

ABSTRACT

One effort to reduce the use of synthetic dyes that are harmful to the environment is to use natural dyes. One of the potential natural dyes in Indonesia is sappan wood (*Caesalpinia sappan* L.). Sappan wood contains brazilein which is able to produce a red color. However, the red color produced by brazilein is highly unstable against pH changes. The purpose of this research is to improve the stability of brazilein color against pH changes by using the methylation method.

This research consists of three main stages, namely the brazilein isolation stage, the brazilein methylation stage, and the fabric dyeing stage. The first stage is conducted to obtain brazilein with a high level of purity. The second stage is conducted to transform the brazilein compound into a new compound that is more stable against pH changes. Meanwhile, the third stage is conducted to attach the dye resulting from methylation onto the fabric.

Brazilein is obtained from sappan wood through extraction using methanol solvent. The extract is then evaporated to reduce the solvent and eliminate impurities that may be present in the extract. The process is continued by adding 50 °C methanol to dissolve the impurities and then evaporating it again to obtain pure brazilein that will be used as a reactant in the methylation process. Methylation is carried out using dimethyl carbonate (DMC) as a methylation agent combined with potassium iodide (KI) and potassium carbonate (K_2CO_3). The methylation is performed using the reflux method. The research begins with a screening process of three variables, namely temperature, time, and the ratio between brazilein and DMC, with the dependent variable is color stability at various pH (6, 7, and 8). Color stability is expressed as the deviation of absorbance values at acidic or basic pH from neutral pH. The color is said to be stable when the deviation of absorbance values is small. Absorbance values are measured using a UV-Vis spectrophotometer at a wavelength of 535.6 nm. From the screening results, three points are obtained for each variable, namely temperature (50, 60, and 70 °C), time (3, 4, and 5 hours), and reactant ratio (1:5, 1:10, and 1:15 g brazilein/mL DMC). The next stage is optimization using RSM. The optimized results are at temperature of 70 °C, time of 3.48 hours, and reactant ratio of 0.13 g brazilein/mL DMC. Under these optimal conditions, the acid deviation value is 28.12% and the base deviation value is 0.02%.

The stability of the methylated brazilein has been proven to increase in terms of the color stability against pH changes. However, when applied as a cotton fabric dye, the level of color stability is still low. This is shown by a color change in the fabric from red to brown after being stored overnight. The color change in the fabric can be overcome by giving a post-mordant treatment. The use of post-mordant (alum, lime, and tunjung) is able to significantly reduce color changes. In this research, the color shades level of the fabric was measured to determine the best dye type. The methylated brazilein dye was able to provide the best color shades level compared to the dye from untreated sappan wood extract and methylated sappan wood extract.

Keywords: brazilein, color stability, methylation, sappan wood

INTISARI

Salah satu upaya untuk mengurangi penggunaan pewarna sintesis yang berbahaya bagi lingkungan adalah dengan menggunakan pewarna alami. Salah satu bahan pewarna alami yang potensial di Indonesia adalah kayu secang (*Caesalpinia sappan* L.). Kayu secang mengandung senyawa brazilein yang mampu menghasilkan warna merah. Namun, warna merah yang dihasilkan oleh brazilein sangat tidak stabil terhadap perubahan pH. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk meningkatkan kestabilan warna brazilein terhadap perubahan pH dengan menggunakan metode metilasi.

Penelitian ini memiliki tiga tahap utama, yaitu tahap isolasi brazilein, tahap metilasi brazilein, dan tahap pewarnaan pada kain. Tahap pertama dilakukan untuk mendapatkan brazilein dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Tahap kedua dilakukan untuk mengubah senyawa brazilein menjadi senyawa baru yang lebih stabil terhadap perubahan pH. Adapun tahap ketiga dilakukan untuk mewarnai kain dengan zat warna hasil metilasi.

Brazilein diperoleh dari kayu secang dengan cara ekstraksi menggunakan pelarut metanol. Hasil ekstrak kemudian diuapkan untuk mengurangi pelarut sekaligus menghilangkan pengotor yang terikut dalam ekstrak. Proses dilanjutkan dengan menambahkan metanol 50 °C untuk melarutkan pengotor lalu diuapkan kembali sehingga didapatkan brazilein murni yang akan digunakan sebagai reaktan proses metilasi. Metilasi dilakukan dengan menggunakan dimetil karbonat (DMC) sebagai agen metilasi yang dikombinasikan dengan kalium iodide (KI) dan kalium karbonat (K_2CO_3). Metilasi dilakukan dengan metode *reflux*. Penelitian ini diawali dengan proses *screening* terhadap tiga variabel yaitu suhu, waktu, dan rasio antara brazilein dan DMC, dengan variabel terikat yaitu kestabilan warna pada berbagai pH (6, 7, dan 8). Kestabilan warna dinyatakan sebagai penyimpangan nilai absorbansi pada pH asam atau pH basa dengan pH netral. Warna dikatakan stabil saat penyimpangan nilai absorbansinya kecil. Nilai absorbansi diukur menggunakan spektrofotometer UV-Vis pada panjang gelombang 535,6 nm. Dari hasil *screening*, diperoleh tiga titik dari tiap-tiap variabel yaitu suhu (50, 60, dan 70 °C), waktu (3, 4, dan 5 jam), dan rasio pereaktan (1:5, 1:10, dan 1:15 g brazilein/mL DMC). Tahap selanjutnya adalah optimasi menggunakan RSM dan diperoleh hasil optimasi yaitu suhu 70 °C, waktu 3,48 jam, dan rasio pereaktan 0,13 g brazilein/mL DMC. Pada kondisi optimum ini, nilai penyimpangan asam sebesar 28,12% dan nilai penyimpangan basa sebesar 0,02%.

Kestabilan brazilein hasil optimasi tersebut terbukti meningkat ditinjau dari kestabilan warna yang dihasilkan terhadap perubahan pH. Namun ketika diaplikasikan sebagai pewarna kain katun, tingkat kestabilan warna masih rendah. Hal ini dibuktikan dengan perubahan warna pada kain dari merah menjadi coklat setelah disimpan semalam. Perubahan warna pada kain ini bisa diatasi dengan memberikan post-mordan. Penggunaan post-mordan (tawas, kapur, dan tunjung) mampu menurunkan perubahan warna dengan sangat signifikan. Pada penelitian ini, tingkat ketuaan warna kain diukur untuk menentukan jenis pewarna terbaik. Pewarna produk metilasi brazilein mampu memberikan tingkat ketuaan warna terbaik dibandingkan pewarna dari ekstrak kayu secang tanpa perlakuan dan ekstrak kayu secang yang telah dimetilasi.

Kata kunci: brazilein, kayu secang, kestabilan warna, metilasi