasarkan model, sehingga perlu dilakukan verifikasi eksperimental lebih lanjut. Selain itu, batas atas variabel suhu dan waktu dalam penelitian ini diduga belum mencakup kondisi optimum global, sehingga rentang variabel masih perlu diperluas. Untuk penelitian selanjutnya, disarankan melakukan validasi kondisi optimum hasil prediksi, memperluas rentang suhu dan waktu pemanasan, serta mengkaji identifikasi produk degradasi amoksisilin untuk memastikan keamanan hasil pengolahan limbah.

## PERNYATAAN BEBAS KONFLIK KEPENTINGAN

Peneliti dalam riset ini tidak terdapat konflik kepentingan sehingga hasil dari penelitian tidak terdapat bias.

## UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih kepada LPPM UNJANI yang telah memberikan dukungan terhadap penelitian ini.

## DAFTAR PUSTAKA

- Anwar, K., Istiqamah, F., & Hadi, S. (2021). Optimasi Suhu dan Waktu Ekstraksi Akar Pasak Bumi (*Eurycoma longifolia* jack.) Menggunakan Metode RSM (response surface methodology) dengan Pelarut Etanol 70%. *Jurnal Pharmascience*, 8(1), 53. <https://doi.org/10.20527/jps.v8i1.9085>
- Baird, R., Rice, E., & Eaton, A. (2017). Standard methods for the examination of water and wastewaters. *Water Environment Federation, Chair Eugene W. Rice, American Public Health Association Andrew D. Eaton, American Water Works Association*, 1, 71–90.
- Bush, K., & Bradford, P. A. (2016).  $\beta$ -Lactams and  $\beta$ -lactamase inhibitors: an overview. *Cold Spring Harbor Perspectives in Medicine*, 6(8), a025247.
- Cahyana, G. H., Gumilar, G., & Mulyani, T. (2021). Pengolahan Air Limbah Betalaktam Menggunakan Reagen Kaporit, PAC, dan Alum Sulfat. *Jurnal Serambi Engineering*, 6(3).
- De Rosa, M., Verdino, A., Soriente, A., & Marabotti, A. (2021). The odd couple (s): an overview of beta-lactam antibiotics bearing more than one pharmacophoric group. *International Journal of Molecular Sciences*, 22(2), 617.
- Depkes RI. (2020). Farmakope Indonesia edisi VI. In *Departemen Kesehatan Republik Indonesia*.

- Hanifah, H. N., Hadisoebroto, G., Turyati, T., & Anggraeni, I. S. (2020a). Efektivitas biokoagulan cangkang telur ayam ras dan kulit pisang kepok (*musa balbisiana* abb) dalam menurunkan turbiditas, tds, dan tss dari limbah cair industri farmasi. *Al-Kimiya*, 7(1), 47–54.
- Hanifah, H. N., Hadisoebroto, G., Turyati, T., & Anggraeni, I. S. (2020b). Efektivitas biokoagulan cangkang telur ayam ras dan kulit pisang kepok (*musa balbisiana* abb) dalam menurunkan turbiditas, tds, dan tss dari limbah cair industri farmasi. *Al Kimiya: Jurnal Ilmu Kimia Dan Terapan*, 7(1), 47–54.
- Hyndman, R. J. (2018). *Forecasting: principles and practice*. OTexts.
- Montgomery, D. C. (2017). *Design and Analysis of Experiments 8th Edition*. John Wiley & Sons, Inc.
- Myres, R. H., Montgomery, D. C., & Anderson-Cook, C. M. (2002). *Response surface methodology*. Wiley and Sons Inc., USA.
- Nagalakshmi, R., Kalpana, M., & Prabasheela, B. (2022). Eggshell derived calcium oxide–Synthesis and characterization. *AIP Conference Proceedings*, 2446(1), 130010.
- Peraturan Pemerintah Republik Indonesia Nomor 22 Tahun 2021 Tentang Penyelenggaraan Perlindungan Dan Pengelolaan Lingkungan Hidup (2021).
- Razali, N., Jumadi, N., Jalani, A. Y., Kamarulzaman, N. Z., & Pa'ee, K. F. (2022). Thermal decomposition of calcium carbonate in chicken eggshells: study on temperature and contact time. *The Malaysian Journal of Analytical Sciences*, 26(2), 347–359.
- Rimantho, D., & Athiyah, A. (2019). Analisis Kapabilitas Proses Untuk Pengendalian Kualitas Air Limbah Di Industri Farmasi. *Jurnal Teknologi*, 11(1), 1–8.
- Setiyawan, A. I., Karimy, M. F., & Erwinda, Z. (2021). Karakteristik mikro struktur dan komposisi cangkang telur unggas domestikasi dengan menggunakan sem dan xrf. *Prosiding Seminar Teknologi Dan Agribisnis Peternakan*, 8, 490–496.
- Syafaat, W. U. (2016). *Optimasi produksi roti menggunakan metode rancangan percobaan Response Surface Methodology pada industri rumahan tahun 2015*.