

JURNAL KIMIA UNAND

ISSN No. 2303-3401

Volume 5 Nomor 3

Agustus, 2016

*Media untuk mempublikasikan
hasil-hasil penelitian seluruh
dosen dan mahasiswa Kimia
FMIPA Unand*

Jurusan Kimia

Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Andalas

Tim Editorial Jurnal Kimia Unand

Emil Salim, M.Sc, M.Si
Dr. Syukri
Prof. Dr. Adlis Santoni
Prof. Dr. Rahmiana Zein
Prof. Dr. Syukri Arief
Dr. Mai Efdi

Alamat Sekretariat

Jurusan Kimia FMIPA Unand
Kampus Unand Limau Manis, Padang – 25163
PO. Box 143, Telp./Fax. : (0751) 71 681
Website Jurnal Kimia Unand: www.jurnalsain-unand.com
Corresponding E-mail: salim_emil17@yahoo.com
syukri@fmipa.unand.ac.id

DAFTAR ISI

JUDUL ARTIKEL	Halaman
1. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA KUMARIN DARI EKSTRAK ETIL ASETAT KULIT BATANG <i>Ficus fulva</i> Reinwardt ex Blume SERTA UJI ANTIBAKTERI Mai Efdi, Adlis Santoni, Alfiansyah Putra	1-5
2. SIFAT ABSORPSI GELOMBANG ELEKTROMAGNET $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ HASIL SINTESIS DENGAN METODE CO-PRECIPIATION Maspin, Emriadi, Yunasfi	6-10
3. EKSTRAK DAUN EKOR NAGA (<i>Rhaphidophora pinnata</i> Schott.) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA DALAM MEDIA ASAM Mitra Yuningsih, Emriadi, Yeni Stiadi	11-20
4. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI FRAKSI ETIL ASETAT DAUN MIANA (<i>Plectranthus scutellarioides</i> L.) SEBAGAI ANTIOKSIDAN Ridho Jumadil, Yunazar Manjang, Afrizal	21-24
5. PEMBUATAN NANOKOMPOSIT PERAK-KITOSAN DENGAN BANTUAN BIOREDUKTOR ALAMI DAN STABILISATOR (GELATIN, MEG) Azla Ismathulhuda, Syukri Arief, Yulia Eka Putri	25-29
6. EVALUASI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN, TOKSISITAS DAN FENOLIK TOTAL EKSTRAK DAUN MELINJO (<i>Gnetum gnemon</i> Linn) Cosnert Rabbani Abdel, Afrizal, Mai Efdi	30-35
7. DEGRADASI PESTISIDA PROPINEB MELALUI PROSES SONOZOLISIS, SONOLISIS DAN OZONOLISIS MENGGUNAKAN KATALIS N-DOPED TiO_2 Sardial Akbar, Safni, Syukri	36-43
8. OPTIMASI EKSTRAKSI ANTIOKSIDAN TOTAL DALAM TUMBUHAN SURUHAN (<i>Peperomia pellucida</i> L. Kunth) MENGGUNAKAN ULTRASONIK DAN PENENTUAN	44-51

KADARNYA DENGAN METODE DPPH

Vika Samila F., Indrawati, Refilda

9. **MEMPELAJARI PEMBENTUKAN KOMPLEKS ANTARA TAUTOMER SITOSIN DENGAN SENYAWA METABOLIT AKTIF GLISITEIN MENGGUNAKAN METODE SEMIEMPIRIS (AM1)** 52-56
Syafwan Frinaldi, Emdenis, Imelda
10. **OPTIMASI TRANSPOR PARASETAMOL MELALUI KLOOROFORM DALAM TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH** 57-63
Refinel, Imelda, Viola Rahmadhian
11. **PERBANDINGAN METODE DPPH DAN FENANTROLIN PADA PENENTUAN ANTIOKSIDAN TOTAL DALAM SAMPEL BAYAM (*Amaranthus hybridus* L.), KANGKUNG (*Ipomoea reptans*), KATUK (*Sauropus adrogynus* (L)), DAN MANGKOKAN (*Poliscias scutellaria*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI** 64-70
Yefrida, Fitratul Ilahi, Refilda
12. **ANALISIS KUALITAS AIR DI JORONG RAMBAI, NAGARI KOTO MALINTANG, DANAU MANINJAU BERDASARKAN KANDUNGAN AMONIAK, FOSFAT, NITRIT DAN SULFIDA** 71-76
Antin Akhino Madiwa, Hamzar Suyani, Deswati
13. **ANALISIS KUALITAS AIR DI JORONG RAMBAI, NAGARI KOTO MALINTANG, MANINJAU TERHADAP SUHU, pH, DO, BOD, COD, LOGAM BERAT Cd, Cu, Pb dan Zn** 77-83
Fadhilla Qurrata Ayuni M, Deswati, Hamzar Suyani
14. **UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN, SITOTOKSISITAS DAN KANDUNGAN FENOLIK TOTAL DARI EKSTRAK BUAH SENDUDUK (*Melastoma malabatricum* L)** 84-88
Adlis Santoni, Afrizal, Yolanda Fransiska Arisandi
15. **ISOLASI SENYAWA TRITERPENOID DAN UJI SITOTOKSISITAS DARI EKSTRAK N-HEKSANA KULIT BATANG JARAK KEPYAR (*Ricinus communis* L.)** 89-94
Hasnirwan, Afrizal, Tri Sariyanto

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA KUMARIN DARI EKSTRAK ETIL ASETAT KULIT BATANG *Ficus fulva* Reinwardt ex Blume SERTA UJI ANTIBAKTERI

Mai Efdi*, Adlis Santoni, Alfiansyah Putra

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: maiefdi@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: A coumarin was isolated from the ethyl acetate extract of hamerang stem bark (*Ficus fulva* Reinwardt Ex Blume). The stem bark of hamerang is extracted successively by hexane, ethyl acetate and methanol which was had antibacterial activity to *Escherichia coli* and *Staphylococcus aureus*. Ethyl acetate extract was separated by column chromatography using silica gel as the stationary phase and hexane, ethyl acetate and methanol as the mobile phase by step gradient polarity (SGP) system. Isolated compound is 0.0101 g dark yellow color which soluble in methanol. It was identified by thin layer chromatography (TLC) shown a blue fluorescence spot at ultraviolet (UV) 365 nm and lighter by NaOH 1% additon. The purity of compound observed by single spot on TLC with various composition of eluent. The UV spectra shown maximum absorption at a wavelength of 280 nm indicated electron transition from π to π^* and 318 nm indicated electron transition from n to π^* . IR spectrum shown absorption at wave numbers 3340, 1639, 1549-1410, and 1021 cm^{-1} which indicated the -OH group, C=O group, benzene ring, and presence of the C(O)-O.

Keywords: Hamerang (*Ficus fulva* Reinw), antibacterial activity, coumarin.

I. Pendahuluan

Tumbuhan dengan genus *Ficus* memiliki antara 600 sampai 1000 spesies yang umumnya tersebar di daerah Malaysia, Indonesia, Filipina, Papua New Guinea, Brunei dan Singapura. Penelitian di bidang farmasi menunjukkan bahwa metabolit sekunder dari tanaman bergenus *Ficus* memiliki berbagai aktivitas biologis seperti anti-inflamasi, antitumor dan efek hepatoprotektif. Akar tanaman *Ficus hirta*, oleh rakyat Cina biasa digunakan untuk pengobatan mudah lelah, bengkak, hepatitis dan rematik. Hingga saat ini, tujuh flavonoid dan dua kumarin telah diisolasi dari tanaman ini. Spesies lain yang sangat mirip dengan tumbuhan ini ialah *Ficus fulva*. Namun, penelitian tentang *Ficus fulva* masih sangat jarang dilakukan. Uji pendahuluan fitokimia pada kulit batang *Ficus fulva* menunjukkan bahwa ekstrak dari kulit batang tumbuhan ini mengandung kumarin, triterpenoid, steroid dan alkaloid. Sehingga penelitian lebih lanjut untuk mengetahui kandungan metabolit sekunder dan potensi aktivitas biologinya sangat penting untuk dilakukan [1-3].

II. Metode Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrument

Bahan-bahan kimia yang digunakan antara lain Heksana, etil asetat dan metanol yang digunakan sebagai pelarut maserasi dan eluen dan silika gel 60 Art sebagai adsorben pada kromatografi kolom. Pereaksi Mayer untuk identifikasi alkaloid; Pereaksi Lieberman-Burchard untuk terpenoid dan steroid; HCl pekat dan bubuk Mg untuk flavonoid dan FeCl_3 untuk fenolik.

Peralatan yang digunakan berupa seperangkat alat destilasi, rotary evaporator, Spektroskopi ultraviolet UV-Vis, spektroskopi inframerah FTIR, lampu UV $\lambda = 254$ dan 356 nm, plat KLT, kolom kromatografi, autoklaf, laminar air flow, inkubator, dan berbagai peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium.

2.2 Bahan Tumbuhan

Tumbuhan *Ficus fulva* Reinw. diperoleh dari lingkungan sekitar Universitas Andalas. Bagian tumbuhan yang diambil adalah ranting, daun dan kulit batang yang digunakan untuk identifikasi spesies. Sampel kulit batang sebanyak 4,5 kg digunakan untuk

uji profil fitokimia, isolasi metabolit sekunder dan uji antibakteri.

2.3 Ekstraksi dan Pemurnian

Sebanyak 1,05 kg bubuk kulit batang hamerang dimaserasi dengan metode ampas berturut-turut menggunakan pelarut bersifat nonpolar hingga polar, yaitu heksana, etil asetat dan metanol. Ekstrak dipekatkan menggunakan *rotary evaporator*. Ekstrak etil asetat selanjutnya dielusi kromatografi lapis tipis (KLT) untuk menentukan sistem pemisahan yang cocok untuk digunakan, yaitu sistem *Step Gradien Polarity* (SGP) atau isokratik.

Ekstrak etil asetat selanjutnya dielusi dengan kromatografi kolom menggunakan sistem SGP. Silika gel digunakan sebagai fasa diam yang bersifat polar. Sementara fasa gerak dialirkan menggunakan pelarut nonpolar hingga polar. Hasil elusi ditampung dengan botol vial, kemudian dimonitor pola nodanya dengan KLT. Botol vial yang memiliki pola noda dan nilai Rf sama digabung menjadi fraksi sederhana. Fraksi yang mengandung senyawa kumarin dilakukan kromatografi kolom kembali dengan cara yang sama sehingga diperoleh subfraksi yang lebih sederhana.

Subfraksi yang mengandung kumarin dengan pola noda sederhana diidentifikasi menggunakan plat KLT dengan pengamatan di bawah sinar UV 365 nm dan penyempotan NaOH 1%. Senyawa kumarin selanjutnya ditambah heksana untuk melarutkan pengotor, untuk pemurnian. Kumarin hasil isolasi dilakukan uji kemurnian dengan KLT menggunakan berbagai perbandingan eluen. Kemurnian senyawa kumarin diamati dengan pola noda tunggal pada plat KLT.

2.4 Karakterisasi Senyawa Kumarin

Senyawa yang diperoleh dikarakterisasi menggunakan spektrometer UV-Vis dan spektrometer IR. Spektrum yang diperoleh dipelajari untuk menentukan gugus fungsi yang terdapat pada senyawa isolasi.

2.5 Uji Bioaktivitas Antibakteri

Sebanyak 0,0015 gram ekstrak kental (heksana, etil asetat, dan metanol) dilarutkan dalam 10 mL pelarutnya sehingga diperoleh

konsentrasi 150 mg/L. Amoxicilin yang merupakan standar digunakan sebagai kontrol positif. Amoxicilin ditimbang sebanyak 0,0022 gram dilarutkan dalam 10 mL air steril dengan bantuan sonikator. Sedangkan kontrol negatif yang digunakan berdasarkan pada pelarut dari masing-masing ekstrak (heksana, etil asetat, dan metanol).

Suspensi bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* disebar pada permukaan medium padat Nutrient Agar menggunakan *cotton bud* secara merata. Kertas saring berbentuk cakram dengan diameter 6 mm direndam ke sampel uji selama 60 detik. Hal ini dilakukan untuk masing-masing sampel uji, yaitu: ekstrak heksana, etil asetat, metanol, kontrol positif dan kontrol negatif. Selanjutnya kertas saring diletakkan tegak lurus pada medium padat dalam cawan petri. Kemudian diinkubasi pada suhu 37°C selama 24 jam. Pengujian dilakukan secara duplo.

Penentuan daya hambat dilakukan dengan cara mengukur diameter daerah jernih (halo) di sekeliling kertas saring menggunakan jangka sorong.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

3.1 Uji Profil Fitokimia

Profil fitokimia dari kulit batang tumbuhan hamerang ditunjukkan pada tabel 1.

Tabel 1 Hasil uji profil fitokimia ekstrak kulit batang hamerang

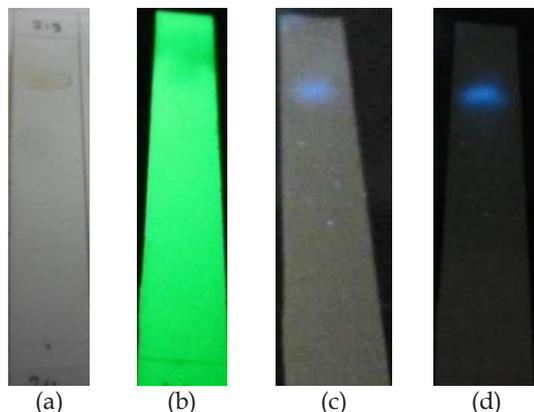
No.	Metabolit Sekunder	Pereaksi	Hasil
1.	Flavonoid	Sianidin test	-
2.	Fenolik	FeCl ₃	-
3.	Saponin	H ₂ O	-
4.	Triterpenoid	LB	+
5.	Steroid	LB	+
6.	Alkaloid	Meyer	+
7.	Kumarin	UV, NaOH	+

Ket: + (positif) = ada; - (negatif) = tidak ada.

3.2 Identifikasi dan Uji Kemurnian Senyawa Isolasi

Senyawa isolasi yang diperoleh berupa cairan berwarna kuning tua seberat 0,0101 g dan larut dalam metanol. Gambar 1 menunjukkan hasil identifikasi senyawa isolasi pada plat KLT dengan penampak noda (a) Uap I₂, (b)

lampu UV 254 nm, (c) lampu UV 365, dan (d) lampu UV setelah penyemprotan NaOH 1%. Noda tunggal berfluoresensi biru menunjukkan senyawa isolasi merupakan senyawa kumarin.



Gambar 1 Identifikasi kumarin pada senyawa isolasi

Senyawa isolasi ini diperoleh setelah dimurnikan dengan cara rekristalisasi menggunakan metanol. Senyawa kumarin ini, selanjutnya dilakukan uji kemurnian dengan KLT menggunakan berbagai perbandingan eluen. Nilai Rf pada masing-masing pelarut dapat dilihat pada tabel 2. Noda tunggal pada KLT menggunakan berbagai perbandingan eluen dapat dijadikan acuan untuk menyatakan bahwa senyawa hasil isolasi sudah murni.

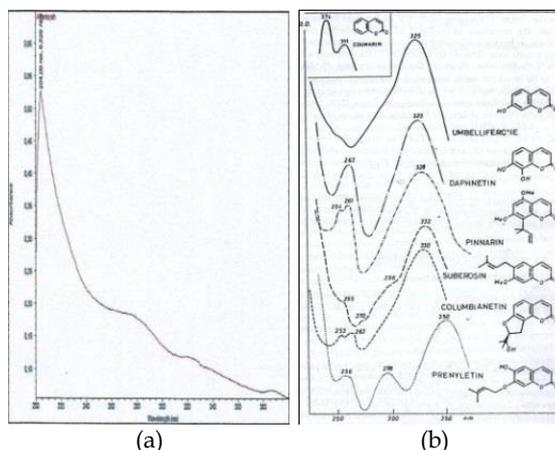
Tabel 2 Nilai Rf senyawa hasil isolasi

No	Eluen	Rf
1	etil asetat : metanol (9 : 1)	0,39
2	etil asetat : metanol (8 : 2)	0,47
3	etil asetat : metanol (7 : 3)	0,56
4	etil asetat : metanol (6 : 4)	0,66
5	etil asetat : metanol (5 : 5)	0,67
6	etil asetat : metanol (4 : 6)	0,69
7	etil asetat : metanol (3 : 7)	0,71
8	etil asetat : metanol (2 : 8)	0,70

3.3 Karakterisasi Senyawa Isolasi

Senyawa kumarin memiliki cincin benzen dan cincin lakton. Hal ini ditunjukkan melalui serapan maksimum pada daerah sinar ultraviolet. Keberadaan cincin benzen yang memiliki ikatan rangkap berkonjugasi ditunjukkan dengan adanya transisi elektron

dari orbital π ke π^* yang menyerap sinar UV pada panjang gelombang sekitar 274 nm. Sementara itu, cincin lakton yang mengandung gugus karbonil dengan transisi elektron dari n ke π^* akan menunjukkan penyerapan sinar UV pada panjang gelombang sekitar 311 nm [4].



Gambar 2 Spektrum UV-Vis (a) senyawa isolasi (b) berbagai kumarin [4]

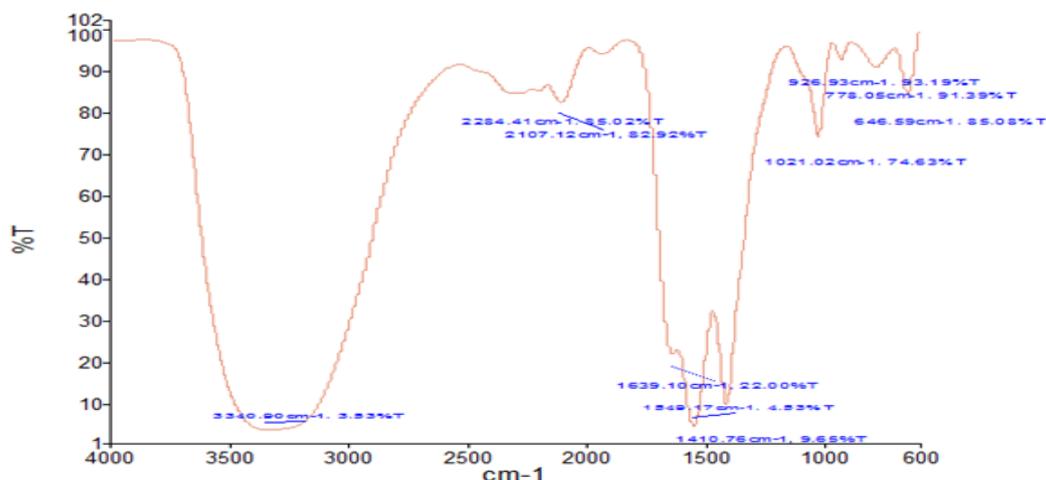
Hasil pengukuran spektroskopi UV terhadap senyawa hasil isolasi dapat dilihat pada gambar 2(a) dimana terdapat serapan maksimum pada panjang gelombang 280 nm yang mengindikasikan keberadaan ikatan rangkap berkonjugasi dan pada 318 nm sebagai daerah serapan gugus karbonil. Bila dibandingkan dengan spektrum UV senyawa kumarin lain yang telah diketahui pada gambar 2(b) dapat dinyatakan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan turunan kumarin.

Struktur dasar kumarin terdiri dari cincin aromatis benzen dan α -pyron. Pada spektrum IR, cincin benzen ditandai dengan serapan pada bilangan gelombang $1650-1450\text{ cm}^{-1}$ sebagai regangan $C=C$ aromatis. Sementara cincin α -pyron ditunjukkan dengan regangan $C=O$ pada $1750-1630\text{ cm}^{-1}$ dan regangan $C-O$ pada $1300-1000\text{ cm}^{-1}$ [5,6].

Pengukuran spektroskopi infra merah terhadap senyawa isolasi menghasilkan spektrum seperti terlihat pada gambar 3. Tampak serapan spektroskopi inframerah dengan serapan pada bilangan gelombang 1549 cm^{-1} dan 1410 cm^{-1} sebagai regangan $C=C$ benzen, 1639 cm^{-1} sebagai regangan $C=O$ dan 1021 cm^{-1} sebagai $C(O)-O$ ester.

Dengan demikian, senyawa metabolit sekunder yang berhasil diisolasi dari ekstrak etil asetat kulit batang hamerang terindikasi sangat kuat merupakan golongan kumarin.

Senyawa kumarin biasanya juga diikuti dengan adanya gugus -OH berupa serapan pada 3430-3200 cm^{-1} yang pada pengukuran tampak pada 3340 cm^{-1} [7].



Gambar 3 Spektrum IR senyawa hasil isolasi

3.4 Uji Aktivitas Anti Bakteri

Aktivitas antibakteri ekstrak kulit batang hamerang diuji secara *in vitro* menggunakan *Escherichia coli* sebagai bakteri gram negatif dan *Staphylococcus aureus* sebagai bakteri gram positif. Hasil uji dapat dilihat dari daerah hambat di sekitar kertas saring yang telah direndam selama 60 detik pada masing-masing sampel uji. Daerah hambat yang terbentuk untuk masing-masing ekstrak maupun kontrol dapat dilihat pada tabel 3.

Tabel 3 diperoleh dari pengerjaan duplo dengan konsentrasi masing-masing ekstrak sebesar 150 mg/L. Amoxicilin merupakan kontrol positif, sedangkan kontrol negatif berupa pelarut masing-masing ekstrak, yaitu heksana, etil asetat dan metanol.

Berdasarkan hasil pengujian antibakteri, ekstrak kulit batang hamerang mengandung senyawa aktif antibakteri. Untuk *E. coli*, senyawa paling aktif terdapat pada ekstrak heksana, sementara untuk *S. aureus* etil asetat.

Tabel 3 Hasil uji aktivitas antibakteri ekstrak kulit batang hamerang

Bakteri	Daerah hambat rata-rata (mm)						Amoxicilin
	Heksana		Etil asetat		Metanol		
	K	E	K	E	K	E	
<i>E. coli</i>	0	8,80	0	8,65	0	7,00	9,10
<i>S. aureus</i>	0	8,25	0	8,40	0	8,30	9,25

Keterangan : K = kontrol; E = ekstrak

IV. Kesimpulan

Senyawa turunan kumarin berupa cairan berwarna kuning tua berhasil diisolasi dari ekstrak etil asetat kulit batang *Ficus fulva* Reinwardt ex Blume. Kumarin ini terdapat pada ekstrak aktif antibakteri, etil asetat.

Ekstrak kulit batang hamerang baik heksana, etil asetat maupun metanol aktif untuk

menghambat pertumbuhan bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus*.

V. Ucapan Terima Kasih

Terima kasih penulis sampaikan kepada analis laboratorium Kimia Organik Bahan Alam.

Referensi

1. Sastrapradja, S. dan Juniati, J. A. **1984**. *Kerabat Beringin*. Lembaga Biologi Nasional-LIPI. Bogor.
2. Ya, J. Zhang, X. Q. Wang, Y. Zhang, Q. W. Chen, J. X. and Ye, W. C. **2009**. Two New Phenolic Compounds from The Roots of *Ficus Hirta*. *Natural Product Research*.
3. Zhou, Z. and Gilbert, M. G. **2003**. Moraceae. *Flora of China*. Vol. 5.
4. Murray, R. D. H. and Mendez, J. Brown, S. A. *The Natural Coumarins*. John Wiley & Sons. New York.
5. Sharma, Y. R. **2007**. *Elementary Organic Spectroscopy*. 4th ed. S. Chand. New Delhi.
6. Silverstein, R. M. Bassler, C. and Morrill, T. C. **1991**. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. 5thed. John Wiley & Sons. New York.
7. Adfa, M. **2006**. 6-Metoksi, 7-Hidroksi Kumarin dari Daun Pacar Air (*Impatiens balsamina* Linn). *Jurnal Gradien*. Vol. 2 No. 2. 183-186.

SIFAT ABSORBSI GELOMBANG ELEKTROMAGNET $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ HASIL SINTESIS DENGAN METODE CO-PRECIPIATION

Maspin^{a*}, Emriadi^a, Yunasfi^b

^a Laboratorium Kimia Fisika, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^b Pusat Sains dan Teknologi Bahan Maju, Badan Tenaga Nuklir Nasional, PSTBM-BATAN

*E-mail: maspinapit@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ was synthesized by a co-precipitation method with composition $(0,5-x)\text{NiCl}_2 : x\text{NdCl}_3 : 2,5\text{FeCl}_3$ in mole ratio. X-ray diffraction pattern indicates that in this stage the sample is $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ composites, according to the morphological observation with SEM (Scanning Electron Microscope) shows the formation of a homogeneous structure with particle size is 100-200 nm. VNA (Vector Network Analyzer) characterization show the ability to absorb electromagnetic waves with maximum RL value by the sample $x = 0.2$ at about -24 dB which occurred at a frequency of 10.6 GHz. It mean that the $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ samples can absorb electromagnetic wave by 94 % at 10.6 GHz.

Keywords: Nickel ferrite, Co-precipitation, Electromagnetic wave absorption.

I. Pendahuluan

Penggunaan gelombang elektromagnetik telah digunakan secara luas di berbagai bidang seperti telekomunikasi dan militer. Pada bidang telekomunikasi, banyaknya penyedia layanan telekomunikasi membuat semakin padatnya lalu lintas pancaran gelombang elektromagnet pada atmosfer bumi. Hal ini berdampak juga pada alat elektronik lain yang menggunakan teknologi yang sama, mulai dari *noise* (gangguan) hingga *error* (tidak berfungsinya suatu alat). Untuk itu dibutuhkan material penyerap gelombang elektromagnet yang berfungsi sebagai *filter* dari banyaknya radiasi gelombang. Pada aplikasi militer, bahan penyerap gelombang dapat digunakan untuk menghindari deteksi gelombang radar.¹

Pengembangan material pun bergerak ke arah rekayasa material yang memiliki kekhususan sifat magnetik maupun sifat elektrik. Karakteristik-karakteristik yang dimiliki material ini diharapkan dapat berinteraksi dengan gelombang elektromagnetik yang dipancarkan sumber. Rekayasa suatu material dapat bermacam-macam, misalnya perubahan komposisi, intertisi unsur lain, rekayasa struktur,

pembuatan komposit dan lain-lain. Pada material absorber, material harus dapat menyerap lebih banyak gelombang elektromagnetik daripada yang dipantulkannya. Adapun syarat yang harus dipenuhi material untuk aplikasi absorber ini adalah permeabilitas tinggi, permitivitas tinggi, koersivitas rendah, resistivitas tinggi, dan saturasi magnetik yang tinggi.²

Senyawa ferit merupakan spinel kubik feromagnetik yang memiliki sifat gabungan dari bahan magnetik dan isolator. Spinel ferit merupakan bahan penting dari material magnetik, karena sifat magnetik mereka yang luar biasa terutama di wilayah frekuensi radio, fleksibilitas fisik, ketahanan listrik tinggi, kekerasan mekanik dan stabilitas kimia.³ Pengaruh ion tanah jarang pada senyawa ferit ini menyebabkan gangguan struktural dan regangan kisi, sehingga meningkatkan sifat listrik dan magnetik. konsentrasi doping tanah jarang pada senyawa ferit penting dalam menggambarkan sifat-sifat ferit.⁴

Salah satu metoda sintesis senyawa ferit adalah metoda *co-precipitation*. Kesorbagunaan dan kesederhanaan metode *co-precipitation* ini menjadikannya salah satu teknik yang lebih diminati untuk membuat partikel nano.⁵ Metode

co-precipitation juga dapat dilakukan pada kondisi lingkungan normal. Dengan menggunakan metode ini, struktur kristal dan sifat magnetik dari sampel yang disintesis dapat dioptimalkan dengan mengontrol parameter-parameter sintesis seperti suhu, bahan pelarut, pH larutan, kecepatan pengadukan, lama pengadukan, konsentrasi garam logam, konsentrasi kopresipitan dan konsentrasi surfaktan.⁶

Untuk itu pada penelitian ini dilakukan sintesis senyawa $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,3$ dan $0,4$) dengan metoda *co-precipitation*. Diteliti juga sifat absorpsi gelombang elektromagnet dari senyawa ini.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah Serbuk $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ (merck), Serbuk $NiCl_2 \cdot 6H_2O$ (merck), Serbuk Nd_2O_3 (purity 99,5%), Larutan HCl 25%, Larutan NH_4OH 4M, Demineralized Water (DM Water).

Alat yang digunakan adalah Gelas piala (pyrex), Gelas ukur (pyrex), Magnetik stirrer, Furnace, XRD (PANalytical-empyrean), SEM-EDS (JEOL JED-2300), VNA (ADVANTEST R3770 network analyzer 300 kHz - 20 GHz).

2.2. Prosedur penelitian

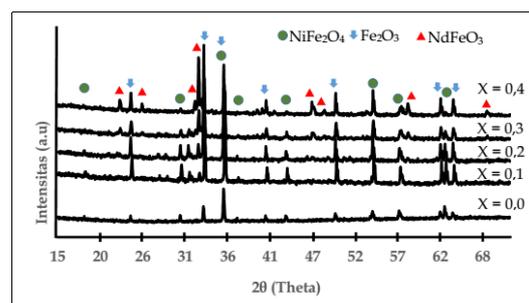
Serbuk Nd_2O_3 ditimbang sebanyak 33,56 g, ditambahkan larutan HCl 25% sebanyak 78,04 mL, distirer dan dipanaskan sampai terbentuk endapan $NdCl_3$. Selanjutnya dikeringkan dalam oven suhu $120^\circ C$. Serbuk $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, serbuk $NiCl_2 \cdot 6H_2O$, dan serbuk $NdCl_3$ dipersiapkan kemudian masing-masing bahan serbuk ditimbang sesuai dengan stoikiometri fasa $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ dengan ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,3$; dan $0,4$) kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala. Masing-masing campuran serbuk dilarutkan dengan *Demineralized Water* (DM Water) kemudian dipanaskan sambil diaduk dengan magnetik stirrer. Selanjutnya ditambahkan larutan NH_4OH 4M sampai $pH = 9$ untuk membentuk endapan. Endapan yang terbentuk dicuci beberapa kali sampai menunjukkan $pH = 7$. Selanjutnya dilakukan pengeringan dengan

oven suhu $120^\circ C$. Masing-masing campuran serbuk kering ini dilanjut dengan proses sinter pada suhu $1200^\circ C$ selama 3 jam. Masing-masing serbuk hasil sintesis dilakukan identifikasi fasa dengan XRD. Morfologi permukaan dan komposisi dengan SEM-EDS. Pengukuran serapan gelombang elektromagnet dengan VNA.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Hasil Pola XRD $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ (dengan $x : 0 - 0,4$)

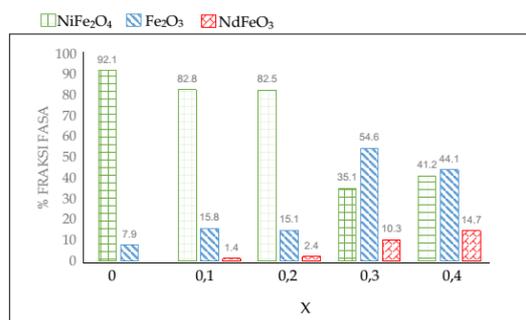
Gambar 1 menunjukkan hasil pengukuran pola difraksi sinar-x sampel modifikasi nikel ferit dengan penambahan ion Nd^{3+} variasi ($x = 0; 0,1; 0,2; 0,3$; dan $0,4$). Pola difraksi yang terbentuk menunjukkan indikasi terbentuknya fasa $NiFe_2O_4$ dengan puncak utamanya muncul pada sudut 2θ di sekitar sudut 35° yang merupakan puncak bidang dari $NiFe_2O_4$ yang berbentuk kubik spinel dan didukung puncak-puncak lain pada sudut $18^\circ, 30^\circ, 37^\circ, 43^\circ, 54^\circ, 57^\circ$ dan 63° , yang mana sesuai dengan data pada literatur (COD card no. 1006116). Selain adanya puncak-puncak yang merupakan puncak karakteristik $NiFe_2O_4$, ada pula puncak lain yang muncul yaitu Fe_2O_3 dan $NdFeO_3$.



Gambar 1. Pola difraksi sinar-x terhadap nikel ferit dengan substitusi ion Nd^{3+} , $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ ($x = 0$ sampai $x = 0,4$)

Dari pola XRD variasi nilai x menunjukkan bahwa semakin tinggi konsentrasi ion Nd^{3+} yang ditambahkan semakin kecil intensitas dari puncak $NiFe_2O_4$ yang terbentuk sedangkan intensitas puncak $NdFeO_3$ semakin tinggi, yang mengindikasikan bahwa semakin tinggi nilai x kemampuan

ion Nd^{3+} untuk masuk kedalam struktur nikel ferit semakin sulit. Ini dikarenakan kemampuan ion logam tanah jarang mempunyai batasan untuk dapat masuk dalam struktur spinel.¹⁵ Hasil ini terbukti berdasarkan perhitungan fraksi massa pada gambar 2 yang menunjukkan bahwa dengan penambahan jumlah atom neodimium pada struktur nikel ferit selanjutnya mengakibatkan terbentuknya fasa NdFeO_3 dan Fe_2O_3 dengan fraksi massa semakin meningkat.



Gambar 2. Diagram % fraksi fasa pada $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ ($x = 0$ sampai $x = 0,5$)

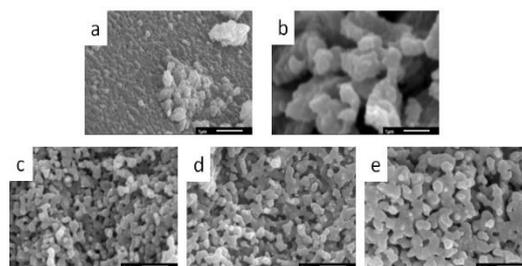
Tabel 1. Distribusi kationik pada sistem $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$

Komposisi X	%Nd ³⁺ dalam Nikel Ferit	%Nd ³⁺ dalam NdFeO ₃
0	0	0
0,1	86	14
0,2	88	12
0,3	64	36
0,4	60	40

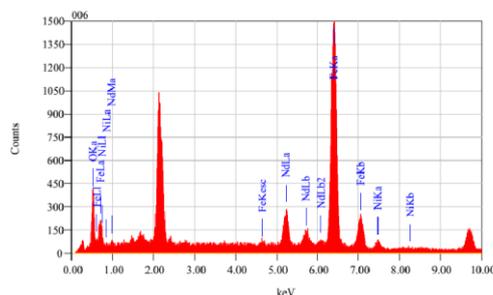
Berdasarkan gambar 2 dapat ditentukan distribusi kationik atom neodimium dalam struktur spinel nikel ferit sebagaimana terlihat pada Tabel 1. Tabel 1 menunjukkan tidak sepenuhnya atom neodimium mensubstitusi atom nikel pada struktur nikel ferit. Pada nilai $x = 0,1$ sampai $0,2$ presentasi Nd^{3+} dalam nikel ferit mengalami kenaikan, sedangkan pada nilai $x = 0,2$ sampai $0,4$ mengalami penurunan. Hal ini dikarenakan perbedaan ukuran partikel antara neodimium dengan nikel, Sehingga menyebabkan ada batasan tertentu dari atom neodimium untuk mensubstitusi atom nikel dalam struktur spinel ferit. Presentasi neodimium dalam nikel ferit paling tinggi terdapat pada nilai $x = 0,2$ dengan nilai 88%.

3.2. Morfologi permukaan dan komposisi sampel

Morfologi permukaan dari serbuk $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ dilihat dengan menggunakan SEM perbesaran 20000x, hasilnya ditunjukkan pada gambar 3. Dari SEM terlihat rata-rata ukuran partikel $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ berada pada 100-200 nm. Kandungan unsur yang terdapat pada serbuk $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ dilihat dengan menggunakan EDS gambar 4 yang membuktikan bahwa hanya puncak Ni, Fe, O dan Nd saja yang muncul. Ini menandakan bahwa serbuk hasil sintesis terbebas dari unsur-unsur senyawa hasil samping reaksi seperti N, H, Cl, dan O yang mana merupakan unsur penyusun dari senyawa NH_3 , Cl_2 dan H_2O . Hasil ini sesuai dengan hasil XRD yang menunjukkan tidak adanya puncak-puncak dari senyawa NH_3 , Cl_2 dan H_2O .



Gambar 3. Morfologi permukaan dari serbuk $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ dengan variasi x (a) 0,0; (b) 0,1; (c) 0,2; (d) 0,3; dan (e) 0,4

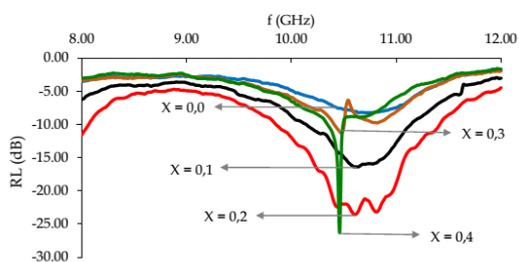


Gambar 4. Spektrum EDS dari serbuk $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$

3.3. Absorpsi gelombang elektromagnet dari serbuk $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$

Hubungan antara *reflection loss* (RL) dengan frekuensi dari serbuk $\text{Ni}_{(0,5-x)}\text{Nd}_x\text{Fe}_{2,5}\text{O}_4$ dapat dilihat pada gambar 5 serapan

gelombang elektromagnet dilakukan pada frekuensi 8-12 GHz. Dari gambar terlihat peningkatan sifat absorpsi gelombang elektromagnet oleh sampel $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ meningkat seiring dengan bertambahnya jumlah doping ion Nd^{3+} . Namun tidak halnya dengan variasi doping ion Nd^{3+} $x = 0,3$ dan $x = 0,4$. Pada doping ion Nd^{3+} $x = 0,3$ mengalami penurunan sifat absorpsi gelombang elektromagnet, sedangkan pada $x = 0,4$ mengalami penyempitan rentang frekuensi penyerapan gelombang elektromagnet. Hal ini disebabkan pada $x = 0,3$ dan $x = 0,4$ senyawa $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ yang terbentuk sangat sedikit, sedangkan Fe_2O_3 dan $NdFeO_3$ yang terbentuk semakin banyak. Menurut Muflihatun dkk kemunculan fasa Fe_2O_3 yang bersifat antiferomagnetik dapat memperkecil sifat magnet dari nikel ferit.⁶ Ini mengakibatkan berkurangnya sifat absorpsi dari $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$. Namun tidak halnya dengan $NdFeO_3$ yang bersifat sedikit ferromagnetik,¹⁶ sehingga ikut membantu dalam mengabsorpsi gelombang elektromagnet oleh nikel ferit. Tabel 2 memperlihatkan hasil terbaik didapatkan pada doping ion Nd^{3+} $x = 0,2$. Dimana nilai RL maximum -23,52 dB pada 10,6 Ghz dengan nilai bandwidth yang luas dibawah -5 dB pada frekuensi 9,10 sampai 11,92 Ghz jika dibandingkan dengan sampel yang lain.



Gambar 5. Reflection loss (RL) dari serbuk $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ dengan variasi doping ion Nd^{3+} pada frekuensi 8-12 (Ghz)

Tabel 2. Nilai RL maksimum dan bandwidth masing-masing sampel

Komposisi X	RL max (dB)	Bandwidth dibawah -5 dB (GHz)
0	-8,22	10,02 - 11,24
0,1	-16,36	9,48 - 11,62

0,2	-23,52	9,10 - 11,92
0,3	-11,26	9,82 - 11,24
0,4	-26,27	9,76 - 11,10

IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa, senyawa $Ni_{(0,5-x)}Nd_xFe_{2,5}O_4$ dapat disintesis dengan menggunakan metode *co-precipitation* walaupun masih ada pengotor seperti Fe_2O_3 dan $NdFeO_3$. Nilai x optimum didapatkan pada doping ion Nd^{3+} $x = 0,2$ yang mempunyai nilai reflection loss (RL) maksimum -23,52 dB pada 10,6 Ghz dan juga mempunyai nilai bandwidth terluas pada frekuensi 9,10 sampai 11,92 Ghz jika dibandingkan dengan sampel yang lain. Hal ini berarti bahwa sampel $Ni_{0,3}Nd_{0,2}Fe_{2,5}O_4$ mampu menyerap gelombang elektromagnetik hampir 94 % pada frekuensi 10,6 GHz. Dengan demikian, senyawa $Ni_{0,3}Nd_{0,2}Fe_{2,5}O_4$ dapat diaplikasikan sebagai material penyerap gelombang elektromagnet karena mempunyai bandwidth yang luas.

V. Ucapan terima kasih

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan banyak terima kasih kepada PSTBM-BATAN, yang telah memfasilitasi penelitian ini.

Referensi

1. An, Y.J, Nishida, K., Yamamoto, T., Ueda, S., and Deguchi, T., 2008, Characteristic Evaluation Of Microwave Absorber Using Dielectric And Magnetic Composite Materials, *Journal Of Ceramics Processing Research*, 9, 4, 430-436.
2. Pratitajati, E., 2012, Karakterisasi Mikrostruktural Material Penyerap Gelombang Elektromagnetik Senyawa $La_xBa_{(1-x)}Fe_{0,25}Mn_{0,5}Ti_{0,25}O_3$, *Tesis Universitas Indonesia*.
3. Zhao, L., Xu, W., Yang, H., and Yu, L., 2008, Effect of Nd Ion On The Magnetic Properties Of Ni-Mn Ferrite Nanocrystal, *Current Applied Physics*, 8, 36-41.

4. Mahalakshmi, S., and Srinivasa Manja, K., 2014, Spectroscopic and Structural Studies Of Nickel Ferrite Doped With Rare Earth Ions, *International Journal of ChemTech Research*, 7, 3, 1460-1464.
5. Sylvia, L., 2005, A Multifunctional Approach To Development, Fabrication, And Characterizations of Fe₃O₄ Composite, *Disertasi Gorgia Institut of Technology*.
6. Muflihatun, Shofiah, S., dan Suharyadi, E., 2015, Sintesis Nanopartikel Nickel Ferrite (NiFe₂O₄) dengan Metode Kopesipitasi Dan Karakterisasi Sifat Kemagnetannya, *Jurnal Fisika Indonesia*, XIX, 55.
7. Irasari, P., dan Idayanti, N., 2009, Aplikasi Magnet Permanen BaFe₁₂O₁₉ dan NdFeB Pada Generator Magnet Permanen Kecepatan Rendah Skala Kecil, *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 11, 1, 38-41.
8. Shinde, T.J., Gadkarib, A.B., dan Vasambekar, P.N., 2012, Influence of Nd³⁺ Substitution On Structural, Electrical And Magnetic Properties Of Nanocrystalline Nickel Ferrites, *Journal of Alloys and Compounds*, 513, 80-85.
9. Rezlescu, N., Rezlescu, E., Pasnicu, C., and Craus, M.L., 1994, Comparison of The Effects of TiO₂-GeO₂ and R₂O₃ Substitutions In a High Frequency Nickel-Zinc Ferrite, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 136, 319-326.
10. Bi, C., Zhu, M., Zhang, Q., Li, Y., and Wang, H., 2011, Electromagnetic Wave Absorption Properties of Multi-Walled Carbon Nanotubes Decorated With La-doped BaTiO₃ Nanocrystals Synthesized By a Solvothermal Method, *Materials Chemistry and Physics*, 126, 596-601.
11. Priyono, dan Ahyani, M., 2010, Sintesis Barium Hexaferite yang Disubstitusi Ion Mn-Co Melalui Reaksi Padat Dan Pengaruhnya Terhadap Perubahan Struktur Dan Sifat Magnetik, *Prosiding pertemuan ilmiah XXIV HFI Jateng & DIY*, 146-150.
12. Ambarwanti, D., Handoko, E., dan Marpaung, M. A., 2014, Struktur dan Sifat Kemagnetan Material Magnet BaFe₁₂Mn_xZn_xO₁₉ yang Disiapkan Dengan Metode Ultrasonic Mixing, *Prosiding Pertemuan Ilmiah XXVIII HFI Jateng & DIY, Yogyakarta*.
13. Sugiantoro, S., dan Adi, W. A., 2012, Karakterisasi Termal Bahan Magnetik Sistem La_{1-x}Ba_xMnO₃ (0 < X < 0,7) Sebagai Bahan Absorber Gelombang Elektromagnetik, *Prosiding Pertemuan Ilmiah Ilmu Pengetahuan dan Teknologi, Serpong*.
14. Manaf, A., dan Adi, W. A., 2013, Analisis Struktur Single Phase Sistem Ba_{1-x}La_xMnO₃ (0 < X < 0,3), *Jurnal Sains Materi Indonesia*, 14, 2, 136 - 141.
15. Dixit, G., Singh, J.P., Srivastava, R.C., and Agrawal, H.M., 2013, Structural Optical And Magnetic Studies of Ce Doped NiFe₂O₄ Nanoparticles, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 345, 65-71.
16. Przeniosto, R., Sosnowska, I., Fischer, P., Marti, W., Bartolome, F., Bartolome, J., Palacios, E., and Sonntag, R., 1996, Magnetic Moment Ordering of Nd³⁺ and Fe³⁺ in NdFeO₃ at Low Temperature, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 160, 370-371.
17. Rahmy, P. A., 2015, Sintesis dan Karakterisasi Bahan Ni_{1+x}Fe_{2-x}O₄ (x = 0 ; 0,25 ; 0,5 ; 0,75 dan 1) Sebagai Bahan Absorber Gelombang Elektromagnetik, *Skripsi Universitas Sumatera Utara*.

EKSTRAK DAUN EKOR NAGA (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA DALAM MEDIA ASAM

Mitra Yuningsih*, Emriadi, Yeni Stiadi

Laboratorium Fotokimia/Elektrokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: mitra.yuningsih15@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Ekor naga's leaves (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) is a part of plant that rich in secondary metabolites, and potentially as a corrosion inhibitor in acidic media. This study was conducted to identify the corrosion inhibition efficiency possessed by the ekor naga's leaf extract and determine the type of corrosion inhibitor of ekor naga's leaf extract with weight loss method (Weight Loss), potentiodynamic polarization method and analysis of Scanning Electron Microscopy (SEM). Based on the weight loss method known value of the highest inhibition efficiency at the extract concentration of 8,0 g/L at 93,85%. Increased temperatures result in decreased inhibition efficiency. Potentiodynamic polarization measurements showed a ekor naga's leaf extract is a type of cathodic inhibitor. Extract adsorption on the steel surface follows the pattern of Langmuir adsorption isotherm. SEM analysis shows that there are differences in the morphology of the surface of steel St-37, which is immersed in 1 N HCl medium with and without the addition of a ekor naga's leaf extract.

Keywords: *Rhaphidophora pinnata* Schott., Corrosion inhibitor, Weight Loss, Potentiodynamic Polarization, Langmuir isotherm, SEM

I. Pendahuluan

Seiring berkembangnya perindustrian di Indonesia, berbagai masalah muncul dan belum diperhatikan oleh pihak perusahaan. Korosi logam adalah salah satu masalah penting yang dihadapi oleh kelompok industri maju. Diperkirakan bahwa di Amerika Serikat saja biaya tahunan untuk korosi mencapai sepuluh milyar dollar. Di lain pihak kondisi alam Indonesia yang beriklim tropis, dengan tingkat humiditas dan dekat dengan laut adalah faktor yang dapat mempercepat proses korosi. Sekitar 20 triliun rupiah diperkirakan hilang percuma setiap tahunnya karena proses korosi. Angka ini setara 2-5 persen dari total *gross domestic product* (GDP) dari sejumlah industri yang ada [1].

Proses korosi logam berlangsung secara elektrokimia yang terjadi secara simultan pada daerah anoda dan katoda yang membentuk rangkaian arus listrik tertutup. Proses pencegahan korosi dapat dilakukan, diantaranya dengan pelapisan pada permukaan logam, perlindungan katodik, penambahan inhibitor korosi dan lain-lain. Inhibitor korosi sendiri didefinisikan

sebagai suatu zat yang apabila ditambahkan dalam jumlah sedikit ke dalam lingkungan akan menurunkan serangan korosi lingkungan terhadap logam. Inhibitor merupakan metoda perlindungan yang fleksibel, yaitu mampu memberikan perlindungan dari lingkungan yang kurang agresif sampai pada lingkungan yang tingkat korosifitasnya sangat tinggi, mudah diaplikasikan dan tingkat keefektifan biayanya paling tinggi karena lapisan yang terbentuk sangat tipis sehingga dalam jumlah kecil mampu memberikan perlindungan yang luas [2].

Korosi dapat dihambat menggunakan suatu inhibitor yang dapat berasal dari senyawa anorganik maupun organik. Penggunaan inhibitor hingga saat ini masih menjadi solusi terbaik untuk melindungi korosi internal pada logam dan dijadikan sebagai pertahanan utama industri proses dan ekstraksi minyak. Indonesia sangat kaya akan jenis tumbuhan yang dapat dimanfaatkan sebagai inhibitor korosi. Dari sekian banyak penelitian tentang inhibitor korosi, ternyata masih sedikit penelitian

yang mengeksplorasi manfaat tanaman asli Indonesia [3].

Upaya untuk mendapatkan *green* dan *eco-friendly inhibitor*, sudah banyak dilakukan seperti penggunaan bahan alam dari tumbuh-tumbuhan. Daun ekor naga merupakan tanaman yang mengandung senyawa steroid, triterpenoid, alkaloid, flavonoid, saponin, tanin, glikosida, dan glikosida antrakuinon [4]. Salah satu senyawa yang dapat mengendalikan laju korosi pada baja adalah senyawa flavonoid. Penelitian fitokimia ekstrak daun ekor naga menunjukkan bahwa senyawa utama yang terkandung dalam daun ekor naga adalah senyawa fenolik seperti flavonoid. Senyawa ini adalah salah satu senyawa yang dapat berfungsi sebagai inhibitor korosi karena memiliki gugus fungsi yang dapat berikatan dengan logam. Untuk itu penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi efektifitas ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) dalam pencegahan laju korosi pada baja. Diharapkan dengan adanya ide ini, dapat bermanfaat untuk pemanfaatan ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) secara lebih lanjut, serta peranan flavonoid dalam ekstrak tersebut sebagai senyawa inhibitor korosi pada besi dan baja [5].

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah Baja St.37, daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.), asam klorida (HCl 37%) sebagai medium korosif, metanol, akuades, aseton, elektroda Pt, kloroform, serbuk Mg, anhidrida asetat, H₂SO₄ p.a, plat KLT, NaOH 1%, pereaksi Mayerdan kertas saring.

Alat-alat yang digunakan antara lain neraca analitik, jangka sorong, ampelas besi, kaca arloji, labu didih, oven, *potensio-stat*, *rotary evaporator*, *waterbath*, gerinda, termometer, alat gelas, *hot plate*, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Persiapan spesimen baja

Baja berbentuk batang dipotong dengan diameter $\pm 2,5$ cm dan ketebalan $\pm 0,1$ cm. Kemudian dibersihkan dan dihaluskan permukaannya dengan menggunakan ampelas besi dan dibilas dengan akuades. Dibilas kembali dengan aseton untuk menghilangkan lemak yang mungkin menempel pada spesimen. Selanjutnya baja dikeringkan dengan oven. Setelah kering, baja ditimbang dan hasil penimbangan dinyatakan sebagai berat awal (m_1).

2.2.2 Pembuatan ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.)

Daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) dikering anginkan sampai kering lalu dihaluskan dengan gerinda dan timbang sebanyak 750 g. Sampel tersebut dimaserasi dengan metanol sebanyak ± 1500 mL. Ekstrak yang didapat disaring dan diuapkan pelarutnya dengan menggunakan *rotary evaporator* sehingga didapatkan ekstrak pekat. Ekstrak pekat daun ekor naga disimpan kedalam gelas kaca untuk dibuat larutan inhibisi dengan konsentrasi yang berbeda-beda.

2.2.3 Uji fitokimia daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.)

Metode pemeriksaan kandungan flavonoid, triterpenoid, steroid, dan senyawa fenolik, yaitu:

Sebanyak 2 g ekstrak pekat dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Kemudian dimaserasi dengan metanol yang telah dipanaskan (di atas penangas air) selama 15 menit. Disaring ke dalam tabung reaksi lain dan biarkan seluruh metanol menguap hingga kering. Lalu ditambahkan kloroform dan air dengan perbandingan 1:1 masing-masing sebanyak 5 mL, kocok dengan baik, kemudian pindahkan ke dalam tabung reaksi, biarkan hingga terbentuk dua lapisan kloroform-air. Lapisan kloroform di bagian bawah digunakan untuk pemeriksaan senyawa triterpenoid dan steroid. Sedangkan lapisan air digunakan untuk pemeriksaan senyawa fenolik dan flavonoid.

2.2.4 Pembuatan larutan medium korosif dengan adanya penambahan ekstrak daun ekor naga

Ekstrak pekat daun ekor naga yang telah didapatkan selanjutnya divariasikan konsentrasinya yaitu, 0,5 g/L; 1,0 g/L; 2,0 g/L; 4,0 g/L dan 8,0 g/L dari larutan induk 20 g/L. Masing-masing variasi konsentrasi ekstrak ditambahkan 10 mL HCl 5 N. Selanjutnya ditambahkan dengan akuades sampai volume 50 mL.

2.2.5 Penentuan laju korosi berdasarkan metode kehilangan berat dengan adanya pengaruh suhu

Baja direndam dalam HCl 1 N dengan dan tanpa adanya ekstrak daun ekor naga pada berbagai konsentrasi. Dilakukan variasi suhu yaitu, 30°, 40°, 50°, dan 60°C selama 7 jam menggunakan *waterbath*. Kemudian dibersihkan, dicuci, dan dikeringkan dalam oven. Setelah kering baja ditimbang dan hasil penimbangan dinyatakan sebagai berat akhir (m_2).

2.2.6 Analisis Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Baja direndam dalam HCl 1 N dengan penambahan ekstrak 8,0 g/L pada suhu kamar selama 7 hari. Produk korosi yang menempel pada permukaan baja diambil dan dikeringkan. Produk korosi yang sudah kering dianalisis dengan menggunakan alat FTIR.

2.2.7 Pengukuran polarisasi potensiodinamik

Pada pengukuran polarisasi potensiodinamik digunakan baja St.37 sebagai elektroda kerja dengan diameter 0,16 cm dan luas permukaan 0,020 cm², elektroda Pt sebagai elektroda pembantu dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Pengukuran polarisasi potensiodinamik dilakukan dalam medium HCl yang mengandung campuran konsentrasi inhibitor, 0,5 g/L; 1,0 g/L; 2,0 g/L; 4,0 g/L dan 8,0 g/L. Ketiga elektroda dicelupkan kedalam bejana berisi medium korosif tanpa dan dengan adanya inhibitor berbagai variasi konsentrasi. Kemudian dihubungkan dengan potensiostat dan diukur potensial sehingga diperoleh kurva hubungan antara potensial (mV) dengan log arus (mA/cm²). Sehingga diperoleh kurva polarisasi potensiodinamik.

2.2.8 Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM)

Baja direndam selama 3 hari dalam HCl 1 N tanpa dan dengan adanya ekstrak daun ekor naga 8,0 g/L, kemudian baja dikeringkan dan dilakukan analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dengan perbesaran 1000 kali dilakukan untuk baja tanpa perlakuan.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Uji Fitokimia Ekstrak Daun Ekor Naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.)

Uji fitokimia bertujuan untuk mengidentifikasi kandungan senyawa metabolit sekunder yang terkandung di dalam ekstrak daun ekor naga. Tabel 1 menunjukkan bahwa di dalam ekstrak daun ekor naga mengandung beberapa senyawa metabolit sekunder seperti flavonoid, fenolik, alkaloid, triterpenoid, steroid dan saponin yang dinyatakan dengan tanda positif (+). Sedangkan untuk kumarin tidak terdapat di dalam ekstrak dan dinyatakan dengan tanda negatif (-).

Tabel 1. Hasil uji fitokimia

Senyawa	Hasil Uji
Flavonoid	+
Fenolik	+
Steroid	+
Triterpenoid	+
Alkaloid	+
Saponin	+
Kumarin	-

3.2 Analisis dengan Metode Kehilangan Berat (*Weight Loss*)

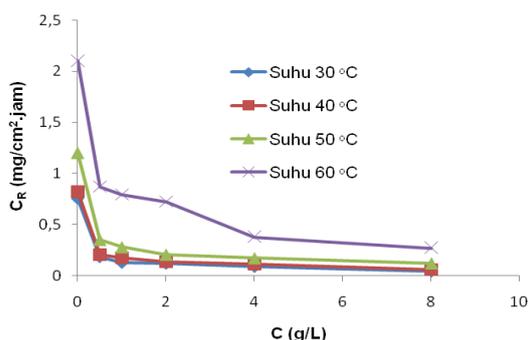
Penentuan nilai laju korosi pada baja St-37 diidentifikasi dengan menggunakan metode kehilangan berat (*Weight Loss*). Metode kehilangan berat ini bertujuan untuk mengidentifikasi pengaruh penambahan ekstrak daun ekor naga terhadap laju korosi baja St-37 di dalam medium HCl 1 N. Baja St-37 direndam di dalam larutan HCl 1 N dengan variasi penambahan ekstrak daun ekor naga mulai dari konsentrasi 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; dan 8,0 g/L.

3.3.1 Laju korosi dengan penambahan ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata*)

Schott.) dalam medium HCl 1 N pada variasi suhu perendaman selama 7 jam

Gambar 1 menunjukkan semakin besarnya nilai penurunan laju korosi seiring meningkatnya penambahan konsentrasi ekstrak daun ekor naga. Selain itu dengan meningkatnya suhu perendaman baja maka laju korosi juga semakin meningkat. Hal ini dikarenakan dengan meningkatnya suhu maka energi kinetik antar partikel juga semakin besar sehingga dapat meningkatkan laju korosi baja.

Gambar 1. juga mengindikasikan bahwa ekstrak daun ekor naga efektif digunakan sebagai inhibitor korosi. Hal ini disebabkan karena gugus-gugus dari senyawa metabolit sekunder yang terdapat di dalam ekstrak daun ekor naga berikatan dengan logam-logam yang terkandung dalam baja St-37 membentuk senyawa kompleks yang lebih stabil, sehingga dapat memperlambat reaksi korosi pada baja.



Gambar 1. Pengaruh konsentrasi inhibitor terhadap laju korosi baja St-37 dalam larutan HCl 1 N tanpa dan dengan penambahan inhibitor ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) pada variasi suhu perendaman selama 7 jam

Tabel 2. menunjukkan nilai laju korosi baja St-37 semakin menurun seiring meningkatnya konsentrasi ekstrak daun ekor naga. Sebaliknya dengan meningkatnya suhu laju korosi baja juga semakin meningkat. Hal ini dikarenakan suhu dapat mempercepat laju korosi pada baja. Selain itu Tabel 2. juga menunjukkan nilai laju korosi baja paling besar adalah

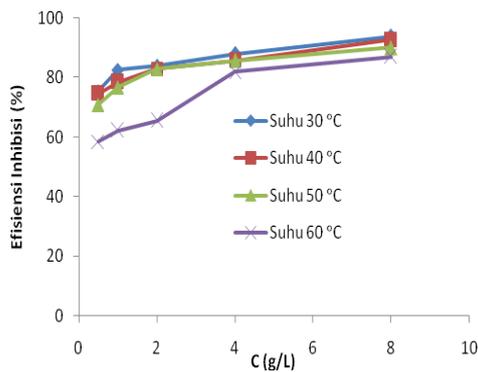
pada perendaman di dalam HCl 1 N tanpa penambahan ekstrak.

Tabel 2. Laju korosi dengan penambahan ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) dalam medium HCl 1 N pada variasi suhu perendaman selama 7 jam

Konsentrasi Ekstrak (g/L)	C_R (mg/cm ² ·jam)			
	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C
0	0,7529	0,8263	1,2018	2,1011
0,5	0,1853	0,2093	0,3493	0,8719
1	0,1304	0,1769	0,2789	0,7949
2	0,1216	0,1405	0,2056	0,7234
4	0,0899	0,1177	0,1709	0,3799
8	0,0463	0,0607	0,1196	0,2719

3.3.2 Efisiensi korosi dengan penambahan ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) dalam medium HCl 1 N pada variasi suhu perendaman selama 7 jam

Gambar 2 menunjukkan pengaruh penambahan ekstrak daun ekor naga terhadap efisiensi inhibisi korosi baja St-37. Efisiensi inhibisi merupakan nilai yang menunjukkan kemampuan ekstrak daun ekor naga sebagai inhibitor korosi baja. Dari Gambar 2 terlihat bahwa dengan meningkatnya konsentrasi ekstrak daun ekor naga maka semakin besar pula persen efisiensi inhibisi korosi baja St-37. Hal ini dikarenakan interaksi yang terjadi antara ekstrak daun ekor naga dengan baja melalui mekanisme adsorpsi ekstrak membentuk lapisan tipis yang dapat melindungi baja dari reaksi korosi. Efisiensi inhibisi tertinggi yaitu pada konsentrasi ekstrak daun ekor naga 8,0 g/L sebesar 93,8546 % pada suhu 30 °C yang ditunjukkan pada Tabel 3.



Gambar 2. Pengaruh konsentrasi inhibitor terhadap efisiensi inhibisi korosi baja St-37 dalam larutan HCl 1 N tanpa dan dengan penambahan inhibitor ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) pada variasi suhu perendaman selama 7 jam

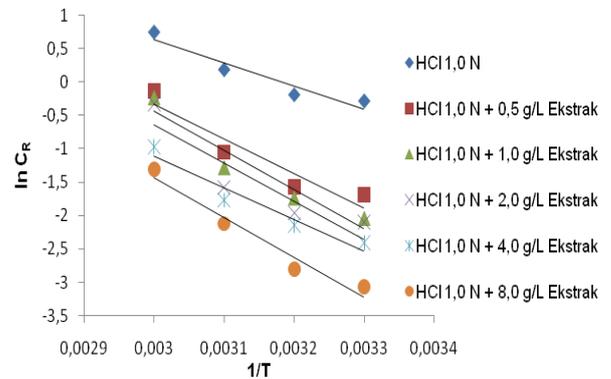
Tabel 3. Pengaruh konsentrasi inhibitor terhadap efisiensi inhibisi korosi baja St-37 dalam larutan HCl 1 N tanpa dan dengan penambahan inhibitor ekstrak daun Ekor Naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) pada variasi suhu perendaman selama 7 jam

Konsentrasi Ekstrak (g/L)	% EI			
	30 °C	40 °C	50 °C	60 °C
0	0	0	0	0
0,5	75,3961	74,6708	70,9359	58,5045
1	82,6842	78,5862	76,7939	62,1675
2	83,8550	82,9958	82,8964	65,5701
4	88,0651	85,7561	84,6946	81,8165
8	93,8546	92,6585	90,0436	87,0543

Tabel 3 menunjukkan nilai efisiensi inhibisi korosi semakin meningkat seiring meningkatnya penambahan konsentrasi ekstrak daun ekor naga. Namun dengan meningkatnya suhu efisiensi inhibisi semakin menurun, hal ini disebabkan karena suhu tinggi dapat merusak senyawa metabolit yang terdapat di dalam ekstrak daun ekor naga. Sehingga efisiensi inhibisi korosi terhadap baja menjadi menurun.

3.3. Penentuan Energi Aktivasi

Gambar 3. aluran Arrhenius menunjukkan hubungan antara $1/T$ dengan $\ln V$ yang mana nilai slope dari persamaan garis lurus tersebut dapat digunakan untuk menentukan nilai energi aktivasi.



Gambar 3. Aluran Arrhenius untuk korosi baja St-37 dalam larutan HCl 1 N tanpa dan dengan penambahan ekstrak daun ekor naga pada beberapa variasi konsentrasi

Pada Tabel 4 terlihat bahwa nilai energi aktivasi pada HCl 1 N dengan penambahan ekstrak lebih besar dibandingkan dengan blanko. Besarnya nilai energi aktivasi pada penambah ekstrak ini disebabkan telah terbentuknya ikatan kimia *monolayer* pada permukaan baja sehingga reaksi korosi semakin sulit terjadi. Nilai ΔH° positif mengindikasikan bahwa selama perendaman baja mengalami reaksi endoterm. Nilai ΔH° dengan penambahan ekstrak lebih besar dibandingkan blanko mengindikasikan bahwa dibutuhkan energi yang besar untuk dapat terjadinya proses korosi baja.

Selain itu nilai ΔH° yang rata-rata >40 kJ/mol menunjukkan ikatan antara senyawa yang terdapat di dalam ekstrak dengan logam-logam pada permukaan baja adalah ikatan kimia yang membentuk lapisan *monolayer*. Nilai ΔS° semakin kecil dengan penambahan ekstrak menunjukkan bahwa dengan penambahan ekstrak daun ekor naga sebagai inhibitor dapat memperlambat laju korosi.

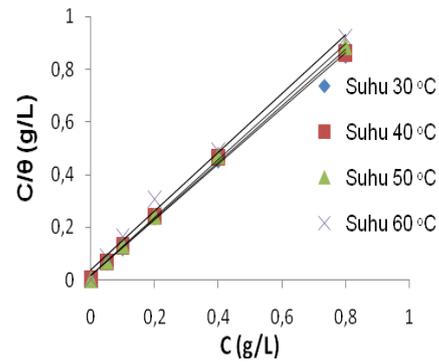
Tabel 4. Nilai energi aktivasi tanpa dan dengan penambahan ekstrak daun ekor naga

Medium HCl 1 N + Ekstrak (g/L)	Energi Aktivasi (kJ/mol)	ΔH° (kJ/mol)	ΔS° (J/mol)
(Blanko)	28,7082	26,0644	34,3462
0,5	42,8836	40,2481	13,1644
1,0	48,8780	46,2258	11,1134
2,0	47,6475	45,0037	11,7464
4,0	39,0592	36,4153	52,4935
8,0	49,8258	47,1819	0,81366

3.4 Penentuan Isoterm Adsorpsi

Salah satu metode yang dapat digunakan untuk mekanisme inhibisi korosi menggunakan sampel bahan alam adalah metode adsorpsi. Dari mekanisme adsorpsi ekstrak bahan alam dapat memberikan efek proteksi terhadap baja karena adsorpsi ekstrak membentuk lapisan tipis yang dapat memberikan perlindungan pada permukaan baja sehingga dapat menghambat korosi. Studi tentang metode adsorpsi telah dihitung menggunakan persamaan isoterm Langmuir, Freundlich dan Temkin [25].

Gambar 4. menunjukkan terjadinya adsorpsi isoterm Langmuir yang mengindikasikan terjadinya ikatan kimia antara gugus kimia dari senyawa metabolit sekunder yang terkandung di dalam ekstrak daun ekor naga dengan logam-logam yang terdapat dalam baja St-37. Digunakan adsorpsi isoterm Langmuir karena nilai koefisien korelasi (R^2) yang ditunjukkan 0,998 (mendekati 1) [25]. Selain itu adsorpsi isoterm Langmuir juga menunjukkan bahwa ikatan yang terjadi membentuk lapisan tunggal (*monolayer*). Sehingga ikatan antara senyawa di dalam ekstrak daun ekor naga dengan logam-logam yang ada di dalam baja sangat kuat dan membentuk senyawa kompleks yang lebih stabil. Adsorpsi isoterm Langmuir juga dapat menentukan nilai konstanta adsorpsi (K_{ads}) ekstrak daun ekor naga pada permukaan baja dan nilai energi Gibb (ΔG_{ads}) yang ditunjukkan pada Tabel 5.



Gambar 4. Isoterm adsorpsi Langmuir untuk korosi baja dalam medium HCl 1 N dengan waktu perendaman 7 jam berdasarkan pengukuran kehilangan berat

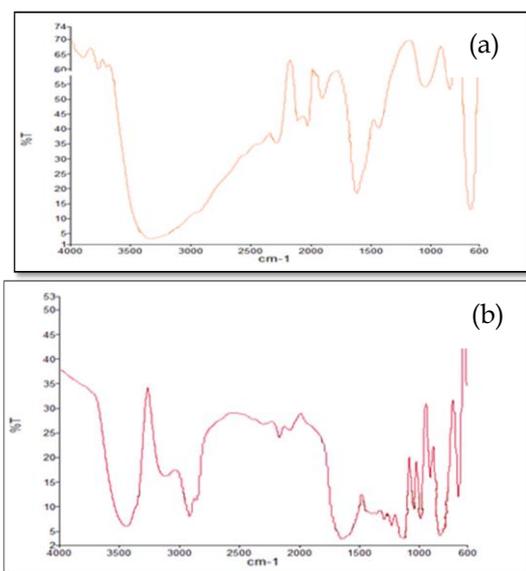
Tabel 5. Parameter termodinamik untuk adsorpsi ekstrak daun ekor naga pada baja St-37 dalam HCl 1 N pada masing-masing suhu berdasarkan hasil isoterm Langmuir

Suhu (°C)	K_{ads}	ΔG_{ads} (kJ/mol)
30	47,6191	-26,5834
40	41,6667	-73,9643
50	45,4545	-82,4336
60	18,5185	-11,6063

Pada Tabel 5. terlihat bahwa Nilai K_{ads} pada dasarnya menurun seiring dengan meningkatnya suhu. Hal ini menunjukkan bahwa dengan meningkatnya suhu kemampuan adsorpsi ekstrak daun ekor naga pada permukaan baja semakin rendah, yang disebabkan dengan meningkatnya suhu tumbukan antar molekul pada baja dengan HCl akan semakin besar sehingga ekstrak semakin sulit teradsorpsi. Nilai ΔG_{ads} besar dari -20 kJ/mol menunjukkan interaksi antara ekstrak daun ekor naga dengan baja membentuk ikatan kuat monolayer pada permukaan baja yang mengindikasikan mekanisme adsorpsi kimia (*chemisorption*) selain itu ΔG_{ads} negatif menunjukkan reaksi kimia yang terjadi berlangsung spontan [25].

3.5 Analisis Fourier Transform Infra Red (FTIR)

Setiap senyawa memiliki gugus fungsi spesifik masing-masingnya. Senyawa yang dapat dijadikan sebagai inhibitor korosi adalah senyawa yang memiliki gugus fungsi hidroksil (OH⁻), karboksil (-COOH), karbonil (=CO), -CO-, C-H, =CH₂, -C=C-, -C≡C-, -C-Cl, amina (-C≡N) dan lainnya yang memiliki pasangan elektron yang dapat berikatan langsung membentuk kompleks yang stabil pada permukaan logam. Spektrum infra merah digunakan untuk mengetahui gugus fungsi yang berperan sebagai inhibitor korosi dari senyawa metabolit sekunder yang terkandung dalam ekstrak daun ekor naga [23].



Gambar 5. Spektrum FTIR (a) Ekstrak daun ekor naga (b) Produk korosi pada permukaan baja dalam HCl 1 N dengan penambahan ekstrak 8,0 g/L yang direndam pada suhu 30 °C.

Gambar 5 (a) memperlihatkan spektrum infra merah dari ekstrak daun ekor naga. Dari spektrum terlihat bahwa di dalam ekstrak daun ekor naga mengandung gugus -OH pada angka gelombang 3448,75 cm⁻¹ dengan puncak lebar yang diindikasikan merupakan -OH alkohol, gugus -C≡N pada angka gelombang 2166,76 cm⁻¹, gugus -C≡C- pada angka gelombang 2075,75 cm⁻¹ dengan puncak serapan yang sedang,

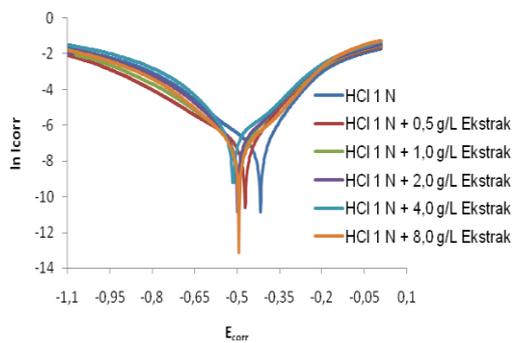
gugus -C=C- stretching pada angka gelombang 1640,33 cm⁻¹, gugus -CO- pada angka gelombang 1006,26 cm⁻¹ dan gugus -C-Cl pada angka gelombang 622,33 cm⁻¹ dengan puncak serapan yang lemah. Sedangkan Gambar 5 (b) memperlihatkan spektrum infra merah dari produk korosi baja yang direndam di dalam HCl 1 N dengan penambahan ekstrak daun ekor naga dengan konsentrasi 8,0 g/L. Dari spektrum terlihat bahwa terjadi interaksi antara HCl dan ekstrak daun ekor naga yang teradsorpsi pada permukaan baja. Terlihat kemunculan gugus -OH bergeser ke angka gelombang 3341,49 cm⁻¹ dan puncak yang dihasilkan lebih tajam yang diindikasikan merupakan -OH karboksil, gugus C-H alifatik muncul pada angka gelombang 2920,03 cm⁻¹, gugus -C≡N bergeser ke angka gelombang 2107,74 cm⁻¹ dengan puncak serapan yang lemah, gugus -C≡C- bergeser ke angka gelombang 2007,01 cm⁻¹ dengan puncak serapan yang lemah, gugus -C=C- stretching bergeser ke angka gelombang 1611,14 cm⁻¹ dengan puncak yang lebih lebar, gugus -CO- bergeser ke angka gelombang 1042,25 cm⁻¹, dan gugus -C-Cl bergeser ke angka gelombang 659,92 cm⁻¹ dengan puncak serapan yang tajam. Data tersebut menunjukkan bahwa antara spektrum infra merah dari ekstrak daun ekor naga dan spektrum infra merah dari produk korosi pada permukaan baja memiliki pergeseran kimia yang relatif sama. Namun ada sedikit perbedaan terdapat pada kuat atau lemahnya puncak serapan yang dihasilkan, serta ada beberapa puncak serapan yang hilang dan ada pula puncak serapan baru yang muncul. Selain itu dari perubahan pergeseran angka gelombang yang ditunjukkan spektrum infra merah, mengindikasikan terjadi interaksi antara senyawa yang terkandung di dalam ekstrak daun ekor naga dengan baja melalui adsorpsi ekstrak pada permukaan baja. Sehingga ekstrak daun ekor naga memiliki efek proteksi dan dapat menghambat laju korosi baja.

3.6 Pengukuran Polarisasi Potensiodinamik

Kurva polarisasi potensiodinamik diekstrapolasikan menggunakan menggunakan metode Tafel. Selain itu

kurva polarisasi potensiodinamik menunjukkan interaksi antara ekstrak daun ekor naga dengan elektroda baja St-37. Gambar 6 menunjukkan bahwa kurva HCl terletak disebelah kanan kurva dengan penambahan ekstrak daun ekor naga. Hal ini mengindikasikan bahwa ekstrak daun ekor naga merupakan inhibitor katodik.

Pada Tabel 6. terlihat bahwa potensial korosi (E_{corr}) blanko lebih besar dibandingkan dengan adanya penambahan ekstrak. Hal ini mengindikasikan bahwa ekstrak daun ekor naga merupakan jenis inhibitor katodik. Selain itu nilai arus korosi (I_{corr}) baja berbanding lurus dengan nilai potensial korosi, yang mana nilai potensial korosi dan arus korosi menurun seiring meningkatnya konsentrasi ekstrak dau ekor naga. Sedangkan nilai efisiensi yang terukur menggunakan metode polarisasi potensiodinamik meningkat seiring bertambahnya konsentrasi ekstrak daun ekor naga. Hal ini membuktikan antara metode kehilangan berat dan metode polarisasi potensiodinamik menunjukkan hasil yang sama, yaitu nilai efisiensi inhibisi korosi baja meningkat dengan meningkatnya konsentrasi ekstrak daun ekor naga. Artinya ekstrak daun ekor naga mengandung senyawa organik bahan alam yang efektif digunakan sebagai inhibitor korosi baja.



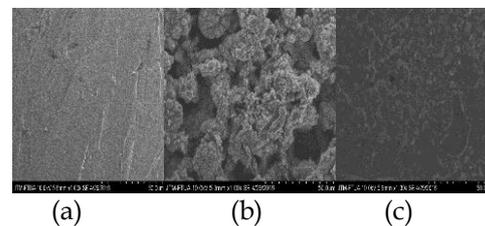
Gambar 6. Kurva Polarisasi Potensiodinamik tanpa dan dengan penambahan ekstrak daun ekor naga dalam medium HCl 1 N.

Tabel 6. Nilai potensial korosi, arus korosi dan efisiensi inhibisi korosi baja dari ekstrapolasi aluran tafel tanpa dan dengan adanya penambahan ekstrak daun ekor naga

Konsentrasi Ekstrak (g/L)	E_{corr} (v)	I_{corr} ($\mu\text{A}/\text{cm}^2$)	EI (%)
0	-0,496	0,0386	0
0,5	-0,696	0,0068	82,3326
1,0	-0,568	0,0060	84,3702
2,0	-0,566	0,0051	86,9207
4,0	-0,498	0,0032	91,6533
8,0	-0,556	0,0022	94,3501

3.7 Analisis Scanning Electron Microscopy (SEM)

Salah satu cara untuk membuktikan pengaruh penambahan ekstrak daun ekor naga terhadap perubahan laju korosi baja adalah dengan analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM). Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) memberikan informasi tentang bentuk morfologi baja sebelum perlakuan, di rendam dalam HCl 1 N dan direndam dalam HCl 1 N dengan penambahan ekstrak.



Gambar 7. Hasil *Scanning Electron Microscopy* (SEM) permukaan baja dengan perbesaran 1000x (a) Tanpa perlakuan (b) Pada larutan HCl 1 N (c) Pada larutan HCl 1 N + 8,0 g/L ekstrak daun ekor naga

Gambar 7. memperlihatkan hasil *Scanning Electron Microscopy* (SEM) dari permukaan baja St-37 dengan perbesaran 1000x. Gambar 7 (a) baja tanpa perlakuan menunjukkan permukaan baja yang masih rata, bersih, tidak berpori, belum ada lubang-lubang dan halus yang belum mengalami korosi. Hal ini disebabkan tidak ada interaksi antara HCl sebagai medium

korosif dengan baja. Gambar 7 (b) menunjukkan morfologi permukaan baja setelah direndam di dalam medium korosif HCl 1 N selama 3 hari. Terlihat jelas bahwa baja tersebut telah mengalami korosi dan terjadi kerusakan pada permukaan baja sehingga berlubang dan tidak rata. Hal ini disebabkan terjadi interaksi antara HCl 1 N dengan baja sehingga terjadi korosi. Gambar 7 (c) menunjukkan permukaan baja yang direndam dalam HCl 1 N + 8,0 g/L ekstrak daun ekor naga. Terlihat morfologi baja lebih rata dan halus dibandingkan dengan baja yang direndam dalam HCl 1 N saja. Hal ini disebabkan ekstrak daun ekor naga yang teradsorpsi pada permukaan baja membentuk lapisan tipis. Yang mana terjadinya interaksi antara gugus fungsi dari senyawa yang ada dalam ekstrak daun ekor naga dengan baja membentuk ikatan kimia *monolayer* yang kuat. Sehingga permukaan baja menjadi terlindungi dan terproteksi dan dapat menghambat laju korosi.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa ekstrak daun ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.) merupakan senyawa alami yang efektif digunakan sebagai inhibitor korosi baja dalam media asam. Nilai efisiensi inhibisi tertinggi dari ekstrak daun ekor naga sebesar 93,85 % yaitu pada konsentrasi 8,0 g/L dengan suhu perendaman 30°C. Nilai efisiensi inhibisi korosi meningkat seiring meningkatnya penambahan ekstrak daun ekor naga dalam HCl 1 N. Laju korosi menurun dengan meningkatnya penambahan ekstrak daun ekor naga dan menurun seiring meningkatnya suhu. Inhibisi korosi baja dengan menggunakan inhibitor ekstrak daun ekor naga mengikuti pola adsorpsi isoterm Langmuir. Pengukuran polarisasi potenciodinamik menunjukkan bahwa ekstrak daun ekor naga merupakan jenis inhibitor katodik. Analisis *Scanning Electron Microscopy* (SEM) menunjukkan perbedaan morfologi baja St-37 tanpa perlakuan, yang direndam dalam medium korosif HCl 1 N dan yang direndam dalam medium korosif dengan penambahan ekstrak daun ekor naga.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih untuk Kemenristek Dikti atas Hibah Proposal Program Kreativitas Mahasiswa sehingga penelitian dapat selesai dan juga ucapan terima kasih untuk rekan-rekan, kakak-kakak serta analis di laboratorium Foto/Elektrokimia atas motivasinya.

Referensi

1. Aidio M., Sri H., dan Yetri Y., 2016, Pengendalian Laju Korosi pada Baja API 5L Grade B N Menggunakan Ekstrak Daun Gambir (*Uncaria gambir Roxb*). *Jurnal Fisika Unand*, 5(2),175-177.
2. Mejeha, U., dan Oksoma, A, 2010, Inhibitive Effect of Solanum melongena L. Leaf Extract on The Corrosion of Aluminium in Tetraoxosulphate (VI) Acid, *African Journal of Pure and Applied Chemistry*, 4,158-165.
3. Fajar M. S., 2013, Analisa Korosi dan Pengendaliannya, *Jurnal Foundry*, 3(1) , 29-29.
4. Oguzie, E., E., 2008, Evaluation of the inhibitive effect of some plant extracts on the acid corrosion of mild steel. *Corrosion Science*, 43,168-178.
5. Singh, M., Ramananda, Kaushal, G., 2015, The litchi (Litchi Chinensis) peels extract as a potential green inhibitor in prevention of corrosion of mild steel in 0.5 M H₂SO₄ solution, *Arabian Journal of Chemistry*, 5,467-474.
6. Abiola, O. K., James, A. O., 2009, The effects of Aloe vera extract on corrosion and kinetics of corrosion of zinc in HCl solution, *Corrosion Science*, 4, 69-77.
7. Onuegbu, T.U., Umoh, E.T., dan Ehiedu, C.N., 2013, *Emilia sonchifolia* Extract as Green Corrosion Inhibitor for mild steel in Acid Medium using Weight Loss Method, *Journal of Natural Sciences Research*, 3(9),52-55.
8. Kumpawat, N., Chaturvedi, A., Upadhyay, R., K., 2012, Corrosion Inhibitor of Mild Steel by Alkaloid Extract of *Ocimum sanctum* in HCl and HNO₃ Solution, *Res. J. Chem. Sci*, 2(5),51-56.
9. Sari, A.K.P, Emriadi, dan Stiadi, Y., 2013, Pemanfaatan Ekstrak Daun

- Jambu Biji (*Psidium Guajava L.*) sebagai Inhibitor Korosi Baja St.37 dalam Medium Asam Klorida, *Jurnal Kimia Unand*.
10. Kamal, C., Sethuraman, M., 2012, Spirulina platensis - A novel green inhibitor for acid corrosion of mild steel. *Arabian Journal of Chemistry*, 5,155-161.
 11. Amitha R., Bharathi B.J.B., 2012, Green Inhibitor for Corrosion Protection of Metals and Alloy: An overview, *International Journal of Corrosion*, 6, 6442-6455
 12. Deepa P., Rao P. 2013, Coriandrum sativum L. –A novel green inhibitor for the corrosion inhibition of aluminium in 1.0 M phosphoric acid solution, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 1, 676–683.
 13. Destyorini, Fredina, D. I., Rudyardjo, Triwikantoro, 2011, Ketahanan Korosi Paduan Amorf Berbasis Zirkonium $Zr_{69.5}Cu_{12}Ni_{11}Al_{7.5}$ dalam Lingkungan NaCl, *Jurnal Ilmu Pengetahuan dan Teknologi*, 29(2), 39-46.
 14. Risandi, Y., Emriadi, Stiadi, Y., 2012, Ekstrak daun pepaya (*Carica papaya*) sebagai inhibitor korosi baja St-37 dalam medium asam sulfat, *Jurnal Kimia Unand*, 1(1),1677-1688.
 15. Badan Pusat Statistik (BPS), 2013, Luas Panen, Produksi, dan Produktivitas Tanaman Obat-obatan, Jakarta, *Badan Pusat Statistik*.
 16. Haryati. Potensi dan Peluang Tanaman Obat. Erlangga, 2008, Jakarta
 17. Antonia, Maria M.F. Klasifikasi senyawa metabolit sekunder tanaman ekor naga (*Rhaphidophora pinnata* Schott.), *Jurnal Biologi USU*, 2015, 1,25-41.
 18. Nidia, B, Stiadi, Y., Emriadi, 2013, Inhibisi korosi baja oleh ekstrak kulit buah rambutan (*Nephelium lappaceum* Linn.) dalam medium asam sulfat, *Jurnal Kimia Unand*, 2(2),133-143.
 19. Emriadi, Stiadi, Y., Djaloeis, M., 1999, Inhibisi korosi baja untuk tanin dalam larutan sulfat dan campuran sulfat klorida. *Jurnal Kimia Unand*, 5(2),66-70.
 20. Patel, N.S., Hedlicka, J., dan Beranek, M., 2015, Extract of *Phyllanthus fraternus* leaves as corrosion inhibitor for mild steel in H_2SO_4 solution, *International Journal of Electrochemical Science*, 9,2805-2815.
 21. Yetri, Y., Emriadi, Jamarun, N., dan Gunawarman, 2014, Corrosion Inhibitor Efficiency of Mild Steel in Hydrochloric Acid by Adding Theobroma Cacao Peel Extract, *International Conference on Biological, Chemical and Environmental Sciences (BCES-2014)*,14-15.
 22. Butar, B., Febrianto, 2009, Instrumentasi eDAQ dan benda uji, 37-38.
 23. Boumhara,K.,Tabyaoui, M., 2015, *Artemisia mesatlantica* essential oil as green inhibitor for carbon steel corrosion In 1 M HCl solution: Electrochemical and XPS investigations, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 29, 146-155.
 24. Odewunmi N.A., Umoren S.A., dan Gasem Z.M., 2015, Utilization of watermelon rind extract as a green corrosion inhibitor for mild steel in acidic media, *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 21,239-247.
 25. Emriadi, 2006, Kimia Koloid dan Permukaan, *Andalas University Press*, 68-82.

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI FRAKSI ETIL ASETAT DAUN MIANA (*PLECTRANTHUS SCUTELLARIODES*, (L)) SEBAGAI ANTIOKSIDAN

Ridho Jumadil*, Yunazar Manjang, Afrizal

Laboratorium Kimia Bahan Alam Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: ridhojumadil@yahoo.co.id

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: The isolation of secondary metabolites from Miana leaves has been completed. The isolation was carried out applying both maseration method with the use of methanol as a solvent and fractination method using solvent hexane and ethyl acetate. Antioxidant of fractions of each solvent was tested by using free radical method 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl and IC₅₀ values of hexane, ethyl acetate and methanol fraction assessed at 141,86 ; 20,52; & 24,76 mg/L respectively. Those data indicate that ethyl acetate fraction of miana leaves is the most active antioxidant with IC₅₀ 20,52 mg/L. Then ethyl acetate fraction was chromatographed employing silica gel as stationary phase whilst hexane, ethyl acetate, and methanol solvent as mobile phase with *Step Gradien Polarity* (SGP) system. Isolation yield compound belong in flavonoid group in the form of white solid with Rf 0,7 (ethyl acetate : methanol 6 : 4) and provides a single blue stain under the beam of UV 365 nm light.

Keywords: (*Plechtranthus scutellariodes* (L)), Secondary metabolites, Antioxidant

I. Pendahuluan

Keanekaragaman tumbuhan di Indonesia merupakan salah satu kekayaan alam yang perlu dilestarikan mengingat peranan dan khasiat tumbuhan dapat memberikan manfaat bagi kesehatan masyarakat. Tumbuh-tumbuhan merupakan salah satu sumber senyawa bahan alam hayati yang memegang peranan penting dalam pemanfaatan zat kimia berkhasiat. Didukung oleh penelitian ilmiah tumbuhan yang secara fungsional tidak lagi dipandang sebagai bahan konsumsi maupun penghias, tetapi sebagai tanaman obat yang multifungsi. Penggunaan senyawa bahan alam sebagai obat bukan hal baru, sejak manusia ada dipermukaan bumi, mencoba mengobati berbagai macam penyakit yang dideritanya menggunakan senyawa bahan alam secara turun temurun dan dipergunakan sampai sekarang. Berbagai tumbuhan liar maupun yang dipelihara secara tradisional dapat dipergunakan sebagai obat (racikan sederhana) karena memiliki khasiat yang menyembuhkan serta komposisi kimia yang dimilikinya [1].

Salah satu dari tumbuhan berkhasiat ini adalah tumbuhan miana (*Coleus atropurpureus* Benth.). Secara tradisional daun tumbuhan miana digunakan untuk membantu menghilangkan rasa nyeri, sembelit, sakit perut, mempercepat pematangan bisul, pembunuh cacing, ambeien, diabetes melitus, wasir, demam dan radang telinga. Sedangkan akarnya dapat mengatasi perut mulas dan mencret. Penggunaannya untuk obat-obatan dilakukan dengan meminum air rebusan daun atau batang atau dengan menggiling daun tumbuhan iler sampai halus dan dicampur dengan air minum dan disaring kemudian air saringan tersebut kemudian diminum. Pengujian efek antiinflamasi berbagai ekstrak daun tumbuhan miana pada hewan tikus putih jantan, menunjukkan bahwa ekstrak yang mempunyai daya anti inflamasi terbaik adalah infus daun miana. Hasil penapisan fitokimia terhadap daun dan infusa daun miana menunjukkan adanya senyawa flavonoid, saponin dan polifenol. Uji daya antibakteri dilakukan juga terhadap ekstrak daun iler terhadap bakteri *Bacillus subtilis*, *Escherichia coli*, *Pseudomonas aeruginosa* dan *Staphylococcus aureus*. Dari hasil penelitian

aktivitas antibakteri menunjukkan bahwa fraksi n-heksan dan etanol memberikan aktivitas antibakteri yang terbaik terhadap *Escherichia coli* [2,3,4].

Tujuan dilakukan penelitian ini adalah untuk enentukan aktivitas antioksidan dari fraksi daun miana (*Plectranthus scutellariodes* (L)) dan mengisolasi dan mengkarakterisasi senyawa metabolit sekunder dari daun miana (*Plectranthus scutellariodes* (L)).

Tumbuhan miana tumbuh subur di daerah dataran rendah sampai ketinggian 1500 meter diatas permukaan laut dan merupakan tanaman semusim. Umumnya tumbuhan ini ditemukan di tempat lembab dan terbuka seperti pematang sawah, tepi jalan pedesaan di kebun-kebun sebagai tanaman liar atau tanaman obat.[1]

Tumbuhan miana bermanfaat untuk menyembuhkan hepatitis dan menurunkan demam, batuk dan influenza. Selain itu daun tumbuhan iler ini juga berkhasiat untuk penetralisir racun (antitoksik), menghambat pertumbuhan bakteri (antiseptik), mempercepat pematangan bisul, pembunuh cacing (vermisisida), wasir, peluruh haid (emenagog), membuyarkan gumpalan darah, gangguan pencernaan makanan (despepsi), radang paru, gigitan ular berbisa dan serangga. Herba tumbuhan Miana yang memiliki sifat kimiawi harum, berasa agak pahit, dingin, memiliki kandungan kimia sebagai berikut: daun dan batang mengandung minyak atsiri, fenol, tannin, lemak, phytosterol, kalsium oksalat, dan peptik substances. Komposisi kandungan kimia yang bermanfaat antara lain juga alkaloid, etil salisilat, metal eugenol, timol karvakrol, mineral [2].

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Alat yang digunakan adalah, neraca analitik, seperangkat alat distilasi, rotary evaporator Heidolph WB 2000, lampu UV $\lambda = 254$ dan 365 nm, penangas listrik, oven, kertas saring, aluminium foil, chamber besar untuk kromatografi kertas preparatif, spektrofotometer UV-1700 series (Shimadzu), FTIR (Fourier Transform Infrared) Perkin

Elmer 1600 series, dan peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium.

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pelarut teknis yang telah didistilasi yaitu metanol, etil asetat, heksana. Bahan kimia lainnya yaitu akuades, kloroform, asam klorida p, bubuk magnesium, besi (III) klorida, anhidrida asetat, asam sulfat p, ammoniak, asam sulfat 2 N, natrium hidroksida 1%, n-butanol, asam asetat 98%, kertas saring, plat kromatografi lapis tipis, DPPH, logam natrium, metanol p.a, serbuk natrium asetat, aluminium klorida dan serbuk asam borat.

2.2. Prosedur penelitian

Daun miana diperoleh disekitar kampus Universitas Andalas, Padang. Sampel dirajang kemudian dikeringanginkan selama kurang lebih 1 minggu pada udara terbuka yang tidak terkena cahaya matahari secara langsung. Setelah sampel tersebut kering, dihaluskan dengan alat gerinda sehingga berbentuk serbuk, kemudian ditimbang dan didapatkan sebanyak 900 g.

Serbuk sampel daun miana yang telah dihaluskan diekstraksi dengan metoda maserasi. Maserasi sampel sebanyak 900 gram dilakukan didalam botol gelap. Pelarut pertama yang digunakan untuk maserasi adalah metanol yang dimasukkan ke dalam botol hingga ketinggian pelarut kira-kira ± 2 cm di atas permukaan serbuk. Pergantian pelarut dilakukan setiap 3 hari sekali dan dilakukan berulang-ulang sampai filtrat yang didapatkan tidak berwarna. Kemudian filtrat diuapkan pelarutnya dengan *rotary evaporator* pada suhu 40°C , sehingga didapatkan ekstrak kental methanol sebanyak 132,064 g. Selanjutnya dilakukan fraksinasi dengan menambahkan 200 mL aqudest dan 200 mL pelarut heksan, lalu diaduk. Setelah itu dimasukkan campuran ke dalam corong pisah dan didiamkan selama beberapa menit dan dilihat batas fasa antara pelarut heksan dengan air. Lalu dipisahkan lapisan heksan dari lapisan air. Lapisan heksan diambil dan diuapkan dengan rotary evaporator dan setelah itu di dapatkan ekstrak kental heksan. Lalu dilanjutkan perlakuan yang sama untuk pelarut etil asetat sehingga didapatkan

ekstrak kental dari masing-masing pelarut. Masing-masing ekstrak diuji kandungan flavonoid dan aktivitas antioksidannya dengan menggunakan metoda 1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH).

Ekstrak kental dari fraksi etil asetat diuji kandungan flavonoidnya dan hasilnya positif mengandung flavonoid. Hasil uji antioksidan didapatkan fraksi etil asetat yang paling aktif, maka fraksi etil asetat ini yang dipakai untuk kromatografi kolom dengan metoda *Step Gradien Polarity* (SGP) dengan eluen n-heksan, etil asetat, dan metanol. Fraksi yang didapatkan dari kromatografi kolom dipilih untuk diisolasi senyawa metabolit sekudernya.

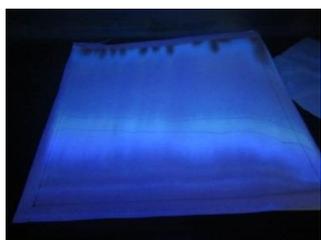
III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Analisis hasil karakterisasi atau hasil pengukuran

Berdasarkan hasil kromatografi kolom, didapatkan 23 fraksi. Salah satu fraksi yaitu fraksi S dilanjutkan untuk Kromatografi Kertas (KKt) dengan menggunakan eluen butanol : asam asetat : air (4 : 1 : 5). Bercak noda kromatografi kertas preparatif yang diperiksa dengan lampu UV 365 nm didapatkan tiga pita noda yaitu pita berwarna biru, hijau, biru.



Gambar 1. Hasil monitor fraksi S dengan plat KLT.



Gambar 2. Hasil monitor fraksi S dengan kromatografi kertas

Kemudian pita yang berwarna hijau diambil. Hasil dari pemisahan dengan kromatografi kertas ini didapatkan senyawa hasil isolasi berupa padatan berwarna putih. Untuk uji kemurnian, senyawa hasil isolasi dilarutkan sedikit dengan metanol dan dimonitor dengan plat KLT dengan berbagai perbandingan eluen etil asetat dan metanol. Hasil uji KLT ini dapat dilihat pada Tabel 4.7

Tabel 1. Hasil uji KLT senyawa hasil isolasi dengan beberapa perbandingan eluen

No	Eluen	Rf
1	Etil asetat : metanol (10:0)	0,4
2	Etil asetat : metanol (6:4)	0,7
3	Etil asetat : metanol (3:7)	0,9

3.2. Aplikasi

Uji antioksidan dilakukan terhadap ketiga fraksi yang diperoleh dari hasil fraksinasi. Uji ini dilakukan untuk mengetahui aktivitas antioksidan masing-masing ekstrak dan menentukan fraksi aktif yang mengandung flavonoid untuk proses isolasi selanjutnya. Hasil pengukuran antioksidan dari fraksi heksana, etil asetat dan metanol dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil uji aktivitas antioksidan dengan metode radikal bebas DPPH dari fraksi heksana, etil asetat, dan methanol

Ekstrak	Konsentrasi (mg/L)	Adsorban	Inhibisi (%)	IC ₅₀ (mg/L)
Heksana	10	0,575	11,059	141,9
	40	0,568	12,142	
	70	0,441	31,786	
	100	0,424	34,416	
	130	0,341	47,254	
Kontrol		0,6465		
Etil asetat	5	0,538	16,78	20,52
	10	0,521	19,412	
	15	0,381	41,067	
	20	0,375	41,995	
	25	0,226	65,043	
Kontrol		0,6465		
Metanol	5	0,569	11,987	24,76
	10	0,448	30,704	
	15	0,444	31,322	
	20	0,348	46,171	
	25	0,344	46,790	
Kontrol		0,6465		

Dari Tabel 2. terlihat bahwa nilai IC₅₀ fraksi etil asetat (20,52 mg/L) lebih kecil dibandingkan fraksi metanol (24,76 mg/L) dan heksana (141,9). Hal ini menunjukkan bahwa fraksi etil asetat lebih aktif sebagai antioksidan dibandingkan fraksi metanol dan heksana. Fraksi etil asetat lebih aktif karena mengandung senyawa-senyawa yang aktif sebagai antioksidan.

Menurut Jun *et.al* 2003, aktivitas antioksidan digolongkan sangat aktif jika nilai IC₅₀ kurang dari 50 mg/L, digolongkan aktif bila nilai IC₅₀ 50-100 mg/L, digolongkan sedang bila nilai IC₅₀ 101- 250 mg/L, dan digolongkan lemah bila nilai IC₅₀ 250-500 mg/L, serta digolongkan tidak aktif bila nilai IC₅₀ lebih besar dari 500 mg/L.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa fraksi heksan, etil asetat, dan metanol dari daun miana aktif sebagai antioksidan dengan nilai IC₅₀ masing-masing : 141,86 ; 20,516 dan 24,76 mg/L. Data tersebut menunjukkan bahwa fraksi etil asetat daun miana paling aktif sebagai antioksidan dengan nilai IC₅₀ 20,52 mg/L. Dari fraksi etil asetat didapatkan senyawa hasil isolasi adalah golongan flavonoid berupa padatan bewarna putih dengan Rf 0,7 (etil asetat : metanol 6 : 4) dan memberikan noda tunggal bewarna biru di bawah lampu UV 365 nm.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terimakasih saya mengucapkan terima kasih kepada analis Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam Universitas Andalas.

Referensi

1. Yuniarti, T. **2008**, Ensiklopedia Tanaman Obat Tradisional, Cetakan Pertama MedPress,
2. Dalimartha, S,**1996**, Ramuan Tradisional untuk Pengobatan, Lembaga Biologi Nasional-LIPI.
3. Amitjitraresmu, **1995**, Uji Efek Anti Inflamasi Berbagai Ekstrak Daun Iler (*Coleus atropurpureus*, *Benth.*) dan

Penelusuran Senyawa aktifnya. FMIPA UNPAD.

4. Edwar, S. ,**1995**, Isolasi dan identifikasi senyawa aktif ekstrak daun iler (*Coleus atropurpureus Benth*), Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam UNPAD.
5. Markam, K, R, **1998** Cara Mengidentifikasi Flavonoida. Terjemahan Kosasi, Padmawinata, ITB Press, Bandung,
6. Budiman, **1996**, Ujian Efek Sedatif Dari Ekstrak Etil Asetat Tumbuhan Iler Dengan Metode Depresan, FMIPA UNPAD, Bandung,
7. Dalimartha, S, 2000, Atlas Tanaman Obat Jilid II, Trubus Agriwidya, Jakarta,
8. Braude, B. A, Brook, A. G, Linstead R.P, **1954**, Antioxidant Determinations by the Use of a Stable Free Radical, Journal of Chemical Society, Hal 3574-3578.

PEMBUATAN NANOKOMPOSIT PERAK-KITOSAN DENGAN BANTUAN BIOREDUKTOR ALAMI DAN STABILISATOR (GELATIN, MEG)

Azla Ismathulhuda, Syukri Arief*, Yulia Eka Putri

Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: syukriarief@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Nanotechnology has developed in recent years in various branches of science and provide a strong influence on the various forms of life. Synthesis of silver-chitosan nanocomposite is part of nanotechnology have been successfully synthesized by chemical reduction method using natural bioreduktor of gambier's leaf extract (*Uncaria gambier Roxb*). The process of synthesis is done and shows that the condition of nanocomposite Ag/Cts/Gelatin 0.01 M with aquadest solvent provide good stability was measured using a UV-Vis spectrophotometer. The *X-Ray Diffraction* (XRD) results showed a pattern corresponding to the peak of the silver with crystal structure fcc (*face center cubic*) and the size of the crystal 36 nm. Results *Transmission Electron Microscope* (TEM) showed that the average of the silver particles from nanocomposite Ag/Cts/Gelatin 0.01 M and Ag/Cts/MEG 0.01 M with aquadest solvent for 17 nm and 22 nm. Testing the antibacterial activity of silver nanocomposite showed relatively similar effects in the test zone of inhibition against the bacteria *E. coli* and *S. aureus*.

Keywords: Silver-chitosan Nanocomposite, Stabilizer, Bioreduktor, UV-Vis, TEM

I. Pendahuluan

Nanoteknologi telah berkembang beberapa tahun belakangan ini pada berbagai cabang ilmu sains dan memberikan pengaruh yang kuat pada berbagai bentuk kehidupan. Konsep dari nanoteknologi pertama kali di mulai oleh Richard Feynman pada tahun 1959. Salah satu produk dari nanoteknologi adalah nanopartikel, dimana nanopartikel merupakan suatu partikel berukuran nanometer yaitu 1-100 nm¹.

Nanopartikel logam mulia sudah menarik perhatian peneliti karena aplikasinya yang semakin luas dan memberikan banyak kemajuan yang signifikan seperti pada bidang biomedis, antibakteri, katalis, elektronik, pertanian, dan bidang lainnya². Salah satu logam yang membuat peneliti tertarik untuk melakukan studi dan rekayasa material adalah logam perak³.

Seiring berjalannya waktu, nanopartikel dimodifikasi menjadi nanokomposit dengan penambahan material lain seperti polimer atau nanopartikel dimasukkan ke dalam serat tekstil². Penelitian nanokomposit di bidang material dilakukan berdasarkan

pada pemikiran atau ide yang sangat sederhana, yaitu menyusun sebuah material yang terdiri atas blok-blok partikel homogen dengan ukuran nanometer yang menunjukkan perbedaan sifat mekanik, listrik, optik, elektrokimia, katalis, dan struktur dibandingkan dengan material penyusunnya⁴.

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam dan keanekaragaman hayati yang berpotensi untuk penelitian yang terkait dengan pemanfaatan tumbuhan sebagai agen bioreduktor dalam sintesis nanokomposit. Beberapa jenis tumbuhan yang telah dipublikasikan sebagai agen bioreduktor adalah daun sirih⁵, daun ketapang⁶, dan *Artocarpus heterophyllus*⁷.

Dalam penelitian ini digunakan daun gambir (*Uncaria gambier Roxb*) sebagai agen bioreduksi dalam mensintesis nanokomposit perak-kitosan. Hal ini telah di laporkan oleh Rahmah, W (2014) bahwa gambir berhasil mereduksi Ag(I) menjadi Ag(0) dengan menggunakan pelarut air. Daun gambir yang mengandung senyawa

katekin, yaitu senyawa polifenol yang mampu mereduksi AgNO_3 karena banyak mengandung gugus hidroksi⁸.

Pada penelitian ini, telah dilakukan eksperimen untuk memodifikasi nanopartikel perak, bubuk kitosan, bubuk gelatin, dan mono etilen glikol (MEG) serta agen pereduksi alami yaitu ekstrak daun gambir menjadi nanokomposit yang memiliki aktivitas antibakteri yang baik dari pada material penyusunnya. Hal ini merujuk pada penelitian Bin Ahmad yang telah dilakukan sebelumnya, bahwa nanokomposit perak memberikan efek antibakteri yang tinggi².

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan dalam penelitian adalah perak nitrat (Brataco, 99,80%), daun gambir (*Uncaria gambir Roxb*), kitosan, mono etilen glikol (MEG) 99,5%, akuades, asam asetat 96%. Pereduksi alami yang digunakan adalah daun gambir yang diambil dari daerah Payakumbuh, Nagari Tarantang, Kec. Harau, Kab. 50 Kota.

Peralatan yang digunakan adalah peralatan gelas, hot plate strirrer, neraca analitis, kertas saring, sentrifus. Instrument yang digunakan adalah spektrofotometer UV-Vis (Thermo), XRD (Phillips X'pert Powder PAN alytical), dan TEM (JEOL JEM 1400).

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1. Preparasi Ekstrak Daun Gambir

Daun gambir segar dikeringkan dalam ruangan yang tidak dimasuki sinar matahari selama 4 hari. Selanjutnya daun kering dihaluskan dengan mesin gerinda dan disimpan dalam wadah yang bersih. Daun gambir yang telah halus ditimbang sebanyak 5 g dan dilarutkan dalam 50 mL pelarut akuades, kemudian diaduk dan dipanaskan pada suhu 60°C selama ± 2 jam. Filtrat didinginkan pada suhu kamar, lalu disaring dan didapatkan ekstrak daun gambir.

2.2.2. Preparasi Larutan Perak Nitrat

Untuk membuat larutan perak nitrat di dalam campuran, AgNO_3 (99,80%) dengan

variasi konsentrasi yaitu 0,05 M dan 0,01 M ditimbang sebanyak 0,849 g dan 0,169 g, kemudian masing-masingnya dilarutkan dengan 25 mL pelarut akuades.

2.2.3. Preparasi Kitosan

Serbuk kitosan ditimbang sebanyak 0,250 g dan dilarutkan dalam 100 mL asam asetat 2%.

2.2.4. Preparasi Stabilisator

2.2.4.1. Larutan mono etilen glikol (MEG) 99,5%

Larutan MEG dibuat dengan melarutkan 0,069 mL dan 0,014 mL MEG dalam 25 mL akuades, masing-masingnya untuk konsentrasi 0,05 M dan 0,01 M di dalam campuran.

2.2.5. Sintesis Nanokomposit Perak 0,05 M dan 0,01 M

Nanokomposit perak dibuat dengan mencampurkan kitosan dan stabilisator (MEG), lalu ke dalam campuran tersebut ditambahkan AgNO_3 0,05 M dan 0,01 M, kemudian campuran diaduk selama 2 jam pada suhu kamar, selanjutnya ditambahkan ekstrak daun gambir. Perbandingan massa AgNO_3 dengan ekstrak daun gambir adalah 1 : 1, dan perbandingan volume AgNO_3 : kitosan : stabilisator : ekstrak daun gambir adalah 1 : 1 : 1 : 1. Selama proses sintesis, koloid nanokomposit perak dianalisis serapannya menggunakan spektrofotometer UV-Vis dengan variasi waktu pengadukan (0, 30, 60 menit), (3, 4 jam), sementara untuk variasi waktu 24 jam, 4 hari, 1 minggu, dan 1 bulan koloid nanokomposit perak hanya didiamkan tanpa dilakukan pengadukan. Koloid nanokomposit perak dikarakterisasi menggunakan peralatan TEM. Endapan yang didapatkan dicuci menggunakan akuades, lalu dikarakterisasi menggunakan peralatan XRD. Masing-masing sampel nanokomposit perak diberi lambang. Hal ini dapat diamati pada tabel 2.1.

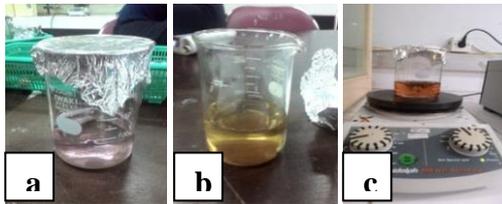
Tabel 2.1. Nanokomposit perak yang telah disintesis beserta label

No.	Nanokomposit	Label
1.	Ag/Kts/MEG 0,05 M pelarut akuades	B ₁
2.	Ag/Kts/MEG 0,01 M pelarut akuades	B ₂

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Pengamatan Nanokomposit Perak Hasil Sintesis Secara Visual

Secara umum, indikasi yang menandakan nanokomposit perak telah terbentuk adalah terjadinya perubahan warna larutan dari kuning hingga coklat. Hal ini dapat diamati pada gambar 3.1 yang memperlihatkan bahwa telah terjadi perubahan warna larutan dari merah muda menjadi coklat untuk sampel nanokomposit Ag/Kts/MEG 0,05 M dengan pelarut isopropanol seiring berjalannya waktu reaksi. Semakin lama waktu reaksi, maka warna coklat akan semakin pekat. Perubahan warna menandakan bahwa proses pereduksian Ag(I) menjadi Ag(0) telah terjadi.



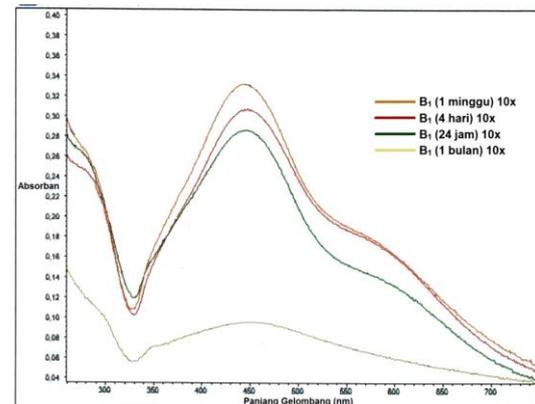
Gambar 3.1. Pengaruh waktu reaksi terhadap perubahan warna nanokomposit Ag/Kts/MEG 0,05 M dengan pelarut akuades (a). sebelum ditambah ekstrak, (b). saat ditambah ekstrak, dan (c). setelah ditambah ekstrak pada waktu pengadukan 60 menit

Perubahan warna larutan disebabkan oleh peristiwa *surface plasmon resonance* (SPR)⁹. SPR adalah hasil eksitasi dari vibrasi permukaan plasmon oleh cahaya terhadap suatu struktur yang berukuran nanometer¹⁰. Resonansi plasmon yang terjadi akan memberi serapan pada pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

Nanokomposit perak yang dihasilkan berupa koloid. Kestabilan koloid yang terbentuk dikontrol dengan penambahan MEG yang berperan sebagai stabilisator (agen penstabil). Penambahan stabilisator dapat menstabilkan koloid nanokomposit perak, hal ini dapat dilihat dari hasil spektrofotometer UV-Vis serta dapat mempertahankan ukuran nanopartikel perak dalam skala nanometer.

3.2. Analisis Spektrum UV-Vis Perak berdasarkan Nilai Absorban Terhadap Waktu Pengadukan

Analisis spektrum UV-Vis kestabilan perak berdasarkan nilai absorban terhadap waktu pengadukan bertujuan untuk melihat kestabilan (stabilitas) nanokomposit perak yang telah disintesis, hal ini ditunjukkan pada gambar 3.2 berikut:



Gambar 3.2 Spektrum UV-Vis stabilitas nanokomposit B₁ 10x pengenceran berdasarkan waktu reaksi

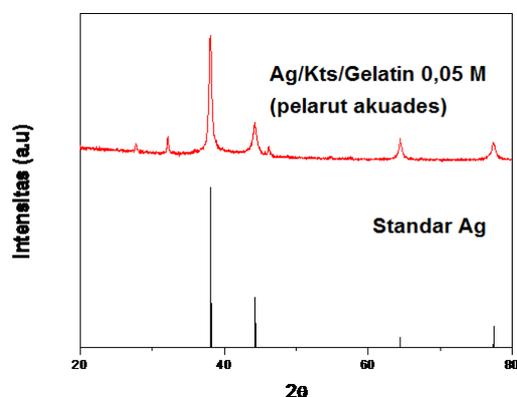
Gambar 3.2 memperlihatkan bahwa spektrum nanokomposit B₁ mengalami kenaikan, namun pada waktu satu bulan spektrumnya mengalami penurunan dengan nilai absorban sebesar 0,096 a.u. Nilai absorban menunjukkan jumlah nanokomposit perak yang dihasilkan. Secara kualitatif, semakin tinggi nilai absorban, maka jumlah nanokomposit perak yang dihasilkan semakin banyak¹¹.

Perlakuan berupa pengenceran 10x untuk sampel nanokomposit B₁ dilakukan karena konsentrasi nanokomposit perak semakin besar seiring bertambahnya waktu reaksi dan alat spektrofotometer UV-Vis tidak mampu lagi membaca absorban koloid nanokomposit perak dengan konsentrasi besar, sehingga hal ini akan menghasilkan spektrum yang bergerigi.

3.3 X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis XRD pada serbuk nanokomposit perak dilakukan untuk melihat struktur kristal dari sampel yang telah berhasil disintesis. Gambar 3.3 merupakan hasil XRD

dari nanokomposit Ag/Kts/Gelatin 0,05 M dengan pelarut akuades.



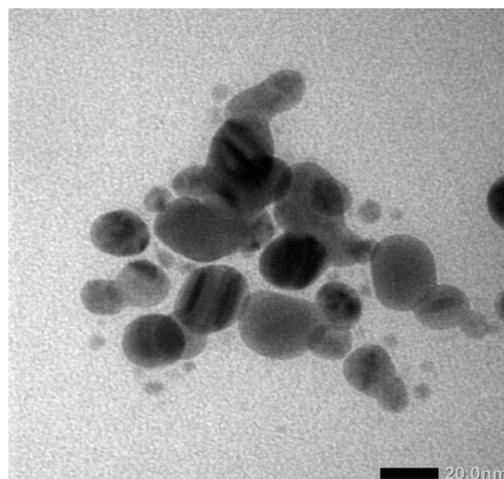
Gambar 3.3 Pola XRD nanokomposit Ag/Kts/Gelatin 0,05 M dengan pelarut akuades

Gambar 3.3 memperlihatkan bahwa nanokristal perak telah terbentuk yang ditandai dengan munculnya puncak pada 2θ : 38° , 44° , 64° , 77° , 81° dengan kisi kristal 111, 200, 220, 311, 222 dan struktur kristal perak adalah *face center cubic* (fcc) yang sesuai dengan puncak perak dengan nomor ICDD (*International Centre for Diffraction Data* 01-071-4613). Ukuran kristal perak yang dihitung menggunakan rumus Debye-Scherrer sebesar 36 nm.

3.4 Analisis *Transmission Electron Microscopy* (TEM)

Analisis TEM digunakan untuk melihat morfologi (bentuk dan ukuran) nanokomposit perak. Sampel yang digunakan untuk karakterisasi TEM adalah sampel nanokomposit B₂.

Hasil TEM dapat dilihat pada gambar 3.4 yang menunjukkan bahwa nanokomposit perak berbentuk bulat (sferikal).



Gambar 3.4 Hasil TEM nanokomposit B₂

Gambar 3.4 memperlihatkan bahwa terjadi peristiwa aglomerasi nanopartikel perak. Ukuran rata-rata partikel perak adalah 22 nm.

IV. Kesimpulan

Dalam penelitian ini, nanokomposit perak dengan label B₁ memperlihatkan peristiwa penurunan spektrum pada waktu reaksi satu bulan dengan nilai absorban sebesar 0,096 a.u. Hasil XRD memperlihatkan pola puncak yang dihasilkan merupakan perak murni dengan struktur kristal fcc dan ukuran kristal perak sebesar 36 nm. Hasil TEM memperlihatkan bentuk partikel berupa sferikal dengan ukuran partikel rata-rata sebesar 22 nm untuk sampel nanokomposit B₂.

V. Ucapan terima kasih

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Bapak Prof. Dr. Syukri Arief, M. Eng selaku dosen pembimbing I dan Ibu Dr. Eng. Yulia Eka Putri selaku dosen pembimbing II yang telah membantu penulis baik moril maupun materil dan kepada analis laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA Unand.

Referensi

1. Hosokawa, M., 2007, *Nanoparticle Technology Handbook, 1st Edition*. UK: Elsevier Linarce House, Jordal Hill, Oxford OX2 8DP.

2. Ahmad, M. B., Lim, J. J., Shameli, K., Ibrahim, N.A., Tay, M. Y., dan Chieng, B. W., **2012**, Antibacterial Activity Of Silver Bionanocomposites Synthesized By Chemical Reduction Route, *Chemistry Central Journal*, Vol.6. No. 1, hal 101.
3. Khaydarov, R and Estrin, R., **2009**, Silver Particles Nanomaterials Risks And Benefits, *Springer Science*, hal 287-297.
4. Sriyanti, I., Nanocomposite Prepared by Simple Mixing Method, *Proceeding of The Third International Seminar on Science Education "Challenging Science Education in Digital Era"*, Palembang.
5. Purnamasari, M. D., **2015**, Sintesis Antibakteri Nanopartikel Perak Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Daun Sirih (Piper Betle Linn) Dengan Irradiasi Microwave, *Skripsi*, Kimia, Universitas Negeri Semarang, Semarang.
6. Lembang, E. Y., **2013**, Sintesis Nanopartikel Perak Dengan Metode Reduksi Menggunakan Bioreduktor Ekstrak Daun Ketapang (*Terminalia catappa*), *Skripsi*, Kimia, Universitas Hasanuddin, Makasar.
7. Thirumurugan, A., Tomy, NA., Ganesh, RJ., Gobikrishnan, S., **2010**, Biological Reduction of Silver Nanoparticles Using Plant Leaf Extracts And Its Effect on Increased Antimicrobial Activity Against Clinically Isolated Organism, *Der Pharma Chemica*, Vol.2. No. 6, hal 279-284.
8. Rahmah, W., **2014**, Sintesis Nanokristal Perak Menggunakan Pereduksi Alami, *Skripsi*, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang.
9. Shameli, K., Ahmad, M. B., Zamanian, A., Sangpour, P., Shabanzadeh, P., Abdollahi, Y., Zargar, M., **2012**, Green Biosynthesis of Silver Nanoparticles Using Curcuma longa Tuber Powder. *International Journal of Nanomedicine*, No. 7, hal 5603-5610.
10. Shankar, S. S., Rai, A., Ahmad, A., dan Sastry, M., **2004**, Rapid synthesis of Au, Ag, and bimetallic Au core-Ag shell nanoparticles using Neem (Azadirachta indica) leaf broth, *Journal of Colloid and Interface Science*, Vol. 275. No. 4, hal 496-502.
11. Guzman, M. G., Jean, D., dan Stephan, G., **2009**, Synthesis Of Silver Nanoparticle By Chemical Reduction Method And Their Antibacterial Activity, *Int J Chem Biomol Eng*, No. 2, hal 3.

EVALUASI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN, TOKSISITAS DAN FENOLIK TOTAL EKSTRAK DAUN MELINJO (*Gnetum gnemon* Linn)

Cosnert Rabbani Abdel*, Afrizal, Mai Efdi

Laboratorium Kimia Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: cosnertrabbani@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: The purposes of this paper were evaluated for its antioxidant activity, toxicity and total phenolic content of melinjo leaf extracts. Crude extract obtained through the process of maceration using hexane, ethyl acetate and methanol solvents. Antioxidant activity was performed by measuring the IC₅₀ by spectrophotometric method with 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH) while toxicity is done by calculating the LC₅₀ using BSLT (Brine Shrimp Lethality Test) method and total phenolic content is done by using Folin-Ciocalteu method. The results showed that hexane, ethyl acetate and methanol extracts have IC₅₀ respectively 149.4, 122.8 and 111.6 ppm and LC₅₀ respectively 220, 185 and 84.1 ppm and the result of total phenolic content test from hexane, ethyl acetate and methanol extracts respectively 9,01, 22,52 and 35,83 GAE/mg extracts. Methanol extract showed the most active response to the antioxidant activity and toxicity compared to ethyl acetate and hexane extracts. From the research that has been done can be concluded that melinjo leaf extracts have medium ability as antioxidants and strong ability as cytotoxicity compounds.

Keywords: *Gnetum gnemon* L, antioxidant, DPPH, BSLT, total phenolic

I. Pendahuluan

Gnetum gnemon merupakan salah satu spesies tumbuhan famili *Gnetaceae* yang banyak tumbuh di beberapa daerah di Indonesia, yang dikenal dengan tumbuhan melinjo. Tumbuhan melinjo telah dikenal masyarakat Indonesia karena banyak dimanfaatkan sebagai sumber makanan alternatif. Buah melinjo yang bentuknya seperti biji dapat diolah menjadi tepung, biskuit dan emping yang memiliki nilai ekonomi cukup potensial. Bunga dan daun melinjo biasa digunakan sebagai bahan makanan dan sayuran sedangkan kulit melinjo dapat diolah menjadi keripik dan dapat digunakan sebagai bahan pengawet dan pewarna alami pada produk makanan. Disamping itu, melinjo juga memiliki banyak manfaat untuk kesehatan, seperti menurunkan gula darah, mencegah kanker, bersifat antioksidan, bergizi tinggi dan menghambat proses penuaan. Beberapa bagian dari tumbuhan melinjo dapat juga dimanfaatkan sebagai obat tradisional diantaranya yaitu kulit, buah, dan daun melinjo. Kulit melinjo digunakan sebagai obat peluruh air seni, daun dan buah melinjo dipergunakan sebagai obat penyakit mata dan anemia¹.

Diketahui bahwa hasil penelitian yang telah dilakukan pada tumbuhan melinjo telah

memberi bukti nyata adanya kandungan senyawa yang bersifat bioaktif yang sangat besar potensinya dan dapat digunakan sebagai obat atau hal yang berkaitan seperti untuk pangan, insektisida, dan bahan industri. Penelitian tersebut diantaranya ditemukan adanya golongan senyawa resveratrol yang merupakan senyawa turunan dari stilbenoid pada ekstrak kloroform kulit batang melinjo². Uraian di atas memberikan informasi bahwa pada tumbuhan melinjo terdapat senyawa metabolit sekunder yang memiliki potensi besar untuk ditemukannya suatu senyawa baru. Oleh karena itu, perlu dilakukan suatu penelitian untuk menguji bioaktivitas kandungan senyawa metabolit sekunder dari ekstrak daun melinjo. Pada penelitian ini dilakukan uji terhadap ekstrak daun melinjo berupa aktifitas antioksidan menggunakan metode *2,2-Diphenyl-1-picrylhydrazyl* (DPPH) karena pada uji pendahuluan fitokimia ditemukan salah satu metabolit sekunder yang terkandung didalam ekstrak berupa senyawa fenolik yang merupakan senyawa yang memiliki sifat antioksidan yang baik karena kemampuannya dalam mendonorkan proton ke senyawa radikal yang dapat menyebabkan terjadinya proses oksidasi. Selanjutnya, apabila proses oksidasi tersebut dibiarkan terjadi akan dapat menyebabkan kanker ditingkat sel atau

tubuh secara keseluruhan. Oleh karena itu juga dilakukan uji toksisitas terhadap sampel menggunakan metode *Brine Shrimps Lethality Test* (BSLT) untuk melihat kemampuan sampel dalam menangkal proses oksidasi ditingkat sel.

II. Metode Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: neraca analitik, botol gelap, seperangkat alat distilasi, *rotary evaporator* Heidolph WB 2000 dan berbagai peralatan gelas yang umum digunakan sebagai alat untuk proses ekstraksi. Untuk pengukuran serapan digunakan spektrofotometer UV-1700 series (Shimadzu) Peralatan yang digunakan untuk metode *brine shrimps* yaitu, wadah pembiakan larva, aerator (pembentuk gelembung udara), pipet mikro, pipet tetes, dan vial.

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah pelarut teknis yang telah didistilasi yaitu heksan, etil asetat, dan methanol, kertas saring, aluminium foil dan plat KLT. Bahan yang digunakan untuk uji fitokimia yaitu pereaksi Mayer untuk identifikasi alkaloid, pereaksi *Lieberman Burchad* (anhidra asetat dan asam sulfat pekat) untuk identifikasi triterpenoid dan steroid, sianidin test (bubuk magnesium dan asam klorida pekat) untuk identifikasi flavonoid, besi (III) klorida untuk identifikasi fenolik, dan natrium hidrosida 1% untuk identifikasi kumarin. Bahan yang digunakan untuk uji toksisitas dengan metode *brineshrimps* adalah telur udang *Artemia salina*, air laut, metanol p.a. dan dimetilsulfoksida (DMSO Merck)².

2.2 Prosedur penelitian

2.2.1 Persiapan dan uji kandungan metabolit sekunder sampel

Persiapan sampel

Daun melinjo diambil di Kota Pariaman, Sumatera Barat. Lalu sampel tersebut dilakukan uji herbarium terlebih dahulu di Laboratorium Herbarium Universitas Andalas (ANDA). Kemudian sampel tersebut dikering anginkan dan dihaluskan dengan mesin *grinder* lalu ditimbang².

Uji kandungan metabolit sekunder

Sampel daun segar sebanyak 2 gram dipotong halus dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian dimaserasi dengan metanol dan dipanaskan di atas lampu spritus selama 5 menit. Sampel disaring panas-panas kemudian

ditambahkan kloroform dan akuades dengan perbandingan 1 : 1 masing-masing sebanyak 5 ml, dikocok dengan baik, dibiarkan sejenak hingga terbentuk 2 lapisan kloroform dan air³.

a. Uji flavonoid

Sebanyak 2 mL lapisan air diambil, dipindahkan dengan menggunakan pipet ke dalam tabung reaksi. Kemudian ditambahkan dua tetes HCl pekat dan beberapa butir bubuk Mg. Terbentuknya larutan warna merah sampai jingga menunjukkan adanya flavonoid³.

b. Uji fenolik

Sebanyak 2 mL lapisan air dipindahkan dengan pipet ke dalam tabung reaksi. Kemudian ditambahkan setetes pereaksi FeCl₃ 5%, terbentuknya warna hijau sampai biru menandakan adanya senyawa fenolik³.

c. Uji saponin

Sebanyak 2 mL lapisan air, dikocok kuat-kuat dalam sebuah tabung reaksi, terbentuknya busa yang tidak hilang dengan penambahan beberapa tetes HCl pekat menunjukkan adanya saponin³.

d. Uji triterpenoid dan steroid

Dari lapisan kloroform diambil dan dimasukkan ke dalam 2 lubang plat tetes masing-masing 3 tetes, dibiarkan hingga kering. Kemudian kedalam lubang 1 ditambahkan setetes anhidrida asetat dan setetes asam sulfat pekat. Pada lubang 2 ditambahkan asam sulfat pekat tanpa penambahan anhidrida asetat. Terbentuknya warna cincin merah atau merah ungu pada lubang 2 menandakan adanya triterpenoid, sedangkan terbentuknya warna hijau atau hijau biru pada lubang 1 menandakan adanya steroid³.

e. Uji Alkaloid

Sampel sebanyak 2–4 gram dipotong kecil-kecil, kemudian dihaluskan dalam lumpang dengan penambahan sedikit pasir dan 10 mL kloroform-amoniak 0,05 N, kemudian digerus perlahan. Larutan dipipet dengan pipet tetes dan filtratnya dimasukkan ke dalam sebuah tabung reaksi, kemudian ditambahkan 10 tetes asam sulfat 2 N dan dikocok secara perlahan. Dibiarkan sejenak sampai terbentuk pemisahan lapisan asam dan kloroform. Lapisan asam diambil 2 mL dan dimasukkan ke tabung reaksi. Kemudian ditambahkan pereaksi *Mayer*, reaksi positif ditandai dengan adanya endapan putih³.

f. Uji kumarin

Sampel sebanyak 2-5 gram dirajang halus dan diekstrak dengan pelarut metanol. Hasil ekstrak ditotolkan pada batas bawah plat KLT dengan menggunakan pipa kapiler, dibiarkan kering pada udara terbuka. Kemudian dielusi dalam bejana yang berisi 10 mL eluen etil asetat 100%. Noda yang dihasilkan dimonitor di bawah lampu UV (365 nm). Hasil KLT kemudian disemprot dengan larutan natrium hidoksida 1% dalam etanol : air (1 : 1), dan selanjutnya dilihat dibawah lampu UV (365 nm). Adanya fluoresensi yang bertambah terang setelah disemprot dengan natrium hidoksida 1% menandakan adanya senyawa kumarin³.

2.2.2 Ekstraksi

Sebanyak 200 g sampel daun melinjo yang telah halus masing-masing diekstraksi secara terpisah dengan menggunakan tiga pelarut yaitu heksana, etil asetat dan metanol. Filtrat yang dihasilkan dipekatkan dengan menggunakan rotary evaporator. Ekstrak pekat yang didapatkan terlebih dilakukan uji fitokimia. Metode uji fitokimia yang dilakukan sama dengan metode uji fitokimia yang dilakukan terhadap daun segar sebelumnya dan lalu dilakukan uji bioaktivitas terhadap masing-masing ekstrak pekat tersebut¹.

2.2.3 Pengujian antioksidan

Pengujian antioksidan dilakukan secara spektrofotometri dengan menggunakan metode DPPH. Dibuat larutan induk DPPH 0,1 mM dengan cara menimbang DPPH sebanyak 4 mg, kemudian diencerkan dengan metanol menggunakan labu ukur 100 mL. Selanjutnya ekstrak kental sampel ditimbang sebanyak 10 mg dan diencerkan dengan metanol pada labu ukur 10 mL, didapatkan sampel dengan konsentrasi 1000 mg/L. Dari larutan induk 1000 mg/L konsentrasi sampel divariasikan (20, 40, 60, 80 dan 100 mg/L) dengan cara memipet larutan induk masing-masingnya sebanyak 0,2, 0,4, 0,6, 0,8 dan 1 mL kedalam tabung reaksi lalu diencerkan sampai tanda batas 10 mL. Masing-masing konsentrasi tersebut diambil 1 mL dimasukkan ke dalam botol vial lalu tambahkan 2,5 mL larutan DPPH 0,1 mM. Sebagai kontrol digunakan 0,1 mL larutan DPPH 0,1 mM yang ditambah dengan 0,1 mL metanol. Campuran larutan selanjutnya didiamkan selama 30 menit di ruangan gelap, kemudian diukur absorbansi dari masing-masing konsentrasi pada panjang

gelombang 517 nm. Berdasarkan absorbansi yang didapatkan, dihitung % inhibisi dihitung dengan rumus⁴:

$$\% \text{ inhibisi} = \frac{A \text{ kontrol} - A \text{ sampel}}{A \text{ kontrol}} \times 100\%$$

2.2.4 Uji aktivitas toksisitas

Pengujian aktivitas toksisitas dilakukan terhadap ekstrak heksana, etil asetat, dan metanol dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)⁵

Persiapan larva Artemia Salina

Hewan percobaan yang digunakan adalah larva udang *Artemia salina* Leach. Larva ini diperoleh dengan cara menetas telur udang selama 48 jam dalam wadah pembiakan. Wadah pembiakan terdiri atas dua bagian yaitu bagian terang dan bagian gelap. Wadah pembiakan ini kemudian diisi dengan air laut, dan telur udang yang akan ditetaskan ditempatkan pada bagian gelap. Setelah menetas larva akan berenang menuju bagian terang. Selanjutnya larva *Artemia salina* ini digunakan untuk uji toksisitas⁵.

Pembuatan larutan uji

Masing-masing ekstrak ditimbang 10 mg kemudian dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 10 mL sehingga didapatkan larutan sampel masing-masing ekstrak dengan konsentrasi 1000 mg/L. Larutan uji dibuat dengan variasi konsentrasi masing-masing ekstrak 50, 100, 150, 200 dan 250 µg/mL dengan pelarut metanol. Kemudian larutan uji dipipet 5 mL masing-masingnya dan dimasukkan ke dalam vial dan dibiarkan menguap pelarut metanolnya⁵.

Pengujian Toksisitas

Adapun pelaksanaan bioassay adalah sebagai berikut : sebanyak 500 mL air laut dimasukkan ke dalam wadah sebagai tempat penetasan yang dibuat terdiri dari dua bagian yaitu sebagian tertutup dan bagian lainnya dibiarkan terbuka. Dimasukkan ke dalamnya telur larva udang secukupnya, kemudian ditempatkan di bawah sinar lampu yang diberi airasi. Dibiarkan selama 2 hari sampai telur tumbuh menjadi larva dewasa.

Larutan induk 1000 mg/L dibuat dengan cara melarutkan 0,01 g sampel kedalam metanol sampai batas 100 mL. Masing-masing ekstrak (ekstrak heksana, etil asetat dan metanol) dilakukan uji toksisitas dengan metode brine shrimp menggunakan larva udang *Artemia salina*

Leach, Untuk lima konsentrasi masing-masing larutan uji 50, 100, 150, 200, 250 mg/L dibuat dengan cara memipet larutan induk masing-masing sebanyak 0,5 mL, 1 mL, 1,5 mL, 2 mL dan 2,5 mL ke dalam vial serta satu vial untuk kontrol. Larutan kontrol berupa campuran air laut dan pelarut DMSO. Vial yang berisi larutan uji dikeringkan dalam desikator sampai semua pelarutnya menguap, kemudian ditambahkan 50 μ L DMSO termasuk vial kontrol untuk melarutkan sampel kembali. Selanjutnya ditambah 2 ml air laut. Larva *Artemia salina* Leach sebanyak 10 ekor dimasukkan kedalam setiap larutan uji dan kontrol,- dicukupkan volumenya sampai 5 mL dengan air laut, diletakkan dibawah sinar lampu selama 24 jam. Setelah 24 jam diamati dan dihitung jumlah larva udang yang mati. Dari data yang diperoleh, dihitung nilai LC 50 nya dengan metode analisa probit⁵.

2.2.5 Penentuan fenolik total

a. Pembuatan larutan standar

Penentuan kadar fenolik total dilakukan dengan metoda spektrofotometri. Larutan standar dibuat dengan cara diambil 10 mg asam galat kemudian diencerkan sampai volume 10 mL dengan pelarut metanol, Lalu didapatkan larutan induk dengan konsentrasi 1000 mg/L. Lalu dibuat variasi konsentrasi (10, 20, 40, 60, 80 mg/L). Variasi konsentrasi tersebut dipipet masing-masing 0,1 ml, lalu ditambahkan reagen Folin-Ciocalteu sebanyak 0,5 mL, Setelah 5 menit, ditambahkan 1 mL larutan 7% Na_2CO_3 dan diencerkan dengan akuades sampai volume 10 mL, kemudian dihomogenkan. Campuran ini diinkubasi selama 120 menit pada temperatur ruang, selanjutnya diukur absorban pada λ 765 nm⁶.

b. Penentuan larutan uji

Ekstrak heksana, etil asetat, dan metanol masing-masing diambil 10 mg, kemudian diencerkan sampai volume 10 mL. Larutan tersebut masing-masingnya dimasukkan kedalam vial sebanyak 0,1 mL lalu ditambahkan 0,5 mL reagent Folin-ciocalteu. Setelah 5 menit, ditambahkan 1 mL larutan 7% Na_2CO_3 dan diencerkan dengan akuades sampai volume 10 mL, kemudian dihomogenkan. Campuran ini diinkubasi selama 120 menit pada temperatur ruang, selanjutnya diukur absorban pada λ 765 nm. Kandungan fenolik total ditentukan dengan kurva kalibrasi menggunakan asam galat (10, 20, 40, 60, dan 80

mg/L) sebagai larutan standar. Kandungan fenolik total dinyatakan sebagai miligram ekuivalen asam galat (GAE)/10 mg ekstrak⁶.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Uji Kandungan metabolit sekunder

Hasil uji kandungan metabolit sekunder dari daun melinjo mengandung senyawa metabolit sekunder diantaranya fenolik dan steroid

3.2 Ekstraksi

Hasil ekstraksi dari 2000 gram serbuk tumbuhan melinjo dengan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil ekstraksi tumbuhan rumput mutiara dengan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol.

Ekstrak	Berat (g)	Kadar (%)
n- heksana	7,845	3,92
Etil asetat	10,709	5,35
Metanol	16,285	8,19

Dari Tabel 1 dapat dilihat bahwa senyawa yang bersifat polar lebih banyak terkandung dalam tumbuhan melinjo. Hal ini dilihat dari banyaknya hasil ekstraksi dengan menggunakan pelarut metanol yang menunjukkan bahwa senyawa terekstrak lebih banyak pada pelarut tersebut dibandingkan dengan ekstrak lainnya. Hal ini dilihat dari sedikitnya kadar yang didapatkan.

Berdasarkan hasil identifikasi metabolit sekunder dari masing-masing ekstrak dapat diketahui bahwa ekstrak metanol dari tumbuhan melinjo mengandung metabolit sekunder berupa fenolik, triterpenoid, steroid dan kumarin, sedangkan pada ekstrak etil asetat terkandung fenolik, triterpenoid dan steroid. Dan pada ekstrak heksana terkandung triterpenoid dan steroid.

3.3 Uji Antioksidan masing-masing Ekstrak

Uji antioksidan dilakukan pada ekstrak heksana, etil asetat dan metanol, Hasil pengukuran antioksidan dari masing-masing ekstrak tersebut dapat dilihat pada Tabel 2.

DPPH sebelum direaksikan dengan ekstrak memiliki warna ungu, setelah direaksikan warnanya berubah menjadi kuning. Terjadi perubahan warna DPPH dari ungu menjadi

kuning, menandakan ekstrak tersebut aktif sebagai antioksidan³.

Tabel 2. Hasil uji antioksidan masing-masing ekstrak

Ekstrak	IC ₅₀ (mg/L)
Heksana	149,4
Etil Asetat	122,8
Metanol	111,6

Dari Tabel 2 dapat dilihat bahwa ekstrak metanol dan etil asetat memiliki nilai IC₅₀ yang lebih rendah dibandingkan dengan ekstrak heksana, ini menandakan bahwa ekstrak metanol dan etil asetat lebih aktif sebagai antioksidan dibandingkan dengan ekstrak heksana. Hal ini dapat disebabkan pada uji metabolit sekunder yang sebelumnya telah dilakukan diketahui bahwa didalam ekstrak metanol dan etil asetat terkandung senyawa fenolik. Komponen fenolik memiliki aktifitas antioksidan yang tinggi karena kemampuannya dalam mendonorkan proton ke senyawa radikal³.

3.4 Uji Toksisitas masing-masing Ekstrak

Uji toksisitas dilakukan terhadap ketiga ekstrak yang diperoleh dari hasil maserasi. Hasil pengamatan uji toksisitas terhadap ekstrak heksana, etil asetat dan metanol dapat dilihat pada Tabel 3

Tabel 3. Hasil uji toksisitas masing-masing ekstrak

Ekstrak	LC ₅₀ (mg/L)
Heksana	215
Etil asetat	177,8
Metanol	82,8

Dari Tabel 3 dapat dilihat bahwa semakin tinggi konsentrasi ekstrak maka sifat toksisitas semakin meningkat dan ekstrak paling aktif dari pengujian ini adalah ekstrak metanol dengan nilai LC₅₀ 82,8 mg/L. Untuk ekstrak lainnya juga menunjukkan sifat toksisitas yang juga kuat berdasarkan hasil LC₅₀, dimana nilai LC₅₀ nya masih dibawah 500 mg/L⁵.

3.5 Penentuan Fenolik Total

Pada penentuan fenolik total digunakan larutan standar asam galat karena asam galat merupakan senyawa fenolik. Kadar fenolik total ekstrak daun melinjo dihitung sebagai miligram

ekuivalen asam galat (GAE) per 10 miligram ekstrak kering yang didapat dari kurva regresi asam galat⁶.

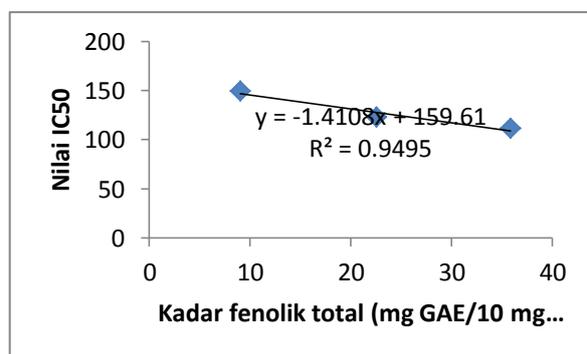
Tabel 4. Penentuan Kandungan Fenolik Total

Ekstrak	Fenolik Total(mg GAE/10 mg ekstrak)
Heksana	9,01
Etil Asetat	22,52
Metanol	35,83

Dari Tabel 4 dapat diketahui bahwa fenolik total terbesar terdapat pada ekstrak metanol, kemudian etil asetat, dan terakhir heksana. Senyawa fenolik merupakan senyawa yang relatif bersifat polar sehingga akan mudah larut pada pelarut polar. Metanol lebih bersifat polar daripada etil asetat dan heksana, sehingga terlihat pada gambar diatas bahwa nilai fenolik total di ekstrak metanol lebih besar dibandingkan dengan ekstrak lainnya. Heksan merupakan pelarut yang bersifat non polar sehingga senyawa fenolik akan sedikit terekstrak oleh pelarut tersebut⁶.

3.6 Hubungan Nilai IC₅₀ Metode DPPH Dengan Fenolik Total

Beberapa penelitian menunjukkan bahwa hubungan nilai IC₅₀ dengan fenolik total berbanding terbalik atau bisa dikatakan bahwa aktifitas antioksidan berbanding lurus dengan fenolik total yang terkandung didalam sampel. Hal ini juga terdapat pada data yang terlihat pada Gambar 2.



Dari gambar 2 dapat diketahui bahwa semakin kecil nilai IC₅₀, maka fenolik total yang terdapat pada ekstrak semakin banyak. Hubungan itu dapat dilihat pada nilai R² yang didapatkan yaitu sebesar 0,945 yang berarti 94,95% aktifitas antioksidan disebabkan oleh kandungan fenolik total sedangkan sisanya sebesar 5,05% disebabkan oleh senyawa lain⁶.

IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa pada uji antioksidan dan uji toksisitas dari ekstrak heksana, etil asetat, metanol daun melinjo menunjukkan kemampuan aktif antioksidan dan toksisitas. Ekstrak metanol menunjukkan respon yang paling aktif terhadap aktifitas antioksidan dan toksisitas dibandingkan ekstrak etil asetat dan heksana. Hasil penelitian menunjukkan bahwa ekstrak heksana, etil asetat dan metanol mempunyai nilai IC_{50} berturut-turut 149,4, 122,8 dan 111,6 mg/L dan nilai LC_{50} berturut-turut 215 177,8 dan 82,8 mg/L dan kadar fenolik total ekstrak heksana, etil asetat dan metanol masing - masing sebesar 9,01, 22,52 dan 35,83 mg GAE/10 mg ekstrak, Nilai fenolik total tersebut sangat mempengaruhi aktifitas antioksidan dimana semakin besar kandungan fenolik total maka nilai IC_{50} akan semakin kecil yang menandakan semakin kuatnya aktifitas antioksidan.

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih kepada analis laboratorium Kimia Organik Bahan Alam yang telah membantu dalam penelitian ini.

VI. Referensi

1. Rukmana, Rakhmat, 2003, Melinjo Budidaya Dan Pasca Panen, *CV Aneka Ilmu*, Semarang.
2. Asfrianingsih, Retno, 2010, Isolasi Dan Karakterisasi Senyawa Metabolit Sekunder Dari Kulit Batang Tumbuhan Melinjo (*Gnetum gnemon*), UNY, Yogyakarta.
3. Djamil, R., Anelia. T , 2009, Penapisan Fitokimia dan Uji Antioksidan Dari Ekstrak Metanol beberapa Spesies Papilionaceae, *Jurnal Ilmu Kefarmasian Indonesia*, Vol. 7, No. 2
4. Afrizal,, Malik, A., Ismail Z, 2015, Antioxidant and Antiangiogenic Properties, and Gas Chromatographic-Time of Flight Analysis of *Sonchus arvensis* Leaves Extracts, *J.Chem.Soc.Pak.*, Vol. 37, No. 06, 1250-1259.
5. Parhusip, A., Boing, A, 2011, Antimicrobial Activity of Melinjo Seed and Peel Extract (*Gnetum gnemon*) Against Selected Pathogenic Bacteria, *Jurnalchem*, Vol5(3), 103-112.
6. Sugiati, D., Hanani, E., Mun'im, A , 2010, Aktivitas Antioksidan Dan Penetapan Kadar Fenol total Ekstrak Metanol Dedak Beberapa Varietas Padi (*Oryza sativa* L), *Majalah Ilmu Kefarmasian*, Vol 7, No 1. : 24-33

DEGRADASI PESTISIDA PROPINEB MELALUI PROSES SONOZOLISIS, SONOLISIS DAN OZONOLISIS MENGGUNAKAN KATALIS N-DOPED TiO₂

Sardial Akbar^a, Safni^a, Syukri^b

^aLaboratorium Kimia Analisis Terapan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^bLaboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

E-mail: sardialakbar@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Propineb is one of the pesticide that widely used in agriculture. Propineb including dithiocarbamates pesticide groups. Purpose of degradation of propineb compound is decompose or break propineb molecules into simple compounds. Degradation of propineb in pesticide antracol 70WP done sonolysis, ozonolysis, and sonozolysis by using UV-Vis spectrophotometer and HPLC. The result showed degradation propineb 6 mg/l through sonolysis process for 120 minute; degradation percentage of sonolysis value is 62% and with the addition of the catalyst degradation percentage increased to 65% for 120 minutes. Whereas ozonolysis and sonolizis process for 40 minute; degradation percentage of ozonolysis value is 40% and increase to 53% with addition of the catalyst. Whereas degradation percentage of sonolisis is 47% and increase to 56% with addition of the catalyst.

Keywords: Propineb, Sonolysis, Ozonolysis, Sonozolysis, N-doped TiO₂

I. Pendahuluan

Perkembangan teknologi saat ini memang sangat pesat. Salah satunya di bidang pertanian. Banyaknya pestisida yang dipakai oleh petani membuat semakin banyak pula residu yang dihasilkan oleh pestisida ke lingkungan.¹ Residu pestisida tersebut terdapat dalam berbagai komponen lingkungan baik itu di tanah, udara, maupun perairan. Residu pestisida pada akhirnya akan lebih dominan terakumulasi di perairan. Pestisida tersebut memiliki zat aktif tersendiri sesuai dengan kegunaannya dalam memberantas hama pertanian.²

Proses oksidasi lanjut merupakan suatu teknologi yang memanfaatkan radikal hidroksil yang sangat reaktif sebagai spesies oksidatif utama untuk memecah kontaminan organik seperti herbisida. Propineb merupakan salah satu pestisida yang digunakan untuk kontrol penyakit jamur.³ Propineb termasuk pestisida golongan fungisida. Fungisida ini termasuk dalam kelompok dithiokarbamat dan tergolong dalam fungisida non sistemik (fungisida kontak). Fungisida ini dapat mengendalikan penyakit tanaman seperti busuk batang (*Phytophthora* sp.), busuk daun (*Fusarium* sp.) dan bercak daun

(*Cercospora* sesami). Propineb berbahaya jika terhirup dan dapat menyebabkan kesehatan jika terpapar lama atau tertelan. Sedangkan bagi lingkungan propineb juga berbahaya, pemakaian propineb secara terus-menerus tanpa melihat anjuran dosis dalam pemakaiannya, mengakibatkan fungisida ini sudah sangat mencemari lingkungan tanah pertanian. Propineb mengandung zat-zat berbahaya yang bersifat *toxic* yaitu sulfur. Efek farmakologis dari pestisida golongan ditiokarbamat dapat menghambat enzim kolin estrase. Gejala yang timbul berkeringat, pusing, badan terasa lemah, sesak nafas dan kejang-kejang. Dari berbagai literatur, dapat diketahui bahwa propineb telah didegradasi dengan berbagai metoda seperti sonolisis, fotolisis, ozonolisis dan juga degradasi menggunakan katalis bakteri.⁴

Metoda degradasi senyawa organik berbahaya bermacam-macam, seperti sonolisis, dan ozonolisis. Sonolisis adalah salah satu metoda yang banyak digunakan dalam degradasi. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan penelitian mengenai degradasi pestisida sipermetrin menggunakan metode sonolisis. Sonolisis sangat baik digunakan untuk mendegradasi

senyawa organik berbahaya. Sonolisis merupakan salah satu metode yang digunakan untuk mendegradasi zat organik dalam media air dengan menggunakan getaran ultrasonik. Dalam proses sonolisis ini akan dihasilkan radikal hidroksil dan efek kavitasi. Radikal hidroksil tersebut akan mendekomposisi propineb menjadi senyawa lain yang lebih sederhana.⁵

Penelitian ini dilakukan degradasi senyawa propineb komersial. Metode oksidasi yang digunakan yaitu sonozolisis, sonolisis, dan ozonolisis dengan penambahan katalis N-doped TiO₂.⁶ Metode ozonolisis menggunakan ozon (O₃) yang dialiri dengan selang pipa pada alat ozonikator. Metode sonolisis menggunakan gelombang ultrasonik, sedangkan sonozolisis merupakan gabungan kedua metode. Selanjutnya dilakukan pengukuran menggunakan spektrofotometer UV-Vis dan HPLC.⁷

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah TiCl₄ (99%, Merck), H₂O₂ (99%, Merck), NH₃ (99%, Merck), Aquadest, Pestisida Antracol 70 WP.

Alat-alat yang digunakan antara lain Spektrofotometer UV-Vis (S.1000 Secomam Sarcelles, Perancis), Ultrasonic cleaner (Kerry Pulstaron Sonics, Inggris, frekuensi 42 kHz), HPLC (Shimadzu), neraca analitik (AA- 200, Denver instrument Company), reaktor ozon (sterilizaer ozone maker Hanako), pH meter, oven, sentrifus, kaca arloji, pipet gondok, pipet takar, labu ukur, erlenmeyer, termometer, gelas piala, dan alat-alat gelas laboratorium lainnya.

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan Bubuk N-doped TiO₂

Larutan TiCl₄ 3,6 mL ditetaskan pada 300 mL akuades dengan menggunakan *magnetic stirrer* dalam kondisi dingin hampir 4°C. Alat diset sedemikian rupa sehingga kecepatan tetesan TiCl₄ lebih cepat dari kemampuan terhidrolisisnya diudara.

Setelah 30 menit, pH diatur menjadi 10,5 dengan penambahan amonia setetes demi setetes dalam kondisi dingin dan diukur menggunakan pH meter. Setelah 24 jam, diperoleh endapan yang kemudian disentrifus dan dicuci dengan akuades berulang hingga tidak terdeteksi Cl⁻. Endapan dilarutkan dalam 80 mL akuades lalu ditambahkan H₂O₂ 28 mL setetes demi setetes kedalam campuran sambil diaduk. Larutan diuapkan dengan *rotary evaporator* untuk menguapkan pelarut dan dikeringkan dalam oven pada 100°C selama 3 jam. Selanjutnya, sampel dikalsinasi pada suhu 500°C selama 1 jam untuk memperoleh kristal *anatase*.

2.2.2 Pembuatan dan Pengukuran Spektrum Serapan Pestisida

Sebanyak 0,259 gram larutan sampel dilarutkan ke dalam 100 ml akuades untuk mendapatkan larutan induk 1000 mg/L. Selanjutnya larutan induk 1000 mg/L diencerkan menjadi 50 mg/L. Larutan diencerkan menjadi 5 variasi konsentrasi 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L dan diukur spektrum serapannya masing-masing dengan spektrum UV-Vis pada λ 300-800 nm. Data absorben diambil pada λ yang memberikan serapan maksimum.

2.2.3 Degradasi Pestisida 6 mg/L dengan Variasi Waktu secara Sonozolisis, Sonolisis dan Ozonolisis tanpa Katalis

2.2.3.1 Degradasi Pestisida secara sonolisis

Larutan *Propineb* 6 mg/L dimasukkan ke dalam botol vial sebanyak 20 ml. Larutan dimasukkan ke dalam wadah ultrasonik dan dilakukan sonolisis selama 30, 60, 90, dan 120 menit. Larutan diukur spektrum serapan masing-masing larutan dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.2.3.2 Degradasi Pestisida secara ozonolisis

Larutan *Propineb* 6 mg/L dimasukkan ke dalam tabung sono sebanyak 20 ml. Ke dalam larutan dialiri gas O₃ selama 10, 20, 30, dan 40 menit. Larutan diukur spektrum serapan masing-masing larutan dengan spektrofotometer UV-Vis.

2.2.3.3 Degradasi Pestisida secara ozonolisis

Larutan Propineb 6 mg/L dimasukkan ke dalam tabung sono sebanyak 20 ml. Larutan dimasukkan ke dalam wadah ultrasonik dan ke dalam larutan dialiri gas O₃ selama 10, 20, 30, dan 40 menit. Larutan diukur spektrum serapan masing-masing larutan dengan spektrofotometer UV-Vis.

III. Hasil dan Pembahasan

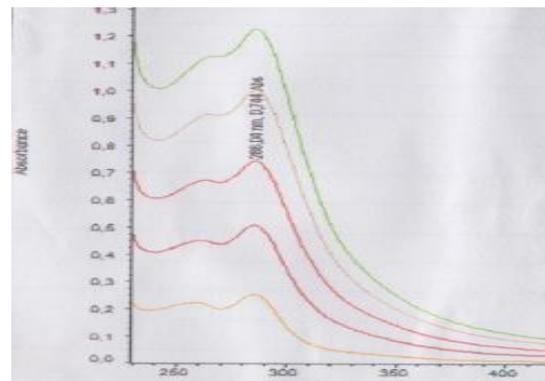
3.1 Pembuatan Nanopartikel N-doped TiO₂ pada kondisi Optimum

Partikel N-doped TiO₂ dibuat dengan metode peroxo sol-gel dan menggunakan kondisi optimum yang sudah didapatkan pada penelitian sebelumnya. Bahan dasar yang digunakan dalam pembuatan nanopartikel adalah TiCl₄ sebagai sumber Ti, akuades sebagai pelarut, NH₃ sebagai sumber N dan H₂O₂ sebagai oksidator. Saat penetesan TiCl₄ harus dilakukan secara cepat agar tidak membeku dan dilakukan di dalam lemari asam dengan suhu lingkungan 4°C pada pH 10. Setelah larutan menjadi homogen, maka larutan tersebut disentrifus. Akuades ditambahkan lakukan sebanyak 5 kali untuk memastikan tidak ada ion klorida pada endapan. Endapan dalam tabung diambil, dan dicampurkan dengan 80 ml akuades, ditambahkan 28 mL H₂O₂ untuk membentuk larutan asam peroxo titanat (PTA). Campuran distirer selama 3 jam dan pelarutnya diuapkan dengan rotary evaporator dan padatan yang tertinggal dioven selama 5 jam. Padatan dikalsinasi pada suhu 500°C. Penggunaan suhu 500°C karena merupakan suhu kalsinasi terbaik untuk pembentukan TiO₂ dengan struktur anatase.

3.2 Pengukuran Spektrum Serapan Senyawa Propineb

Senyawa propineb berupa pestisida komersial dibuat dengan variasi konsentrasi 2, 4, 6, 8, dan 10 mg/L dalam pelarut akuades. Gambar 3.2 memperlihatkan bahwa senyawa propineb memberikan serapan maksimum pada panjang

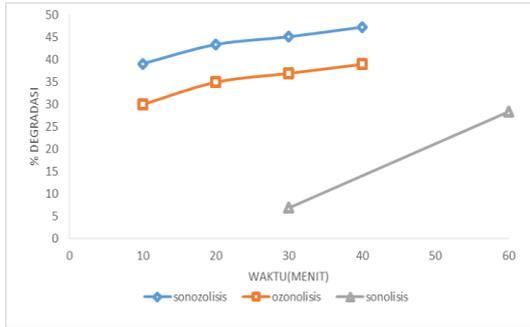
gelombang UV-Vis yaitu pada panjang gelombang 286 nm dan menunjukkan spektrum serapan senyawa propineb untuk melihat hubungan kelinearan antara absorban dan konsentrasi. Semakin tinggi konsentrasi maka nilai absorban akan semakin besar. Penelitian selanjutnya dilakukan pada konsentrasi 6 mg/L untuk mendegradasi senyawa propineb secara sonolisis, ozonolisis, dan sonozolisis.⁸



Gambar 1 Spektrum serapan Propineb pada variasi konsentrasi (a) 2 mg/L (b) 4 mg/L (c) 6 mg/L (d) 8 mg/L (e) 10 mg/L ($\lambda = 286$ nm).

3.3 Pengaruh Waktu Sonolisis, Ozonolisis Dan Sonozolisis Terhadap Persentase Degradasi Propineb

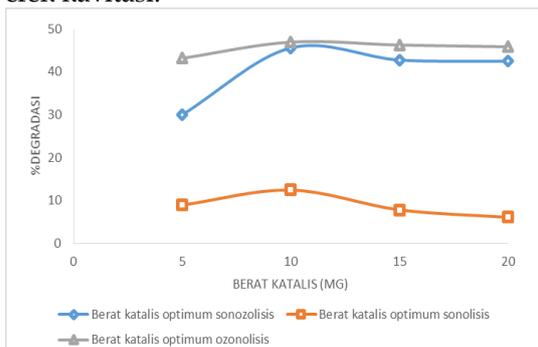
Dari grafik persen degradasi vs waktu senyawa propineb yang didegradasi dengan menggunakan metode sonozolisis, ozonolisis, dan sonozolisis dengan variasi waktu terlihat perubahan persen degradasi meningkat dengan pertambahan waktu degradasi dan terjadi penurunan absorban propineb. Persen degradasi tertinggi pada waktu 40 menit menggunakan metode sonozolisis dibandingkan metode sonolisis dan ozonolisis.⁹



Gambar 2 Pengaruh waktu sonolisis, ozonolisis, dan sonozolisis tanpa katalis terhadap persentase degradasi Propineb

3.4 Penentuan Katalis N-doped TiO₂ Optimum

Penentuan jumlah katalis optimum untuk metode sonozolisis selama 30 menit. Jumlah variasi katalis sebanyak 5, 10, 15 dan 20 mg yang akan ditambahkan kedalam 20 mL propineb 6 mg/L sebanyak. Degradasi dilakukan dengan penempatan propineb 6 mg/L pada wadah ultrasonik dengan media akuades serta dialiri gas O₃ pada larutan. Radikal hidroksil pada metode sonozolisis dihasilkan oleh gelombang bunyi (gelombang ultrasonik) yang menyebabkan efek kavitasi.¹⁰



Gambar 3 Pengaruh jumlah katalis N-doped TiO₂ terhadap persentase degradasi Propineb 6 mg/L secara sonolisis, ozonolisis, dan sonozolisis selama 30 menit

Gambar 3 memperlihatkan bahwa persentase degradasi akan meningkat dengan bertambahnya jumlah katalis karena

senyawa propineb yang terserap semakin banyak. Proses kimia pada permukaan gelembung disebabkan oleh radikal hidrogen dan radikal hidroksil yang terbentuk selama sonozolisis air dan dihasilkan melalui interaksi O₃ dan air. Pengaruh jumlah N-doped TiO₂ terhadap persentase degradasi propineb.

Jumlah katalis optimum dengan proses sonozolisis yang ditunjukkan pada gambar sebesar 10 mg, karena terjadi kenaikan persentase degradasi mulai dari penambahan katalis 5 mg sampai 10 mg dan terjadi penurunan saat penambahan 15 mg dan 20 mg katalis. Persentase degradasi senyawa propineb dengan penambahan katalis 10 mg secara sonozolisis selama 30 menit sebesar 45,56% .

Pada ozonolisis selama 30 menit, degradasi dilakukan dengan mengaliri larutan propineb 6 mg/L dengan gas ozon. Radikal hidroksil pada metode ozonolisis dihasilkan oleh reaksi antara O₃ dan air. Pengaruh jumlah N-doped TiO₂ terhadap persentase degradasi propineb dapat dilihat pada gambar.¹¹

Jumlah katalis optimum yang ditunjukkan pada gambar sebesar 10 mg, karena terjadi kenaikan persentase degradasi mulai dari penambahan katalis 5 mg sampai 10 mg dan terjadi penurunan saat penambahan 15 mg dan 20 mg katalis. Persentase degradasi senyawa propineb dengan penambahan katalis 10 mg secara ozonolisis selama 30 menit sebesar 46,91%. Penentuan jumlah katalis optimum untuk metode sonolisis selama 30 menit. Degradasi dilakukan dengan mengaliri larutan propineb 6 mg/L dengan gas ozon. Radikal hidroksil pada metode ozonolisis dihasilkan oleh gelombang bunyi (gelombang ultrasonik) yang menyebabkan efek kavitasi. Proses kimia pada permukaan gelembung disebabkan oleh radikal hidrogen dan radikal hidroksil yang terbentuk selama sonozolisis air. Pengaruh jumlah N-doped TiO₂ terhadap persentase degradasi propineb dapat dilihat pada gambar.

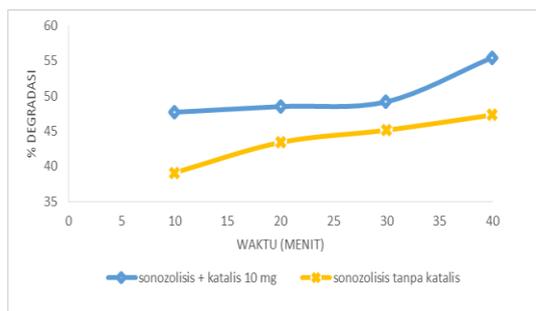
Pada metode sonolisis jumlah katalis optimum yang ditunjukkan pada gambar

sebesar 10 mg, karena terjadi penurunan persentase degradasi mulai dari penambahan katalis 15 mg sampai 20 mg. Persentase degradasi senyawa propineb dengan penambahan katalis 10 mg secara sonolisis selama 30 menit sebesar 12,44%.

3.5 Pengaruh Waktu Sonolisis, Ozonolisis Dan Sonozolisis Terhadap Persentase Degradasi Propineb Dengan Penambahan Katalis

3.5.1 Pengaruh waktu sonozolisis

Pengaruh variasi waktu terhadap degradasi Propineb tanpa dan dengan penambahan katalis N-doped TiO₂ dapat dilihat pada Gambar 4 Propineb 6 mg/L tanpa dan dengan penambahan N-doped TiO₂ Sonozolisis propineb dilakukan selama 40 menit dengan interval 10 menit, dimana persen degradasi terbesar tanpa katalis yaitu 47,31 % selama 40 menit. Dari gambar 4 terlihat bahwa persen degradasi propineb meningkat seiring dengan bertambahnya waktu.



Gambar 4. Pengaruh waktu sonozolisis terhadap persentase degradasi

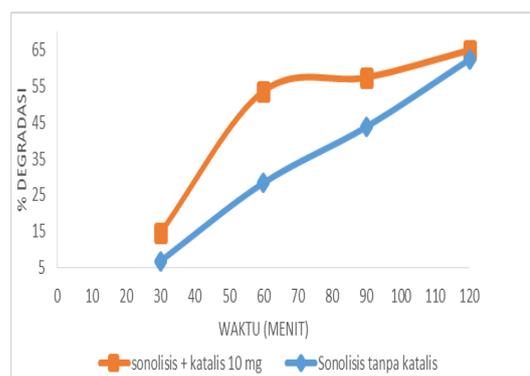
Hal ini terbukti pada waktu yang tinggi terjadi perubahan warna pada larutan propineb yang semakin pudar. Proses kimia pada permukaan gelembung disebabkan oleh radikal hidrogen dan radikal hidroksil yang terbentuk selama sonolisis air dan dekomposisi ozon dalam larutan akan menimbulkan radikal peroksida (HO₂•) dan radikal hidroksida (OH•).¹²

Berdasarkan gambar 4 dapat disimpulkan bahwa dengan penambahan katalis maka kemampuan degradasi propineb meningkat menjadi sebesar 53,49 % yang dilakukan selama 40 menit dengan metode sonozolisis. Katalis dapat

mempengaruhi proses degradasi, dimana dengan penambahan katalis dapat menyebabkan laju reaksi semakin meningkat sehingga HO₂• dan OH• yang dihasilkan dari penguraian ozon (O₃) dan air serta sonolisis air ikut meningkat.

3.5.2 Pengaruh waktu sonolisis

Sonolisis propineb dilakukan selama 120 menit dengan interval 30 menit, dimana persen degradasi terbesar tanpa katalis yaitu 62,36 % selama 30 menit. Dari gambar 5 terlihat bahwa persen degradasi propineb meningkat seiring dengan bertambahnya waktu. Hal ini terbukti pada waktu yang tinggi terjadi perubahan warna pada larutan propineb yang semakin pudar. Proses kimia pada permukaan gelembung disebabkan oleh radikal hidrogen. Berdasarkan gambar 5 dapat disimpulkan bahwa dengan penambahan katalis maka kemampuan degradasi propineb meningkat menjadi sebesar 64,92 % yang dilakukan selama 120 menit dengan metode sonozolisis. Katalis dapat mempengaruhi proses degradasi, dimana dengan penambahan katalis dapat menyebabkan laju reaksi semakin meningkat sehingga HO₂• dan OH• sonolisis air ikut meningkat.

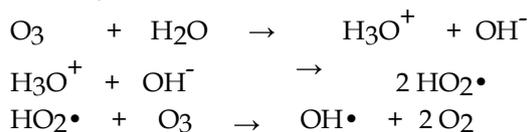


Gambar 5. Pengaruh waktu terhadap persentase degradasi secara sonolisis tanpa katalis

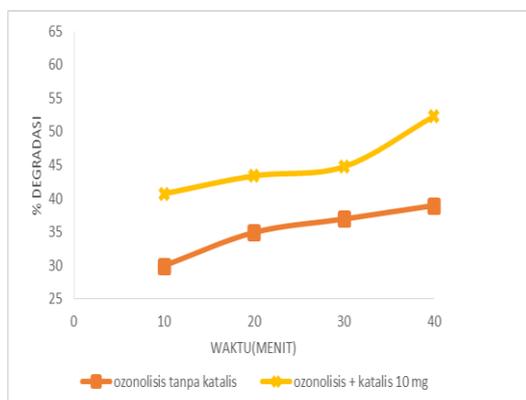
3.5.3 Pengaruh waktu ozonolisis

Ozonolisis propineb dilakukan selama 40 menit dengan interval 10 menit, dimana persen degradasi terbesar tanpa katalis yaitu 38,98 % selama 40 menit. Dari gambar 6 terlihat bahwa persen degradasi propineb

meningkat seiring dengan bertambahnya waktu. Hal ini terbukti pada waktu yang tinggi terjadi perubahan warna pada larutan propineb yang semakin pudar. Dekomposisi ozon dalam larutan akan menimbulkan radikal peroksida ($\text{HO}_2\bullet$) dan radikal hidroksida ($\text{OH}\bullet$). Mekanisme reaksi secara umum yaitu:

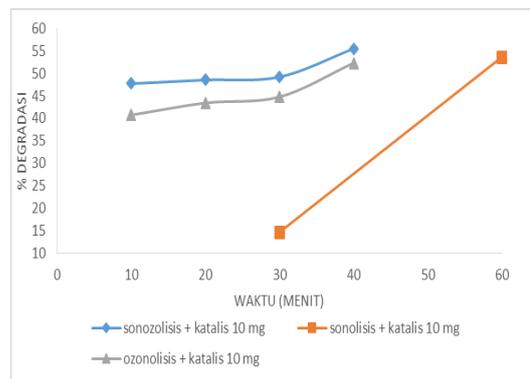


Berdasarkan gambar 6 dapat disimpulkan bahwa dengan penambahan katalis maka kemampuan degradasi *propineb* meningkat menjadi sebesar 62,63 % yang dilakukan selama 40 menit dengan metode ozonolisis. Katalis dapat mempengaruhi proses degradasi, dimana dengan penambahan katalis dapat menyebabkan laju reaksi semakin meningkat sehingga $\text{HO}_2\bullet$ dan $\text{OH}\bullet$ yang dihasilkan dari penguraian ozon (O_3) dan air ikut meningkat.¹³



Gambar 6. Pengaruh waktu terhadap persentase degradasi secara ozonolisis tanpa katalis

3.6 Perbandingan persentase degradasi Propineb Secara Sonozolisis, Sonolisis, dan Ozonolisis dengan penambahan N-Doped TiO_2



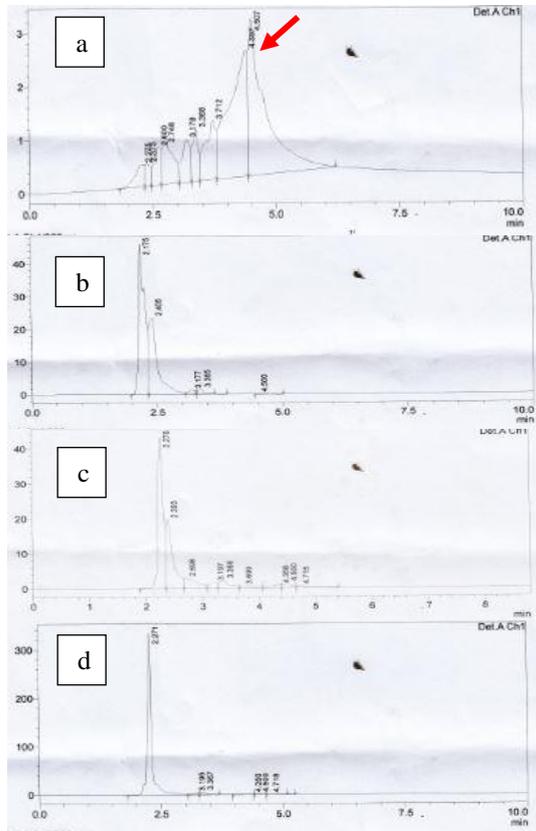
Gambar 7 Perbandingan nilai persentase degradasi dengan metode Sonozolisis, ozonolisis dan sonolisis dengan penambahan katalis

Gambar 7 menunjukkan perbandingan nilai persen degradasi dengan metode sonozolisis, ozonolisis dan sonolisis dengan penambahan katalis. Persen degradasi sangat dipengaruhi oleh waktu, dimana semakin besar waktu maka persen degradasi semakin meningkat. Dari ketiga metode dapat dinyatakan bahwa metode yang paling baik itu adalah metode sonozolisis dengan persen degradasi 55,49% selama 40 menit. Hal ini disebabkan karena sonozolisis merupakan suatu metode degradasi senyawa organik dengan menggunakan ozon (O_3) serta bantuan sonolisis. Dalam fasa air, akibat gelombang ultrasonik akan terbentuk radikal hidroksida dan ozon dapat diuraikan oleh ion hidroksida (OH^-) atau basa konjugasi H_2O_2 (HO^-) menjadi radikal $\text{HO}_2\bullet$ dan $\text{OH}\bullet$ yang dapat membantu proses degradasi. Dan jika dibandingkan persen degradasi tanpa katalis maka dengan penambahan katalis jauh lebih bagus, karena katalis mampu meningkatkan jumlah $\text{OH}\bullet$ dan $\text{HO}_2\bullet$ sehingga jumlah pestisida yang terdegradasi semakin banyak.¹⁴

4.5 Analisis HPLC

Larutan propineb 6 mg/L sebelum dan sesudah didegradasi dengan penambahan katalis secara sonolisis, ozonolisis dan sonozolisis. Larutan sisa dianalisis

menggunakan *High Performace Liquid Chromatography* (HPLC).



Gambar 8. Kromatogram larutan sisa secara a. Tanpa perlakuan, b. sonozolisis, c. sonolisis dan d. ozonolisis

Kromatogram pada Gambar 8 menunjukkan larutan sisa degradasi secara ozonolisis selama 40 menit, sonozolisis 40 menit dan sonolisis selama 60 menit. Ketiga metode mengalami penurunan luas puncak yang sangat besar. Hal ini menunjukkan bahwa hanya terdapat sedikit senyawa propineb dalam larutan.¹⁵ Bahkan setelah degradasi terbentuk puncak baru dengan waktu retensi yang lebih pendek dari waktu retensi propineb, kemungkinan terbentuk senyawa turunan dari propineb yaitu PTU(propilenetiourea). PTU merupakan senyawa metabolit propineb yang lebih toxic dibandingkan propineb, sehingga degradasi senyawa propineb harus dilakukan secara tuntas agar tidak menghasilkan senyawa lain yang lebih berbahaya.¹⁶

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian dapat disimpulkan bahwa metode Sonozolisis merupakan metode baik dalam mendegradasi *propineb* dibandingkan metode sonolisis dan ozonolisis. Persen degradasi *propineb* secara sonozolisis dengan penambahan katalis mencapai 55,49% selama 40 menit. Sementara itu dengan metode sonolisis yang lebih lama, setelah 120 menit hanya dapat mendegradasi *propineb* sebanyak 64,92%. Pada ozonolisis selama 40 menit persen degradasi mencapai 52,30%. Penggabungan kedua metode dapat meningkatkan persentase degradasi terlihat persentase degradasi dengan ozonolisis selama 30 menit 44,76%, sedangkan dengan metode sonozolisis meningkat menjadi 49,20%

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih untuk dibuat maksium 100 kata yang dialamatkan pada pihak-pihak yang berjasa dalam membantu penelitian seperti penyandang dana (jika ada) dan staf laboratorium.

Referensi

1. Spiro, T., G., and Stigliani, W., M, **2003**, *Chemistry of the Environmet. Second edition*. Prentice Hall, New Jersey, 344-399.
2. Tolgyesi, Laszlo, Peter Kele, and Torkos, Kornel, **2010**, Determination of Propylenethiourea, the Main Metabolite of Propineb, in Tomato by HILIC-MS, *The Journal of Chromatographia*, 75-80.
3. Safni, Lola Kumala S., and Zilfa, **2013**, Degradasi Senyawa Sipermetrin Dalam Insektisida Ripcord 5 EC Secara Fotolisis Dengan Penambahan TiO₂/Zeolit, *Jp. Kim*.
4. Utami, Diah Sri., Priyani, Nunuk, and Muni, Erman, **2013**, Isolasi Dan Uji Potensi Bakteri Tanah Pertanian Berastagi Sumatera Utara Dalam Mendegradasi Fungisida Antracol. *Jp USU*, 120-125.

5. E, Sanches, T. Lopes, and R. Gomez, Bokhini, **1996**, Synthesis and Characterization of Sol-Gel Pt/TiO₂ Catalys. *Journal of Solid State Chemistry*, 112, 309-314.
6. Lisenbigler, A.L, Guangquan, L. and Yates, J.T, **1995**, Photocatalysis on TiO₂ surface: principles, mechanism and selected result. *Chem. Rev*, 95, 735-758.
7. Widiyandari, Hendri and Maman Budiman, **2004**, Pengaruh Laju Aliran Gas N₂ Terhadap Sifat Optik Film Tipis Gan Yang Ditumbuhkan Dengan Teknik Pulsed Laser Deposition (PLD). *The Vol. 7*, 28-34.
8. Asahi, R., Takeshi Ohwaki, Koyu Aoki, and Morikawa, Takeshi **2001**, Visible-Light Photocatalyst- Nitrogen-doped Titanium Dioxide, *Science*, 293-269.
9. Reagen B, and Gratzel, M, **1991**, A low-cost: High Efficiency Solar Cell Based On Dye-Sensitized Colloidal Tio₂ Film *Nature*, 353, 737.
10. Irie, H., Yuka Watanabe, and Hashimoto, Kazuhito **2003**, Nitrogen-Concentration Dependence on Photocatalytic Activity of TiO₂-xN_x Powder, *The Journal Of Physical Chemistry B*, 107, 5483-5486.
11. Lestari, and Novita, Dian, **2009**, Studi Preparasi dan Karakterisasi N-doped TiO₂ Dengan Metode Sol-Gel Menggunakan Prekursor Titanium Isopropoksida (TTIP) dan Diethylamine (DEA), Depok, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Indonesia.
12. Qing Chi Xu, Diana V. Wellia, Rose Amal, Liao, Dai W., Loo, Say C. J. and Tan, Timothy, Thatt Yang, **2010**, Superhydrophilicity-assisted preparation of transparent and visible light activated N-doped titania film. *Nanoscale*, 2, 1122-1127.
13. Peter, W. C., Peter, D. M. And Christopher, J. P, **1998**, The Use of Ultrasound in Industrial Chemical Synthesis and Crystallization. Applications to Synthetic Chemistry. *Org. Process Res. Dev.* 2, 34-48.
14. Destailats, H., Anderson, T., and W., Hoffmann, M. R, **2001**, *Aplication of Ultrasound in NAPL*.
15. Arief, S., Safni, and Roza, P. P, **2007**, Degradasi Senyawa Rhodamin B Secara Sonolisis Dengan Penambahan TiO₂ Hasil Sintesa Melalui Proses Sol-Gel, *J. Ris. Kim*, 1, 64-70.

OPTIMASI EKSTRAKSI ANTIOKSIDAN TOTAL DALAM TUMBUHAN SURUHAN (*Peperomia pellucida* L. Kunth) MENGGUNAKAN ULTRASONIK DAN PENENTUAN KADARNYA DENGAN METODE DPPH

Vika Samila F., Indrawati*, Refilda

Laboratorium Kimia Lingkungan, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: loan_indrawati@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: *Peperomia pellucida* L. Kunth has traditionally been used in treating various diseases. This study aimed to optimized extraction of antioxidant from *Peperomia pellucida* L. Kunth with ultrasonic and determine the antioxidant content with 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH) method. Conventional extraction generally takes a long time and high temperatures which can damage the antioxidant compounds, ultrasonic is one of the alternative method to extract antioxidant. In this study various parameters were evaluated to obtained optimal content of antioxidants. The optimum conditions for extraction were 10 mL aquadest as the solvents, 0.2 g dry weight, extraction time 40 minutes, and the sample was dry. The antioxidant content as ascorbic acid of optimum condition was 42.4675 mg/g dry weight. Statistical parameters of the validation methods showed linearity (r)-0,9959; LoD 2,4752 mg/L; LoQ 8,2507 mg/L; SDR 1,52; Horwitz ratio 1,18 and percent recovery of 97,96%. Based on these values it can be concluded that the ultrasonic method and DPPH methods suitable for determining of antioxidants content from *Peperomia pellucida* L. Kunth.

Keywords: *Peperomia pellucida* L. Kunth, Antioxidant, Ultrasonic, DPPH, Ascorbic Acid

I. Pendahuluan

Antioksidan adalah substansi yang diperlukan tubuh untuk mengikat radikal bebas, mencegah kerusakan yang ditimbulkan dan menghambat terjadinya reaksi berantai dari pembentukan radikal bebas yang dapat menimbulkan stres oksidatif. Stres oksidatif merupakan kondisi ketidakseimbangan antara produksi *Reactive Oxygen Species* (ROS) atau senyawa radikal bebas dengan antioksidan, dimana jumlah senyawa radikal bebas lebih banyak dari pada jumlah antioksidan dalam tubuh. Maka dibutuhkan tambahan antioksidan yang cukup karena stres oksidatif yang tinggi dapat menyebabkan kerusakan dan kematian sel.^{1 dan 2} Penggunaan herbal yang mengandung antioksidan telah banyak dilakukan dalam berbagai penelitian. Tumbuhan suruhan (*Peperomia pellucida* L. Kunth) merupakan tumbuhan liar yang banyak terdapat pada daerah tropis dan lembab. Tanaman ini bisa

ditemukan di pinggir jalan, sela sela bebatuan, celah dinding yang retak, ladang dan pekarangan. Berbagai penelitian sudah dilakukan dan menunjukkan bahwa tumbuhan suruhan memiliki aktivitas analgesik, antipiretik, antiinflamasi, hipoglikemik, antibakteri, antijamur, antimikroba, antikanker, antioksidan, dan Antidiabetik.³⁻⁵

Penelitian sebelumnya mengenai kandungan total antioksidan tumbuhan suruhan digunakan metode *Ferric Reducing Antioxidant Power* (FRAP) serta pengestraksian dilakukan dengan metode maserasi. Dari penelitian tersebut diketahui bahwa kandungan total antioksidan tumbuhan suruhan pada kondisi kering lebih tinggi dari pada kondisi tumbuhan suruhan segar.⁶ Pengestraksian antioksidan dari tumbuhan biasanya dilakukan dengan metode maserasi, perkolasi, dan sokletasi, namun pengestraksian tersebut umumnya

memerlukan waktu yang lama dan suhu tinggi yang dapat merusak senyawa antioksidan, sehingga digunakan metode ekstraksi yang lebih efisien salah satunya menggunakan metode ultrasonik. Informasi total antioksidan dalam tumbuhan suruhan sangat dibutuhkan guna pengambilan keputusan dalam upaya memenuhi kebutuhan antioksidan tubuh sehubungan dengan pencegahan dan pengobatan penyakit.

II. Metode Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Sampel yang digunakan adalah tumbuhan suruhan (*Peperomia pellucida* L. Kunth). Bahan yang digunakan, yaitu: pelarut (akuades, metanol, etanol, 1,1-difenil-2-pikrihidrazil (DPPH), Asam Askorbat. Alat yang digunakan pada penelitian ini, yaitu: Ultrasonic CD-4800 50 Hz, Spectronic 20D+, timbangan analitik Kern ABJ, Oven LDO-150N, botol vial berwarna gelap dan alat-alat gelas umum yang digunakan di Laboratorium.

2.2 Prosedur penelitian

Preparasi Sampel

Sampel tumbuhan suruhan (*Peperomia pellucida* L. Kunth) diambil di daerah Kuranji, Padang. Tumbuhan suruhan beserta akarnya dibersihkan dengan air dan ditiriskan sampai kering. Sampel segar ditimbang sebanyak 1 kg lalu dirajang dan dikeringanginkan. Sampel ini digunakan untuk semua perlakuan, dengan menentukan kadar airnya terlebih dahulu menggunakan metode gravimetri.

Pembuatan Reagen

a. Pembuatan Larutan DPPH 0,1 mM

Serbuk DPPH ditimbang sebanyak 0,0040 g kemudian dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 100 mL sehingga diperoleh larutan DPPH dengan konsentrasi 0,1 mM.

b. Pembuatan Standar Asam Askorbat 100 mg/L

Asam askorbat ditimbang sebanyak 0,0050 g kemudian dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas dan didapatkan larutan induk 100 mg/L untuk

kemudian diencerkan menjadi 0, 5, 10, 15, 20 dan 25 mg/L.

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum DPPH

Larutan DPPH 0,1 mM sebanyak 4 mL dimasukkan ke dalam tabung reaksi lalu ditambahkan metanol sebanyak 2 mL, dikocok dan didiamkan selama 30 menit lalu diukur absorbannya pada panjang gelombang 500-525 nm dengan menggunakan spectronic 20D+.

Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Asam Askorbat dengan Metode DPPH

Ke dalam botol vial berwarna coklat dipipet masing-masing 2 mL larutan standar asam askorbat (0, 5, 10, 15, 20 dan 25) mg/L dan Ke dalam masing-masing larutan ditambahkan DPPH 0,1 mM sebanyak 4 mL, kemudian didiamkan selama 30 menit. Absorbannya diukur dengan spectronic 20D+ pada panjang gelombang 517 nm.

Penentuan Kondisi Optimum Pengekstraksian Antioksidan dengan Menggunakan Metode Ultrasonik

a. Pengaruh Jenis Pelarut yang Digunakan untuk Pengekstraksian

Sampel sebanyak 1,0 g ditambahkan dengan 10 mL metanol dan dilakukan ultrasonik selama 8 menit. Ekstrak yang dihasilkan diencerkan 100 kali, dipipet 2 mL dan ditambahkan 4 mL DPPH 0,1 mM, kemudian didiamkan selama 30 menit. Absorbannya diukur dengan spectronic 20D+ pada panjang gelombang 517 nm. Hal yang sama dilakukan untuk pelarut etanol dan akuades.

b. Pengaruh Berat Sampel yang Digunakan untuk Ekstraksi

Sampel seberat 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 g masing-masing ditambahkan dengan 10 mL akuades yang memberikan kandungan antioksidan yang tinggi pada poin a dan dilakukan ultrasonik selama 8 menit. Ekstrak yang dihasilkan diencerkan 100 kali dan total antioksidannya diukur menggunakan metode DPPH.

c. Pengaruh Waktu Pengadukan Ultrasonik terhadap Kandungan Antioksidan dari Tanaman Suruhan

Sampel seberat 0,2 g yang memberikan kandungan antioksidan tertinggi pada poin b ditambahkan 10 mL akuades dan dilakukan ultrasonik selama 8, 16, 24, 32, 40, 80, 120, 160

menit. Ekstrak yang dihasilkan diencerkan 100 kali dan total antioksidannya diukur menggunakan metode DPPH.

d. Pengaruh Berbagai Perlakuan Pelarut Pengekstrak Sampel Segar dan Sampel Kering terhadap Kandungan Antioksidannya

Sampel kering angin 0,2 g dimasukkan ke dalam masing-masing 4 buah gelas piala. Gelas piala pertama ditambahkan 10 mL akuades dan direndam selama 40 menit. Gelas piala kedua ditambahkan 10 mL akuades panas dan direndam selama 40 menit. Gelas piala ketiga ditambahkan 10 mL akuades dan direndam sambil dipanaskan selama 40 menit. Gelas piala keempat ditambahkan dengan 10 mL akuades dan di ultrasonik selama 40 menit. Masing-masing ekstrak yang diperoleh diencerkan 100 kali dan total antioksidannya diukur menggunakan metode DPPH. Hal yang sama juga dilakukan pada sampel tumbuhan suruhan segar.

Validasi Metode

a. Linearitas

Untuk menentukan linearitas, dibuat standar dengan 5 konsentrasi yang berbeda. Hasil pengukuran dibuat kurva yang menunjukkan hubungan antara konsentrasi dan absorban.

b. LoD (Batas Deteksi) dan LoQ (Batas Kuantitasi)

Batas deteksi dihitung dari 3 kali simpangan baku kurva kalibrasi dibagi slope persamaan garis linier.

$$\text{LoD} = \frac{3.Sy/x}{B}$$

Batas Kuantitasi dihitung dari 10 kali simpangan baku kurva kalibrasi dibagi slope persamaan garis linear.

$$\text{LoQ} = \frac{10.Sy/x}{B}$$

c. Presisi

Ke dalam 5 botol vial berwarna gelap dipipet 2 mL ekstrak sampel tumbuhan suruhan yang sudah diencerkan 100 kali. Kemudian ditambahkan larutan DPPH sebanyak 4 mL dan didiamkan selama 30 menit dalam ruangan gelap dan diukur absorbannya. Persen presisi ditentukan dengan melihat nilai standar deviasi relatif. Data yang didapat dilakukan uji data

terpencil (*outlier*) terlebih dahulu, selanjutnya ditentukan penyimpangan pada setiap titik data dari rata-rata yang dihitung menggunakan nilai dari rata-rata. Nilai SDR dihitung dengan membagi nilai SD yang diperoleh dengan nilai rata-rata.

$$\text{SDR} = \frac{SD}{\bar{x}} \times 100\%$$

d. Rasio Horwitz (HORRAT)

Pengujian dilakukan dengan membandingkan nilai SDR dari hasil pengujian dengan nilai SDR horwitz yang bernilai $2^{1-0,5 \log C}$. Suatu metode analisis mempunyai nilai presisi yang valid jika SDR dari hasil metode DPPH lebih kecil dari SDR Horwitz atau $\text{HORRAT} \leq 2$. Kriteria penerimaan presisi suatu metode ditetapkan berdasarkan nilai rasio Horwitz (HORRAT).

$$\text{HORRAT} (r) = \frac{\text{RSD}}{\text{PRSD}_r}$$

Dimana, PRSD_r adalah standar deviasi relatif Horwitz ($\sigma_H = 2^{1-0,5 \log C}$) dengan C adalah fraksi konsentrasi dan RSD adalah simpangan baku relatif ripitabilitas.

e. Perolehan Kembali (% Recovery)

Persen perolehan kembali metode analisis dinyatakan dalam rumus:

$$\% \text{ recovery} = \frac{[\text{sampel} + \text{standar}] - [\text{sampel}]}{[\text{standar}]} \times 100\%$$

Dimana:

[sampel + standar] = ekstrak sampel yang sudah diencerkan 100 kali dipipet 2 mL Ke dalam botol vial gelap, ditambahkan 4 mL larutan DPPH 0,1 mM dan 2 mL larutan asam askorbat 5 mg/L kemudian didiamkan selama 30 menit. Absorbannya diukur dengan spectronic 20D+ pada panjang gelombang 517 nm.

[sampel] = ekstrak sampel yang sudah diencerkan 100 kali dipipet 2 mL Ke dalam botol vial gelap, ditambahkan 4 mL larutan DPPH 0,1 mM kemudian didiamkan selama 30 menit. Absorbannya diukur dengan spectronic 20D+ pada panjang gelombang 517 nm.

[standar] = 2 mL larutan asam askorbat 5 mg/L dimasukkan Ke dalam botol vial gelap, ditambahkan 4 mL larutan DPPH 0,1 mM kemudian didiamkan selama 30 menit.

Absorbannya diukur dengan spectronic 20D+ pada panjang gelombang 517 nm.

III. Hasil dan Pembahasan

Serapan Maksimum Larutan DPPH

Serapan maksimum larutan DPPH ditentukan sebelum penetapan kandungan antioksidan. Larutan DPPH memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 517 nm, ini sesuai dengan nilai serapan maksimum larutan DPPH teoritis.⁷ Oleh karena itu panjang gelombang 517 nm digunakan untuk menentukan kandungan antioksidan dalam penelitian ini.

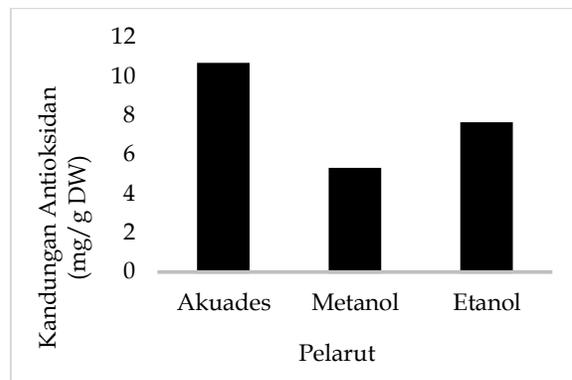
Persen Kadar Air dalam Sampel Tumbuhan Suruhan

Penentuan persen kadar air dalam sampel dilakukan untuk mengetahui berat kering dari tumbuhan suruhan. Metode yang digunakan dalam penentuan kadar air sampel yaitu gravimetri, dimana sampel dilakukan pemanasan dengan oven pada suhu 105°C untuk menguapkan molekul air yang terikat pada sampel.

Dari penelitian yang dilakukan dapat diketahui persen kadar air dalam tumbuhan suruhan segar dan tumbuhan suruhan kering angin berturut-turut, yaitu 93,7% dan 16,07%. Tingginya kadar air dalam tumbuhan suruhan ini dikarenakan tumbuhan suruhan hidup didaerah yang lembab.⁸

Pengaruh Pelarut Pengekstrak terhadap Kandungan Antioksidan pada Sampel Tumbuhan Suruhan

Pengaruh pelarut pengekstrak terhadap kandungan antioksidan pada sampel tumbuhan suruhan dapat dilihat pada Gambar 4.1, dimana kandungan antioksidan tertinggi diperoleh pada ekstrak akuades yaitu 10,6374 mg/g DW. Dari penelitian-penelitian sebelumnya diperoleh informasi bahwa kandungan tumbuhan suruhan terdiri dari senyawa alkaloid, tanin, saponin, dan flavonoid. Kadar total flavonoid dalam tumbuhan suruhan yang diperoleh dari penelitian sebelumnya berkisar 3,807%–4,244%.⁹ Flavonoid sebagai salah satu kelompok senyawa fenolik yang banyak terdapat pada jaringan tanaman dapat berperan sebagai antioksidan yang umumnya dapat diekstrak dengan pelarut polar.¹⁰

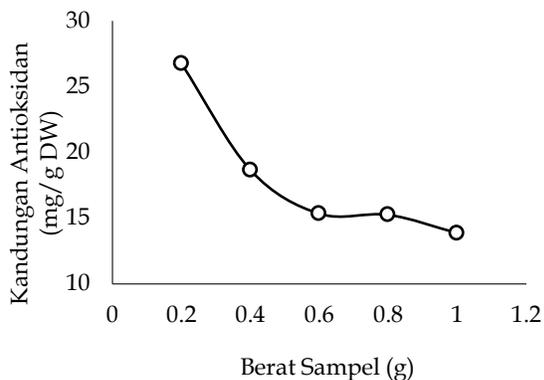


Gambar 1. Diagram hubungan pelarut pengekstrak dengan kandungan antioksidan dalam sampel tumbuhan suruhan

Tingkat kepolaran akuades lebih tinggi dibandingkan kepolaran metanol dan etanol, sehingga kandungan antioksidan ekstrak akuades tumbuhan suruhan lebih besar dari ekstrak metanol maupun etanol. Hal ini juga didukung dari penelitian sebelumnya, bahwa kadar senyawa tumbuhan suruhan yang dapat larut dalam akuades lebih besar dibanding etanol, dimana nilainya berturut-turut 18,8% dan 12,83%.¹¹ Penelitian sebelumnya mengenai daun rosemary yang diekstrak menggunakan metode sokletasi diperoleh kandungan antioksidan terbesar dengan menggunakan pelarut akuades yaitu 8,90 mg/g dan diikuti pelarut metanol dan aseton dengan nilai berturut-turut 7,65 dan 0,92 mg/g.¹² Penelitian mengenai penentuan antioksidan total dalam biji kacang tunggak menggunakan pelarut etanol, metanol dan aseton dengan berbagai variasi telah dilaporkan, diperoleh antioksidan total terbesar dengan menggunakan pelarut aseton 80% yaitu 25973,3 mg EB/g.¹³

Pengaruh Berat Sampel Tumbuhan Suruhan yang diekstrak terhadap Kandungan Antioksidannya

Berat sampel yang memberikan kandungan antioksidan tertinggi pada volume pengekstraksian tertentu (10 mL pelarut) telah dipelajari. Hasilnya dapat dilihat pada Gambar 2, dari berbagai variasi berat sampel tumbuhan suruhan yang diekstrak diperoleh kandungan antioksidan terbesar pada berat sampel 0,2 g yaitu 26,7462 mg/g DW

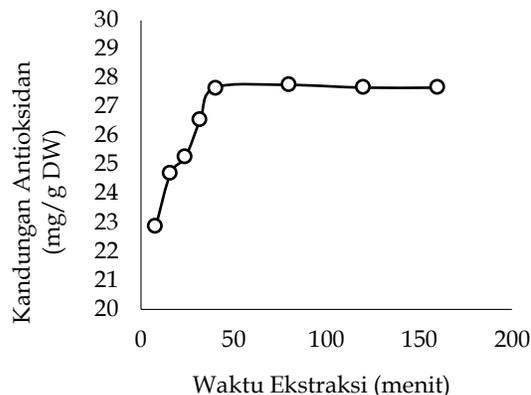


Gambar 2. Grafik hubungan antara berat sampel yang diekstrak dengan kandungan antioksidan dalam tumbuhan suruhan menggunakan 10 mL pelarut akuades dan 8 menit waktu pengekstraksian

Hal ini dikarenakan untuk pengekstraksian menggunakan ultrasonik dengan perbandingan berat sampel dan volume pelarut sangat menentukan, dimana pada berat sampel 1,0 g kandungannya cenderung menurun karena perbandingan volume pengekstrak terhadap sampel tidak mencukupi untuk menarik antioksidan dalam sampel lebih banyak lagi atau sudah tercapainya titik jenuh dari larutan. Penelitian sebelumnya mengenai pengaruh perbandingan pelarut dengan berat sampel (10:1-20:1 v/b) terhadap kandungan antosianin pada buah blackberry diperoleh kandungan tertinggi pada perbandingan 10:1 v/b sebesar 107,81 mg/100g.¹⁴

Pengaruh Waktu Pengekstraksian terhadap Kandungan Antioksidan Sampel Tumbuhan Suruhan

Pengaruh waktu pengekstraksian terhadap kandungan antioksidan sampel tumbuhan suruhan dapat dilihat pada Gambar 3. Semakin lama waktu ekstraksi maka kandungan antioksidan akan meningkat. Ekstraksi selama 40 menit memberikan waktu yang cukup banyak bagi pelarut untuk menembus dinding sel dan menarik keluar senyawa-senyawa yang terkandung dalam bahan¹⁵, sehingga diperoleh kandungan antioksidan yang tinggi yaitu 27,6710 mg/g DW.



Gambar 3. Grafik hubungan antara waktu ultrasonik terhadap kandungan antioksidan dalam tumbuhan suruhan, dengan menggunakan 10 mL pelarut akuades dan 0,2 g sampel tumbuhan suruhan kering angin

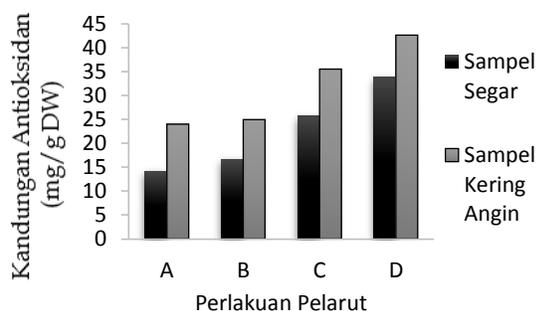
Pada menit ke-40 sampai menit ke-160 kandungan antioksidan yang diperoleh relatif sama, dimana menunjukkan penambahan waktu tidak memberikan konsentrasi yang nyata dengan lama ekstraksi terhadap proses ekstraksi saat larutan menjadi jenuh.¹⁶ dan ¹⁷ Nilai antioksidan dari menit ke-40 tidak turun menandakan antioksidan tumbuhan suruhan tidak terdegradasi sampai waktu pengekstraksian 160 menit. Penelitian sebelumnya mengenai ekstraksi oleoresin dengan menggunakan ultrasonik, menunjukkan dari menit ke-11 sampai ke-66 hasil ekstraksi yang diperoleh semakin tinggi dan pada menit ke-66 sampai menit ke-132 diperoleh hasil ekstraksi yang relatif sama.¹⁸

Pengaruh Perlakuan Pelarut Akuades terhadap Kandungan Antioksidan dalam Sampel Tumbuhan Suruhan Segar dan Kering

Gambar 4 memperlihatkan bahwa kandungan antioksidan sampel dalam keadaan kering lebih besar dibanding dalam keadaan segar untuk setiap variasi pengekstraksian dengan akuades. Tingginya kandungan antioksidan sampel kering dikarenakan sedikitnya kandungan air yang ada pada sampel dibandingkan sampel segar yang kandungan airnya besar, yang mana berpengaruh terhadap faktor pengenceran. Penelitian yang dilakukan oleh sitorus (2013) tentang kandungan antioksidan dalam

tumbuhan suruhan dengan metode FRAP serta pengestraksian dilakukan dengan metode maserasi ditemukan bahwa kandungan total antioksidan tumbuhan suruhan kering lebih besar dari tumbuhan suruhan segar.

Faktor penyebab tingginya total antioksidan dalam ekstrak suruhan kering adalah kadar airnya yang sedikit. Banyaknya air yang terkandung dalam suruhan akan berpengaruh terhadap faktor pengenceran senyawa antioksidan dalam tumbuhan suruhan tersebut. Semakin rendah kadar air yang terkandung dalam tumbuhan suruhan maka semakin tinggi total antioksidan yang akan terukur.⁶



Gambar 4. Diagram hubungan antara perlakuan pelarut terhadap kandungan antioksidan dalam tumbuhan suruhan, dengan menggunakan 10 mL pelarut akuades dan 0,2 g sampel tumbuhan suruhan kering angin, waktu pengestraksian 40 menit

Keterangan:

- A = Sampel direndam dengan akuades tanpa perlakuan
- B = Sampel direndam dengan akuades panas
- C = Sampel direndam dengan akuades sambil dipanaskan
- D = Sampel direndam dengan akuades sambil di ultrasonik

Berdasarkan Gambar 4, dari keempat variasi pengestraksian dengan akuades diperoleh kandungan antioksidan yang terbesar dengan cara pengestraksi dengan ultrasonik dibandingkan menggunakan pengestraksian merendam sampel dengan akuades panas, pengestraksian sampel dengan akuades sambil dipanaskan, dan pengestraksian dengan akuades dingin. Besarnya kandungan antioksidan sampel dengan pengestraksian menggunakan ultrasonik dikarenakan adanya

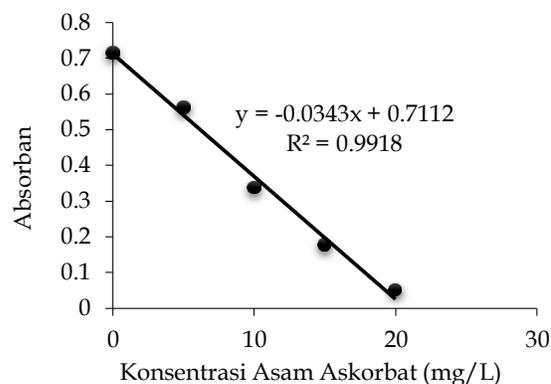
gelombang ultrasonik yang dapat meningkatkan kemampuan penetrasi pelarut ke dalam sel bahan sehingga meningkatkan jumlah komponen sel yang berdifusi ke dalam pelarut.¹⁹

Hasil penelitian sebelumnya menunjukkan bahwa total antioksidan ekstrak suruhan kering sebesar 3,25 mmol/100g dan ekstrak suruhan segar 0,21 mmol/100g.⁶ Pengestraksian sampel dengan akuades sambil dipanaskan menghasilkan kandungan antioksidan yang cukup tinggi juga. Sehingga tumbuhan suruhan dalam kehidupan sehari-hari dapat diaplikasikan menjadi ramuan dengan pengolahannya yang mudah seperti direbus dengan air.

Validasi Metode

a. Linearitas

Uji linieritas dilakukan untuk melihat kemampuan dari metode analisis dalam memberikan respon yang baik dari berbagai konsentrasi larutan standar pada kurva kalibrasi untuk menghasilkan garis lurus. Untuk mengetahui hubungan yang linear antara konsentrasi larutan standar asam askorbat dengan nilai absorbansi yang dihasilkannya dibuat kurva kalibrasi Gambar 5. Dari kurva kalibrasi standar asam askorbat diperoleh nilai koefisien korelasinya mendekati -1 ~ -0,9959 dengan persamaan regresi $y = 0,7112 - 0,0343x$.



Gambar 5. Grafik hubungan konsentrasi larutan standar asam askorbat terhadap absorbansi

Nilai koefisien korelasi yang mendekati -1 atau lebih besar dari -0,99 membuktikan bahwa metode uji antioksidan metode DPPH dengan Spectronic 20D+ mempunyai linearitas yang baik. Korelasi yang diperoleh adalah korelasi

negatif, dimana menunjukkan semakin besar konsentrasi larutan standar maka nilai absorban yang diperoleh akan semakin kecil, hal ini dikarenakan semakin besar konsentrasi asam askorbat maka semakin banyak DPPH yang diredam, karena asam askorbat mampu mendonorkan proton ke DPPH, tereduksinya DPPH mengakibatkan DPPH sisa akan semakin sedikit sehingga nilai absorban DPPH yang terukur akan semakin kecil.

b. Batas Deteksi (LoD) dan Batas Kuantitasi (LoQ)

Batas deteksi adalah jumlah terkecil kadar antioksidan dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Sementara batas kuantitasi merupakan parameter kuantitas terkecil kadar antioksidan dalam sampel yang masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama. Nilai LoD dan LoQ dihitung secara statistik melalui garis regresi linear dari kurva kalibrasi, nilai LoD diperoleh sebesar 2,4752 mg/L, sedangkan nilai LoQ diperoleh sebesar 8,2507 mg/L.

c. Presisi

Nilai presisi diperoleh dengan cara menetapkan kadar sampel sebanyak 5 kali pengulangan. Namun dari data yang diperoleh telah dilakukan uji outlier sehingga ada satu data yang harus dibuang. Persen presisi ditentukan dengan melihat nilai standar deviasi relatif (SDR). Nilai SDR yang disyaratkan bernilai < 5 %. Pengujian dilakukan dengan membandingkan nilai SDR dengan nilai SDR horwitz yang bernilai $2^{1-0,5\log C}$. Suatu metode analisis mempunyai nilai presisi yang valid jika SDR dari hasil metode DPPH lebih kecil dari SDR Horwitz atau HORRAT ≤ 2 .²⁰ Nilai SDR dan nilai HORRAT yang diperoleh berturut-turut, 1,52 dan 1,18. Pada hasil penelitian dengan menggunakan metode DPPH menunjukkan hasil yang valid dalam pengujian antioksidan.

d. Perolehan Kembali (% recovery)

Persen perolehan kembali didapat dari nilai konsentrasi kadar antioksidan dari sampel dengan metode DPPH dilakukan pengulangan sebanyak 5 kali. Persen recovery rata-rata diperoleh sebesar 97,96%. Dari hasil yang diperoleh tersebut maka dapat disimpulkan

bahwa akurasi metode analisis yang dilakukan cukup tinggi karena memenuhi syarat % recovery yaitu sebesar 80%-120%.

IV. Kesimpulan

Dari berbagai parameter uji pengekstraksian menggunakan ultrasonik yang telah dilakukan dalam penentuan kandungan total antioksidan dalam tumbuhan suruhan diperoleh kondisi optimum pengekstraksian, yaitu menggunakan 10 mL pelarut akuades, berat sampel 0,2 g, waktu pengekstraksian 40 menit, kondisi sampel kering angin, dan pengekstraksian menggunakan ultrasonik, dengan kandungan antioksidan sebesar 42,5675 mg/g DW.

Validasi metode menunjukkan nilai linearitas (r) sebesar -0,9959, nilai LoD 2,4752 mg/L, nilai LoQ 8,2507 mg/L, presisi (nilai SDR 1,52 dan nilai rasio Horwitz 1,18), perolehan kembali yang diperoleh sebesar 97,96%. Dapat disimpulkan bahwa metode yang digunakan valid untuk pengujian antioksidan dalam sampel uji.

V. Ucapan terima kasih

Pada kesempatan ini penulis mengucapkan terima kasih kepada semua yang telah memberikan bimbingan, arahan, nasehat, dan membantu terlaksananya penelitian ini.

Referensi

1. Mason P: *Dietary supplement*, 3rd Ed. Pharmaceutical Press: London; 2007, 8-9.
2. Rajendran P, Nandakumar N, Rengarajan T, Palaniswami R, Gnanadhas E N, Lakshminarasiah U: Antioxidants and human diseases. *Clinica Chimica Acta* 2014, 436:332-347.
3. Sheikh, Hasib, *et al*: Hypoglycemic, Anti-inflammatory and Analgesic Activity of *Peperomia pellucida* (L.) HBK (Piperaceae). *International Journal of Pharmaceutical Sciences and Research* 2013, 4(1):458-463.
4. Wei LS, Wee, Wendy, Siong, Julius YF, Syamsumir, Desy F: Characterization of

- Anticancer, Antimicrobial, Antioxidant properties and chemical compositions of *Peperomia pellucida* leaf extract. *Acta Medica Iranica* 2011, 49(10):669-674.
5. Widowati W, Wijaya L, Wargasetia TL, Bachtiar I, Yellianty, Laksmiawati DR: Antioxidant, anticancer, and apoptosis-inducing effects of Piper extracts in HeLa cells. *Journal of Experimental and Integrative Medicine* 2013, 3(3):225-30.
 6. Sitorus E, Momuat LI, Katja DG: Aktivitas antioksidan tumbuhan suruhan (*Peperomia Pellucida* L. Kunth). *Jurnal Ilmiah Sains* 2013, 13(2):80-85.
 7. Fadda A, Serra M, Molinu MG, Azara E, Barberis A, Sanna D: Reaction time and DPPH concentration influence antioxidant activity and kinetic parameters of bioactive molecules and plant extracts in the reaction with the DPPH radical. *Journal of Food Composition and Analysis* 2014, 35:112-119.
 8. Dalimartha S: *Atlas tumbuhan obat indonesia* Jilid 4. Puspaswara: Jakarta; 2006.
 9. Irsyad M: Standardisasi ekstrak etanol tanaman katumpangan air (*peperomia pellucida* L. kunth). *Skripsi*. Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan, UIN Syarif Hidayatullah: Jakarta; 2013.
 10. De Abreu N, Mazzafera P: Effect of water and temperature stress on the content of active constituents of *Hypericum brasiliense Choisy*. *Plant Physiol. Biochem.* 2005, 43:241-248.
 11. Lestari P: Karakterisasi simplisia dan isolasi senyawa triterpenoid/steroida dari herba suruhan. *Skripsi*. Fakultas Farmasi, USU: Medan; 2010.
 12. Wollinger A, Perrin E, Chahboun J, Jeannot V, Touraud D, Kunz W: Antioxidant activity of hydro distillation water residues from *Rosmarinus officinalis* L. leaves determined by DPPH assays. *C. R. Chimie* 2016, 1-12.
 13. Yulistian DP, Utomo EP, Ulfa SM, Yusnawan E: Studi pengaruh jenis pelarut terhadap hasil isolasi dan kadar senyawa fenolik dalam biji kacang tunggak (*Vigna unguiculata* (L.) Walp) sebagai antioksidan. *Kimia Student Journal* 2015, 1(1):819 – 825.
 14. Oancea S, Grosu C, Ketney O, and Stoia M: Conventional and Ultrasound-Assisted Extraction of Anthocyanins from Blackberry and Sweet Cherry Cultivars. *Acta Chim. Slov.* 2013, 60(2):383-389.
 15. Navas MJ, Jimenez AM, Bueno JM, Saez P, Asuero AG: Analysis and antioxidant capacity of anthocyanin pigments. part iv: extraction of anthocyanins. *Critical Reviews in Analytical Chemistry* 2012, 42:313-342.
 16. Kurniati, S: Ekstraksi antosianin ubi jalar ungu. (*Ipomoea batatas var Ayamurasaki*) menggunakan ultrasonik bath. *Skripsi*. FTP, Universitas Brawijaya: Malang; 2011.
 17. Bilgin M, Ahin S: Effects of geographical origin and extraction methods on total phenolic yield of olive tree (*Olea europaea*) leaves. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers* 2013, 44(1):8-12.
 18. Jos B, Pramudono B, Aprianto: Ekstraksi oleoresin dari kayu manis berbantu ultrasonik dengan menggunakan pelarut alkohol. *Reaktor* 2011,13(4):231-236.
 19. Wang X, Wu Q, Wu Y, Chen G, Yue W, Liang Q: Response surface optimized ultrasonic-assisted extraction of flavonoids from sparganii rhizoma and evaluation of their in vitro antioxidant activities. *Molecules* 2012, 17(6):6769-6783.
 20. Anderson RL: *Practical Statistic For Analytical Chemists*. Van Nostrand Reinhold Company: New York; 1987.

MEMPELAJARI PEMBENTUKAN KOMPLEKS ANTARA TAUTOMER SITOSIN DENGAN SENYAWA METABOLIT AKTIF GLISITEIN MENGGUNAKAN METODE SEMIEMPIRIS (AM1)

Syafwan Frinaldi*, Emdenis, Imelda

Laboratorium Kimia Komputasi Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: syafwanfree@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Analysis of the formation of complex has been made between the active metabolites compounds of flavonoids glycitein with sytosine. This research has been conducted analysis of the sytosine tautomers are most formed and most stable and the most complex formed between the active metabolite compounds of flavonoid glycitein with cytosine. The analysis were performed using the method semiempiris Austin Model 1 (AM1). The result indicates that the cytosine tautomeric form 1 of the most stable and most easily formed. Interaction tautomeric cytosine with a compound of the active metabolite of isoflavones glycitein diol epoxide stable is the interaction between cytosine 4 with isoflavones diol epoxides and interaction tautomeric cytosine with isoflavones diketone stable is diketone isoflavones interaction cytosine 5 diketone isoflavones which has total energy and heat of formation of the low, and short bond length.

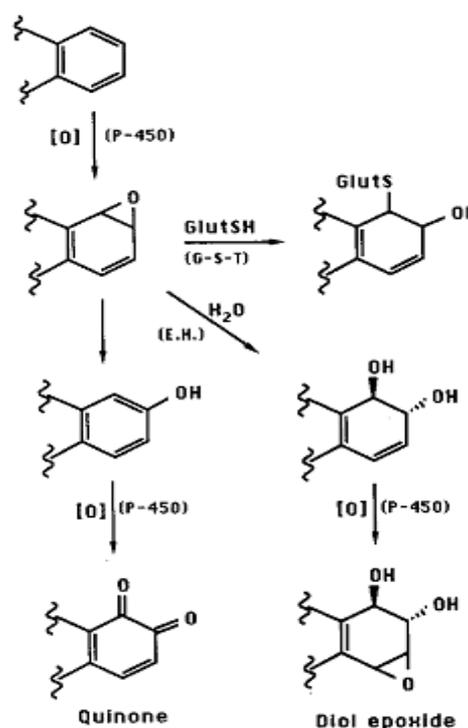
Keywords: CytosineTautomeric, Flavonoids, SemiempiricalAM1, Glycitein

I. Pendahuluan

Antioksidan merupakan senyawa yang mampu menghambat reaksi radikal bebas dalam tubuh manusia. Adanya radikal bebas dipercayai sebagai penyebab sejumlah penyakit seperti kardiovaskuler, neurodegeneratif, dan kanker jenis tertentu. Aktivitas antioksidan terdiri dari beberapa mekanisme diantaranya mencegah reaksi berantai, mencegah pembentukan peroksida, mencegah pengambilan atom hidrogen, mereduksi, dan menangkap radikal. Pada umumnya antioksidan mengandung struktur inti sama yang mengandung cincin benzen tidak jenuh disertai gugusan hidroksi atau gugus amino [1].

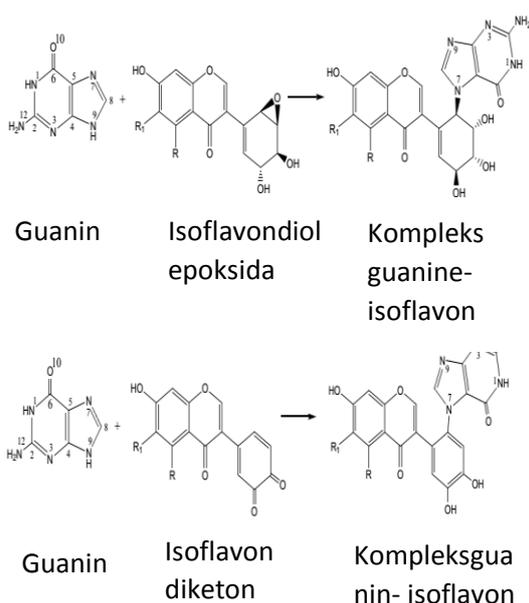
Flavonoid merupakan salah satu senyawa antioksidan dan termasuk dalam golongan senyawa fenolik dengan struktur kimia C6-C3-C6 [2]. Flavonoid memiliki cincin benzen yang bebas. Adanya cincin bebas benzen dalam metabolisme tubuh yang dibantu oleh enzim P-450, enzim epoksida hidrase dan glutathion-S-transferase memungkinkan terbentuknya diol

epoksida dan diketon yang merupakan metabolit aktif [3].



Gambar 1. Mekanisme pembentukan diketon dan diol epoksida

Senyawa metabolit berupa diketon dan diol epoksida flavonoid cenderung berikatan dengan basa nitrogen DNA maupun dalam bentuk tautomernya. Jika metabolit aktif berikatan dengan basa nitrogen DNA akan membentuk senyawa kompleks yang bersifat karsinogen. Senyawa karsinogen ini dapat menyebabkan kerusakan pada struktur DNA sehingga memungkinkan terjadi mutasi gen [3,4].

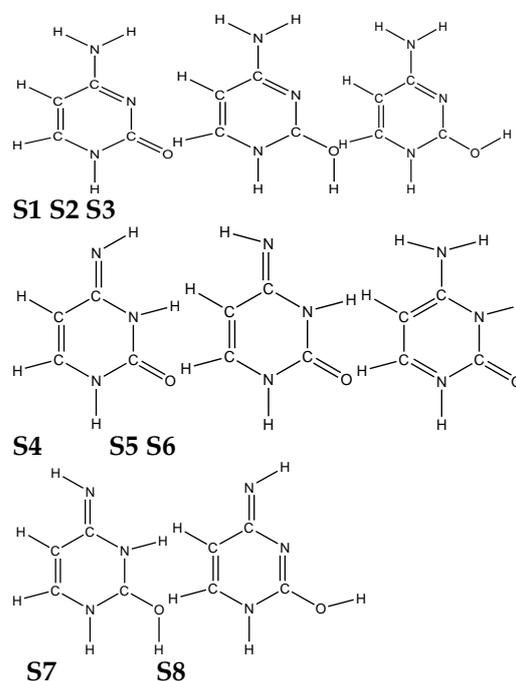


Glisitein; R= H, R₁= OCH₃

Gambar 2. Pembentukan guanine isoflavon diol epoksida dan guanine isoflavon diketon

Pada penelitian yang telah dilakukan sebelumnya tentang interaksi guanine dengan flavonoid genistein dan interaksi metabolit hidrokarban dengan asam nukleat, sehingga perlu dilakukan penelitian lanjutan yang akan membahas tentang interaksi sitosin dan tautomernya dengan flavonoid glisitein[1,2]. Tautomer sitosin telah menjadi subjek berbagai studi komputasi. Sitosin memiliki 3 bentuk utama tautomer dengan sifat yang berbeda, yaitu enol, keto dan keto-imina. Ada delapan tautomer sitosin yang menjadi objek penelitian (Gambar 3). Berdasarkan metode MP2 dan CCSD (T) memperkirakan tautomer 2 memiliki energi rendah daripada

tautomer 1, sedangkan metode B3LYP sebaliknya. Faktanya tautomer 3 juga memiliki energi lebih rendah daripada tautomer 1. Namun, sejak lama sitosin sangat berdekatan dalam hal energi hidrasi dapat mengubah energi relatifnya. Gugus amino pada tautomer sitosin 1, sitosin 2 dan sitosin 3 tidak planar [5].



Gambar 3. Struktur tautomer sitosin

Untuk melihat interaksi yang terjadi antara basa nitrogen DNA dengan metabolit aktif dilakukan dengan pendekatan pemodelan menggunakan konsep kimia komputasi [6]. Pada penelitian ini dilakukan studi terhadap pembentukan kompleks antara tautomer basa nitrogen sitosin dan tautomernya dengan senyawa metabolit aktif isoflavon diol epoksida dan isoflavon diketon dengan menggunakan metode semiempiris AM1. Dengan menggunakan metode ini dapat diketahui bentuk yang stabil dari tautomer sitosin yang berinteraksi dengan isoflavon tersubstitusi diol epoksida dan diketon. Analisis yang dilakukan ditinjau dari energi total, panas pembentukan (ΔH_f), energi hidrasi, potensial kimia (μ), kekerasan kimia (η), panjang ikatan, dan energi HOMO dan LUMO untuk mengetahui tingkat kestabilan dalam tubuh.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Peralatan dan Molekul yang diamati

2.1.1 Peralatan

Dalam penelitian ini menggunakan peralatan komputer dengan prosesor intel® GMA 4500MHD intel® Core™2 Duo Processor T6600, 2,2 GHz, memori 1GB HDD 320 GB. Adapun perangkat lunak (*software*) yang digunakan untuk mengolah data yang diperoleh dari literatur adalah sistem operasi Windows™ 2000, Hyperchem™ for Windows versi 7 untuk mengoptimasi geometri senyawa.

2.1.2 Molekul yang diamati

Molekul yang diamati pada penelitian ini adalah tautomer sitosin yang berjumlah 8 dan *adduct* / kompleks antara tautomer tersebut dengan senyawa metabolit aktif diol epoksida dan diketon dari flavonoid glisitein[3].

2.2 Cara Kerja

Dalam penelitian ini, untuk menggambarkan struktur setiap senyawa dibuat dengan menggunakan paket program Hyperchem for Windows versi 7. Proses selanjutnya adalah melakukan optimasi geometri molekul berupa minimasi energi molekul untuk memperoleh konformasi struktur paling stabil. Perhitungan dilakukan dengan metode semiempiris AM1 dengan RMS gradient 0.001 kkal/Å mol dan *maximum cycle* 500 atau sesuai dengan yang dibutuhkan. Metode optimasi dilakukan berdasarkan algoritma Polak-Ribiero. Keadaan struktur paling stabil ditandai dengan didapatkan energi total terendah. Untuk mendapatkan luaran data dilakukan perhitungan *single point* terhadap masing-masing molekul yang telah dioptimasi. Langkah kerja tersebut adalah untuk tautomer sitosin, senyawa metabolit aktif dari flavonoid yang berbentuk diol epoksida dan diketon dan penggabungan dari kedua senyawa tersebut. Tahap selanjutnya dari penelitian ini adalah berdasarkan energi HOMO dan LUMO yang didapatkan dari tautomer sitosin dan senyawa metabolit aktif dari flavonoid

sehingga bisa ditentukan nilai potensial kimia (μ), kekerasan kimia (η), indeks elektrofilitas (ω).

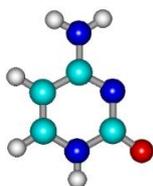
III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisis Tautomer Sitosin

Analisis tautomer sitosin menggunakan metoda AM1 ditinjau dari segi energi total, panas pembentukan, energi hidrasi potensial kimia (μ), dan indeks elektrofilitas (ω). Ada delapan tautomer sitosin yang diuji dengan optimasi geometri. Setelah dioptimasi, hasilnya menunjukkan bahwa sitosin 1 mempunyai energi total terendah dengan nilai sebesar -35091,3867 kkal/mol. Panas pembentukan yang paling rendah dibandingkan tujuh tautomer sitosin lainnya dengan nilai entalpi pembentukan sebesar 2,5853 kkal/mol. Nilai positif pada panas pembentukan dari sitosin 1 menunjukkan terjadinya reaksi endoterm. Energi hidrasi menunjukkan kelarutan suatu senyawa di dalam air. Sitosin 8 memiliki energi hidrasi yang paling rendah dibandingkan tujuh tautomer sitosin lainnya. Oleh karena itu dapat diketahui bahwa sitosin 8 merupakan tautomer sitosin relatif paling mudah larut dalam air dibandingkan dengan sitosin lainnya dengan nilai sebesar -18,13 kkal/mol. Ini dikarenakan semakin rendah nilai energi hidrasi, maka kelarutannya didalam air akan semakin besar.

Berdasarkan nilai potensial kimia, sitosin 1 memiliki nilai potensial kimia yang paling negatif yaitu sebesar -4.7408 eV. Nilai ini menunjukkan bahwa sitosin 1 relatif paling banyak terjadi transfer elektron, dimana sitosin 1 bersifat sistem yang paling elektronegatif dibandingkan tautomer sitosin lainnya. Berdasarkan Indeks elektrofilitas (ω) menunjukkan kemampuan suatu molekul untuk menarik elektron dan kereaktifan senyawa. Sitosin 1 memiliki indeks elektrofilitas yang paling besar diantara tautomer sitosin lainnya dengan nilai 2.4206 eV. Sehingga dapat dikatakan bahwa sitosin 1 merupakan tautomer yang paling stabil dan mudah

terbentuk dibandingkan dengan tujuh tautomer sitosin lainnya.



Gambar 4. Tautomer sitosin 1

Keterangan: ● = Karbon

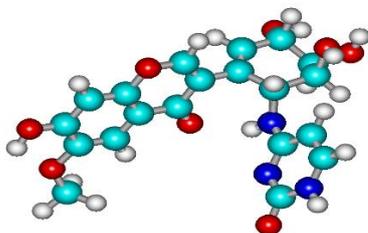
● = Nitrogen

● = Oksigen

● = Hidrogen

4.2 Analisis interaksi tautomer sitosin dengan senyawa isoflavon diol epoksida

Nilai energi total interaksi tautomer sitosin dengan senyawa isoflavon diol epoksida memiliki energi total yang paling rendah pada sitosin 4 dibandingkan interaksi dengan tautomer sitosin lainnya dengan nilai $-138475,8594$ kkal/mol. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa interaksi sitosin 4 dengan isoflavon diol epoksida yang paling stabil.



Gambar 5. Struktur kompleks sitosin4-isoflavon diol epoksida

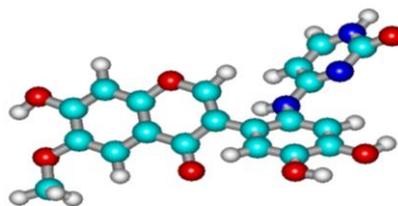
Nilai panas pembentukan antara interaksi tautomer sitosin dengan senyawa isoflavon diol epoksida menunjukkan interaksi tautomer sitosin 4 dengan senyawa isoflavon diol epoksida memiliki nilai entalpi pembentukan yang paling rendah dengan nilai entalpi pembentukan sebesar $-216,7766$ kkal/mol. Hal ini menunjukkan bahwa sitosin 4 dengan isoflavon diol epoksida yang paling mudah terbentuk

dibandingkan dengan interaksi antara isoflavon diol epoksida dengan tautomer sitosin lainnya.

Panjang ikatan menunjukkan jarak antara inti kedua atom yang berikatan. Semakin pendek ikatan suatu senyawa maka jarak antar atom yang berikatan semakin dekat, sehingga semakin kuat ikatan senyawa tersebut dan senyawa tersebut juga semakin stabil. Nilai panjang ikatan isoflavon diol epoksida dengan sitosin 4 memiliki panjang ikatan yang paling pendek dari tautomer sitosin lainnya dengan panjang ikatan sebesar $1,4491\text{\AA}$. Ini menunjukkan bahwa kompleks sitosin 4-isoflavon diol epoksida merupakan senyawa yang paling stabil dari keseluruhan kompleks yang terbentuk dari isoflavon diol epoksida dengan tautomer sitosin.

4.3 Analisis interaksi tautomer sitosin dengan senyawa isoflavon diketon

Nilai energi total interaksi tautomer sitosin dengan senyawa isoflavon diketon diketahui bahwa energi total interaksi antara tautomer sitosin dengan isoflavon diketon memiliki energi total yang paling rendah pada sitosin 5 dibandingkan interaksi dengan tautomer sitosin lainnya dengan nilai $-129796,6484$ kkal/mol. Oleh karena itu, dapat dikatakan bahwa interaksi antara sitosin 5 dengan isoflavon diketon yang paling mudah terbentuk.



Gambar 6. Struktur kompleks sitosin 5-isoflavon diketon

Interaksi tautomer sitosin 5 dengan senyawa isoflavon diketon memiliki nilai entalpi pembentukan yang paling rendah dengan nilai entalpi pembentukan sebesar $-146,33524$ kkal/mol. Hal ini menunjukkan bahwa sitosin 5 dengan isoflavon diketon yang paling mudah terbentuk

dibandingkan dengan interaksi antara isoflavon diol epoksida dengan tautomer sitosin lainnya.

Nilai panjang ikatan antara isoflavon diketon dengan sitosin 4 dan sitosin 5 memiliki panjang ikatan yang paling pendek dari tautomer sitosin lainnya dengan panjang ikatan 1,4081 Å. Berdasarkan panjang ikatan kompleks sitosin4-isoflavon diketon dan sitosin5-isoflavon diketon merupakan senyawa yang paling stabil dari keseluruhan kompleks yang terbentuk dari isoflavon diketon dengan tautomer sitosin.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa Sitosin 1 merupakan tautomer sitosin yang relatif paling mungkin terbentuk dengan energi total dan panas pembentukan yang paling rendah, potensial kimia yang relatif paling negatif, dan indeks elektrofilitas relatif paling besar. Interaksi tautomer sitosin dengan senyawa metabolit aktif isoflavon glisitein diol epoksida yang stabil adalah interaksi antara sitosin 4 dengan isoflavon diol epoksida dengan energi total dan panas pembentukan yang paling rendah, dan panjang ikatan yang paling pendek, sedangkan untuk interaksi tautomer sitosin dengan isoflavon diketon yang stabil adalah interaksi isoflavon diketon dengan sitosin 5 yang memiliki energi total dan panas pembentukan yang paling rendah, dan panjang ikatan yang paling pendek.

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih diberikan kepada pembimbing dan dosen-dosen serta rekan-rekan yang telah membantu penulis selama penelitian berlangsung

Referensi

1. Abdul, R dan Sugeng, R, 2005, Aktivitas Antioksidan Ekstrak Buah Mengkudu (*Morinda citrifolia*, L), *Agritech*, 25, 131-136.
2. Kumar, S., and Abhay, K.P., 2013, Chemistry and Biological Activities of Flavonoids: An Overview, *The Scientific*

World Journal, 16

3. Harvey, R.G., and Nicholas, E.G., 1988, Intercalation and Binding of Carcinogenic Hydrocarbon Metabolites to Nucleic Acids, *American Chemistry Society*, New York, Hal 66-73.
4. Abdallah, H.H., Janez, M., Matej, R., Vannajan, S.L., Habibah, A.W., 2012, Chemical Reaction of Soybean Flavonoids with DNA: A Computational Study Using the Implicit Solvent Model, *International Journal of Molecular Sciences*, Penang Malaysia, Hal 1269-1283.
5. M. Bachrach, S. M., 2014, Computational Organic Chemistry, WILEY, New Jersey.
6. Pranowo, H. D., Pengantar Kimia Komputasi, Yogyakarta : Pusat Kimia Komputasi Indonesia-Austria, Universitas Gajah Mada, Hal 23 dan 82-96.

OPTIMASI TRANSPOR PARASETAMOL MELALUI KLOROFORM DALAM TEKNIK MEMBRAN CAIR FASA RUAH

Refinel^{a*}, Imelda^b, Viola Rahmadhian^a

^aLaboratorium Elektrokimia/Fotokimia, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^bLaboratorium Kimia Komputasi, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: nafirefinel21@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Paracetamol had a fairly good stability so that the elimination or reduction through natural degradation is not comparable with the inclusion of paracetamol to the environment. Therefore we need a method that can remove or reduce the concentration. The concentration of paracetamol measured using UV-Vis spectrophotometer. Operation technique helped with magnetic stirrer at velocity 340 rpm and time balance after transport 15 minutes. The result showed the optimum conditions for the transport of paracetamol at pH 5, the concentration of paracetamol as a source phase 1×10^{-4} M, the concentration of NaOH as the receiver phase of 0.01 N and the length of stirring time 240 minutes. In this condition, the percentage obtained paracetamol capable transported to the recipient phase amounted to 62,22% and the percentage of residual paracetamol in phase source 43,16%.

Keywords: paracetamol, membranes, bulk liquid membrane, UV-Vis spectrophotometry.

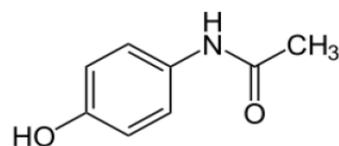
I. Pendahuluan

Produksi farmasi telah meningkat cepat dalam beberapa dekade terakhir untuk memberikan kualitas kesehatan yang lebih baik bagi manusia dan hewan.¹ Konsumsi obat farmasi juga meningkat secara eksponensial yaitu 3000 bahan aktif yang berbeda telah dirilis untuk digunakan manusia dan dokter hewan setiap tahun.² Senyawa farmasi merupakan salah satu penyebab munculnya polutan lingkungan karena banyaknya penggunaan dalam kehidupan sehari-hari. Polusi ini dapat disebabkan oleh emisi dari lokasi produksi, pembuangan langsung dari kelebihan obat di rumah tangga, dan ekskresi setelah pemberian obat untuk manusia dan hewan³

Kebanyakan obat dirancang untuk mempertahankan struktur kimianya stabil cukup lama untuk mengerahkan efek terapeutiknya. Sifat ini dapat memungkinkan mereka untuk tetap berada di lingkungan untuk waktu yang lama.⁴ Penelitian yang telah dilakukan berkaitan dengan keberadaan senyawa farmasi pada permukaan perairan berada pada

konsentrasi antara ngL^{-1} sampai μgL^{-1} dan senyawa ini terlarut dalam air.⁵

Beberapa data yang tersedia juga menunjukkan kemampuan senyawa ini untuk memberi efek toksik pada invertebrata dan alga bahkan pada konsentrasi yang ditemukan di lingkungan. Beberapa obat-obatan juga dapat mempengaruhi sistem endokrin dari organisme hidup seperti ikan (*endocrine disruptor*). Parasetamol (N-asetil 4-aminofenol) telah dilaporkan hadir di STP limbah hingga konsentrasi $6,0 \mu\text{g} / \text{L}$.⁶



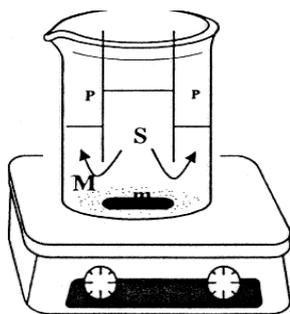
Gambar 1. Struktur kimia parasetamol⁷

Diantara metode pemisahan yang digunakan untuk pemisahan obat dapat digunakan teknik membran.⁸ Membran cair (LM) telah terbukti memiliki keunggulan dibandingkan teknik ekstraksi pelarut konvensional, terutama karena proses pemisahan dicapai dalam satu langkah (kesatuan proses) dan tidak mudah

terganggu oleh pembentukan emulsi antarmuka dan penguapan pelarut.⁹

Asetaminofen bisa ditentukan dengan menggunakan berbagai metode seperti: metode optik, metode elektro analitis atau metode kromatografi dan sebagainya. Diantara metode pemisahan yang digunakan untuk pemisahan obat dapat digunakan teknik membran.⁸

Transpor melalui membran cair merupakan salah satu metode pemisahan yang dapat dikembangkan untuk tujuan pengolahan limbah cair. Metode ini memiliki kelebihan, seperti proses berlangsung secara berkelanjutan, menggunakan sedikit pelarut organik, operasional sederhana, konsumsi energi yang rendah dan selektivitas tinggi.¹¹⁻¹²



Gambar 2. Model percobaan transpor parasetamol melalui teknik membran cair fasa ruah¹³

Keterangan :

- S adalah fasa sumber (parasetamol)
- M adalah fasa membran (kloroform)
- P adalah fasa penerima (NaOH)
- m adalah magnetik stirrer

Ada berbagai macam metode penetapan kadar kandungan bahan aktif dalam sediaan obat, mulai dari metode konvensional menggunakan titrasi volumetric, gravimetri sampai menggunakan instrumen elektronik seperti spektrofotometer UV-Vis. Penggunaan spektrofotometri UV-Vis.¹⁴

Spektrofotometer UV-Vis digunakan untuk penentuan kadar parasetamol dalam sampel. Metode ini memiliki banyak keuntungan diantaranya dapat digunakan untuk analisis suatu zat dalam jumlah kecil, pengerjaannya mudah, sederhana, cukup

sensitif dan selektif, biaya relatif murah dan kepekaan analisis cukup tinggi.¹⁵

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Bahan yang digunakan adalah parasetamol murni ($C_8H_9NO_2$)(Merck), kloroform ($CHCl_3$)(Merck), natrium hidroksida (NaOH)(Merck), asam klorida (HCl) 37% (Merck) dan akuades.

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah sel membran cair fasa ruah, Spektrofotometer UV-Vis (Thermo Scientific Evolution 201 UV-Vis Spectrophotometer), magnetik stirrer, neraca analitik (ALJ 220-4NM), kertas pH dan alat-alat gelas laboratorium lainnya

2.2. Prosedur penelitian

A. Pembuatan Reagen untuk Keperluan Analisis

1. Pembuatan larutan fasa sumber

Parasetamol (151,17 g/mol) ditimbang sebanyak 0,15 gram dan dilarutkan dalam labu ukur 100 mL dengan akuades sampai tepat batas sehingga didapatkan konsentrasi larutan induk parasetamol 0,01 M. Kemudian, diencerkan kembali dengan akuades dalam labu ukur 50 mL menjadi konsentrasi $0,5 \times 10^{-4}$ M; 1×10^{-4} M; $0,5 \times 10^{-3}$ M dan 1×10^{-3} M.

2. Pembuatan larutan fasa membran

Fasa membran yang berupa kloroform dipipet sebanyak 30 mL.

3. Pembuatan larutan fasa penerima

NaOH (40 g/mol) dengan konsentrasi 1 N disiapkan dengan melarutkan 4,0 g NaOH ke dalam akuades pada labu ukur 100 mL dan diencerkan sampai tepat batas. Dari larutan 1 N NaOH diencerkan dengan akuades menjadi larutan NaOH 1×10^{-4} N; $0,5 \times 10^{-3}$ N; 1×10^{-3} N; $0,5 \times 10^{-2}$ N.; 1×10^{-2} N; $0,5 \times 10^{-1}$ N dan 1×10^{-1} N.

B. Prosedur Kerja

1. Penentuan transpor parasetamol dengan teknik membran cair fasa ruah

Proses transpor dilakukan seperti percobaan Safavi. Disiapkan gelas piala 100 mL dan dimasukkan 30 mL kloroform sebagai fasa

membran. Dalam larutan fasa membran ini dicelupkan sebuah magnetik bar dan tabung kaca silendris dan dipipetkan 6 mL larutan fasa sumber berupa larutan parasetamol dengan konsentrasi tertentu. Diluar tabung gelas dipipetkan 12 mL larutan NaOH dengan konsentrasi tertentu. Teknis operasi dilakukan melalui pengadukan dengan menggunakan magnetik stirrer pada kecepatan 340 rpm selama 1 jam. Setelah 15 menit, fasa penerima dan fasa sumber masing-masing diambil untuk diukur jumlah parasetamol yang terkandung didalamnya menggunakan Spektrofotometer Ultraviolet-Visibel (Thermo Scientific Evolution 201 UV-Vis Spectrophotometer).

2. Penetapan konsentrasi parasetamol dengan spektrofotometer UV-Vis

Konsentrasi parasetamol didalam fasa sumber dan fasa penerima sesudah operasi ditentukan dengan Spektrofotometer Ultraviolet-Visibel (Thermo Scientific Evolution 201 UV-Vis Spectrophotometer) dengan menggunakan metoda kurva kalibrasi. Pengukuran dilakukan dengan panjang gelombang parasetamol $\lambda_{maks} = 244$ nm. Kurva kalibrasi dibuat dari pengukuran absorbansi konsentrasi larutan standar dengan variasi $0,2 \times 10^{-4}$ M; $0,4 \times 10^{-4}$ M; $0,6 \times 10^{-4}$ M dan $0,8 \times 10^{-4}$ M, $1,0 \times 10^{-4}$ M, $1,2 \times 10^{-4}$ M. Setelah itu, absorbansi sampel yang diperoleh baik pada fasa sumber maupun pada fasa penerima akan dibandingkan dengan absorbansi larutan standar yang digunakan sehingga diperoleh konsentrasi parasetamol.

3. Penentuan kondisi optimum transpor parasetamol

a. Variasi pH pada fasa sumber

Percobaan yang dilakukan sama dengan B.1. dengan variasi pH fasa sumber divariasikan yaitu pH 1, 2, 3, 4, 5 dan 6. pH fasa sumber diatur menggunakan larutan asam klorida (HCl)

b. Variasi konsentrasi fasa sumber

Percobaan yang dilakukan sama dengan B.1. dengan variasi konsentrasi fasa sumber (parasetamol) divariasikan yaitu konsentrasi $0,5 \times 10^{-4}$ M; 1×10^{-4} M; $0,5 \times 10^{-3}$ M dan $1 \times$

10^{-3} M. Pada fasa sumber digunakan pH optimum yang diperoleh dari percobaan a.

c. Variasi jenis Fasa Penerima

Percobaan yang dilakukan sama dengan B.1 pada kondisi konsentrasi fasa sumber dan pH fasa sumber optimum untuk jenis fasa penerima NaOH dan HCl.

d. Variasi konsentrasi fasa penerima

Percobaan yang dilakukan sama dengan B.1. dengan variasi konsentrasi fasa penerima NaOH divariasikan yaitu konsentrasi 1×10^{-4} N; $0,5 \times 10^{-3}$ N; 1×10^{-3} N; $0,5 \times 10^{-2}$ N.; 1×10^{-2} N; $0,5 \times 10^{-1}$ N dan 1×10^{-1} N. Pada fasa sumber digunakan pH optimum dan konsentrasi parasetamol optimum yang diperoleh dari percobaan sebelumnya.

e. Variasi waktu pengadukan

Percobaan yang dilakukan sama dengan B.1. dengan variasi waktu pengadukan divariasikan 15 menit, 30 menit, 45 menit, 60 menit, 90 menit, 120 menit, 150 menit dan 180 menit, 240 menit, 360 menit dan 480 menit. Pada fasa sumber digunakan pH optimum dan konsentrasi parasetamol optimum serta pada fasa penerima digunakan konsentrasi NaOH optimum yang diperoleh dari percobaan sebelumnya.

III. Hasil dan Pembahasan

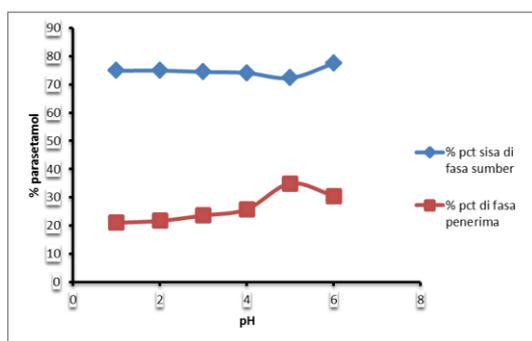
3.1. Pengukuran Parasetamol

Pengukuran konsentrasi parasetamol dalam larutan dilakukan dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis. Dari hasil percobaan didapatkan bahwa panjang gelombang maksimum untuk penentuan parasetamol adalah 243,8 nm. Konsentrasi parasetamol dari proses transpor melalui teknik membran cair fasa ruah ditentukan dengan membandingkan absorbansi yang diperoleh dengan regresi standar parasetamol.

3.2. Pengaruh pH Parasetamol dalam Fasa Sumber

Parasetamol hanya dapat larut dalam fasa membran dalam keadaan tidak terionisasi. Kesetimbangan spesi kimia yang terlibat dalam proses transpor parasetamol dari fasa sumber ke fasa penerima sangat

dipengaruhi oleh pH. Gambar 3. menunjukkan bahwa persentase transpor tertinggi dihasilkan pada kondisi pH 5. Hal ini menunjukkan bahwa pada pH tersebut parasetamol yang ditranspor kedalam fasa membran dalam keadaan struktur molekuler. Pada pH 6 terjadi kenaikan persentase parasetamol dalam fasa sumber.



Gambar 3. Pengaruh pH parasetamol dalam fasa sumber terhadap persentase transpor parasetamol ke fasa penerima dan sisa parasetamol dalam fasa sumber.

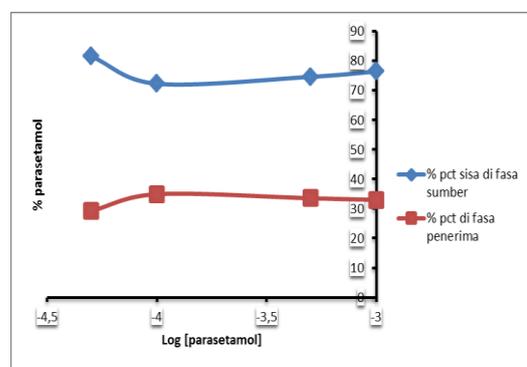
Kondisi Percobaan : Fasa sumber 6 mL parasetamol 1×10^{-4} M dengan variasi pH, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL NaOH 1×10^{-2} N, waktu transpor 1 jam, kecepatan pengadukan 340 rpm dan waktu kesetimbangan 15 menit.

Hal ini disebabkan pada pH 6 parasetamol sudah mengalami ionisasi karena terjadinya pergeseran kesetimbangan ion. Selain itu, nilai pKa dari parasetamol juga akan mempengaruhi pH suatu sistem transpor dimana jika suatu senyawa mendekati nilai pKa nya maka senyawa tersebut semakin mudah terionisasi. Berdasarkan literatur yang diperoleh nilai pKa parasetamol adalah 9,51.

3.3. Pengaruh Konsentrasi Parasetamol dalam Fasa Sumber

Konsentrasi merupakan salah satu komponen yang sangat mempengaruhi persentase parasetamol yang mampu ditranspor ke fasa penerima. Semakin besar konsentrasi parasetamol dalam fasa sumber maka akan semakin besar pula persentase parasetamol yang mampu ditranspor. Gambar 4. menunjukkan bahwa fasa sumber dalam berbagai variasi konsentrasi parasetamol, dari penelitian diperoleh

kondisi optimum adalah pada konsentrasi 1×10^{-4} M. Pada konsentrasi yang lebih tinggi persentase parasetamol yang mampu ditranspor ke fasa penerima cenderung menurun.



Gambar 4. Pengaruh konsentrasi parasetamol dalam fasa sumber terhadap persentase transpor parasetamol ke fasa penerima dan sisa parasetamol dalam fasa sumber.

Kondisi Percobaan : Fasa sumber 6 mL pH 5 dengan variasi konsentrasi parasetamol, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL NaOH 1×10^{-2} N, waktu transpor 1 jam, kecepatan pengadukan 340 rpm dan waktu kesetimbangan 15 menit.

Hal ini dikarenakan pada konsentrasi yang lebih tinggi maka jumlah parasetamol yang harus ditranspor juga semakin besar sehingga membran tidak mampu lagi menerima parasetamol dikarenakan kemampuan membran yang terbatas. Proses transport parasetamol terjadi melalui mekanisme difusi. Proses difusi akan berlangsung cepat jika perbedaan konsentrasi antara fasa sumber dengan fasa penerima cukup besar, sehingga gaya dorong difusinya juga besar. Sedangkan perbedaan konsentrasi yang cukup kecil akan menyebabkan gaya dorong difusinya kecil. Oleh karena itu, pada konsentrasi kecil persentase transpor yang sampai ke fasa penerima juga kecil.

3.4. Variasi Jenis Fasa Penerima.

Parasetamol merupakan senyawa organik yang memiliki gugus asam (OH) dan gugus basa (NH_2). Oleh karena itu reagen aseptor dalam fasa penerima dapat digunakan

larutan NaOH yang bersifat basa atau larutan asam HCl. Perbandingan ini bertujuan untuk membuktikan apakah parasetamol juga mampu ditranspor ke dalam fasa penerima oleh kedua reagen tersebut.

Tabel 1. Perbandingan kemampuan fasa penerima NaOH dan HCl dalam mentranspor parasetamol

Fasa Penerima	% F. Sumber	% F. Penerima
NaOH	72,71	35,97
	73,54	33,94
HCl	78,89	19,52
	78,89	20,43

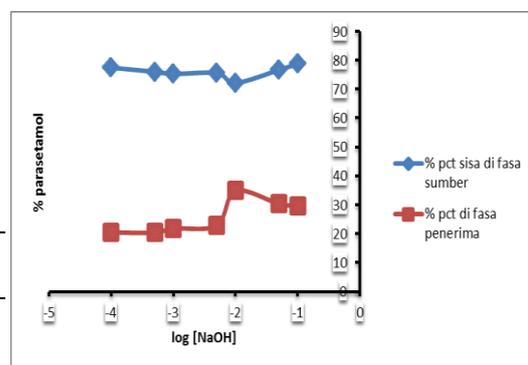
Kondisi Percobaan : Fasa sumber 6 mL parasetamol 1×10^{-4} M pH 5, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL NaOH atau HCl 1×10^{-2} N dengan variasi waktu pengadukan, waktu transpor 1 jam, kecepatan pengadukan 340 rpm dan waktu kesetimbangan 15 menit.

Dalam tabel menunjukkan bahwa persentase transpor parasetamol ke fasa penerima oleh larutan aseptor NaOH lebih baik dibandingkan dengan larutan aseptor HCl. Hal ini dikarenakan kondisi penelitian dilakukan pada kondisi optimum untuk proses transpor dengan menggunakan aseptor larutan NaOH. Namun, disisi lain hal ini dapat menunjukkan bahwa transpor parasetamol juga dapat dilakukan untuk fasa penerima larutan yang bersifat asam (HCl) dikarenakan parasetamol sendiri memiliki gugus fungsi asam dan basa.

3.5. Pengaruh Konsentrasi NaOH dalam Fasa Penerima

NaOH sebagai fasa penerima berperan menarik parasetamol keluar dari fasa membran. Oleh karena itu, dilakukan proses transpor dengan berbagai variasi konsentrasi larutan NaOH. Gambar 5. menunjukkan bahwa kondisi optimum larutan NaOH yang digunakan pada transport selama 1 jam adalah pada

konsentrasi 0,01 N yaitu dengan persentase transpor mencapai 34,95 %.



Gambar 5. Pengaruh konsentrasi NaOH dalam fasa penerima terhadap persentase transpor parasetamol ke fasa penerima dan sisa parasetamol dalam fasa sumber.

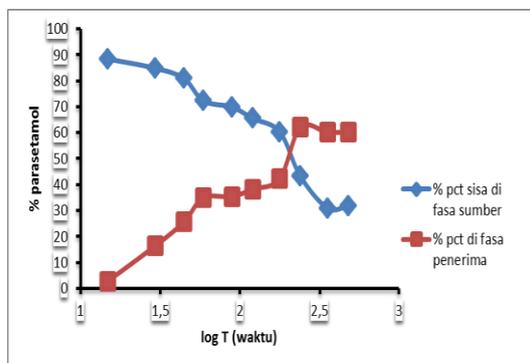
Kondisi Percobaan : Fasa sumber 6 mL parasetamol 1×10^{-4} M pH 5, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL NaOH dengan variasi konsentrasi, waktu transpor 1 jam, kecepatan pengadukan 340 rpm dan waktu kesetimbangan 15 menit.

3.6. Pengaruh Waktu Transpor

Transpor parasetamol pada proses membran cair fasa ruah berlangsung secara difusi. Oleh karena itu, lama pengadukan juga akan mempengaruhi jumlah parasetamol yang ditranspor ke fasa penerima.

Gambar 6 menunjukkan bahwa waktu pengadukan optimum tercapai setelah proses transpor selama 240 menit, dimana persentase parasetamol yang mampu ditranspor ke fasa penerima cukup besar yaitu mencapai 62,22 % sedangkan sisa parasetamol dalam fasa sumber adalah 43,16 %. Artinya dengan meningkatnya waktu pengadukan, maka akan semakin banyak parasetamol yang menembus membran sehingga jumlah parasetamol dalam fasa penerima semakin meningkat dan jumlah parasetamol dalam fasa sumber semakin sedikit. Setelah dicapai keadaan jumlah parasetamol maksimum, maka dengan bertambahnya waktu pengadukan jumlah parasetamol yang mampu ditranspor ke fasa penerima akan konstan

atau mencapai keadaan setimbang. Hal ini terjadi karena kemampuan membran telah jenuh untuk mentranspor parasetamol ke fasa penerima.



Gambar 6. Pengaruh waktu pengadukan terhadap persentase transpor parasetamol ke fasa penerima dan sisa parasetamol dalam fasa sumber

Kondisi Percobaan : Fasa sumber 6 mL parasetamol 1×10^{-4} M pH 5, fasa membran 30 mL kloroform, fasa penerima 12 mL NaOH 1×10^{-2} N dengan variasi waktu pengadukan, waktu transpor divariasikan, kecepatan pengadukan 340 rpm dan waktu kesetimbangan 15 menit.

Persentase parasetamol yang tertransportasi cukup kecil dikarenakan parasetamol merupakan senyawa organik asam basa lemah yang membentuk kesetimbangan antara molekul struktur netral dengan molekul bermuatan positif dan molekul bermuatan negatif.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa parasetamol dapat ditranspor dengan menggunakan teknik membran cair fasa ruah. Kondisi optimum untuk proses transpor parasetamol yaitu pada pH 5, konsentrasi parasetamol sebagai fasa sumber 1×10^{-4} M, konsentrasi NaOH sebagai fasa penerima 0,01 N, lamanya waktu pengadukan 240 menit, kecepatan pengadukan 340 rpm dan waktu kesetimbangan 15 menit. Pada kondisi ini diperoleh persentase parasetamol yang

mampu tertransportasi ke fasa penerima adalah sebesar 62,22 % dan persentase parasetamol sisa di fasa sumber sebesar 43,16 %.

V. Ucapan terima kasih

Analisis Laboratorium Elektrokimia /Fotokimia Ibu Nurjasnimar dan Analisis Laboratorium Sentral Pengukuran Uni Sri Mulya, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Padang.

Referensi

1. Ferreira, R. C., Couto Junior, O. M., Carvalho, K. Q., Arroyo, P. A., and Barrosa, M. A. S. D, **2015**, Effect of Solution pH on the Removal of Paracetamol by Activated Carbon of Dende Coconut Mesocarp, *Chem. Biochem. Eng. Q*, 29(1), 47-53.
2. Ribeiro, A. V. F. N., Belisário, M., Galazzi, R. M., Balthazar, D. C., Godoi Pereira, M., And Ribeiro, J. N, **2011**, Evaluation of Two Bioadsorbents for Removing Paracetamol from Aqueous Media. *Electronic Journal of Biotechnology*, 6, 11.
3. Ignasi, S., Jos, A. G., Rosa, M. R., Pere, L. C., Francesc, C., Conchita, A., and Enric, B, **2006**, Electrochemical Degradation of Paracetamol from Water by Catalytic Action of Fe^{2+} , Cu^{2+} and UVA Light on Electrogenerated Hydrogen Peroxide, *Journal of The Electrochemical Society*, 153 (1), D1-D9.
4. Peñate, Q., Isariebel, Julcour, L., Carine, Jáuregui, H., Ulises, J., Wilhelm, Anne, M., and Delmas, H, **2009**, Sonolysis of Levodopa and Paracetamol in Aqueous Solutions, *Ultrasonics Sonochemistry*, 16 (5), 610-616.
5. García-Mateos, F. J., Ruiz-Rosas, R., Marqués, M. D., Cotoruelo, L. M., Rodríguez-Mirasol, J., Cordero, T, **2015**, Removal of Paracetamol on Biomass-Derived Activated Carbon: Modeling The Fixed Bed Breakthrough Curves Using Batch Adsorption Experiments, *Chemical Engineering Journal*.
6. Roberto, A., Vincenzo, C., Raffaele, M., Davide, V, **2003**, Paracetamol oxidation from aqueous solutions by means of

- ozonation and H₂O₂/UV system, *Water Research*, 37, 993–1004.
7. Safitri, R, **2014**, Degradasi Parasetamol Menggunakan Sinar Matahari, Ozonolisis, dan Sonolisis Dengan Penambahan TiO₂/N dan Aplikasinya Dalam Limbah Obat, *Skripsi*, FMIPA, Universitas Andalas, Padang.
 8. Ioana., Cristina, M., Elena., and Andreea, M, **2015**, Uncertainty Estimation for Acetaminophen Spectrophotometric Determination After The Transport Through Bulk Liquid Membrane, *U.P.B. Sci. Bul*, 77(1).
 9. Ounissa, K. S., Lynda, M., Sophie, T., Patrick, S., Mohamed, B, **2008**, Facilitated Cd(II) Transport Across CTA Polymer Inclusion Membrane Using Anion (Aliquat 336) and Cation (D2EHPA) Metal Carriers, *Journal of Membrane Science*, 310, 438–445.
 10. Shivaji, R., Labhade, K., Labhade, R., And Vishwas B. G, **2015**, Simple and Improved Visible Spectrophotometric Method for Determination of Paracetamol Using Sodium Nitroprusside Chromogenic Reagent, *Chemical Science Transactions*, 4(2), 377-388.
 11. Maming., Jumina., Dwi, S., and Hardjono, S, **2007**, Transpor Ion Cr³⁺, Cd²⁺, Pb²⁺ dan Ag⁺ Melalui Membran Cair Ruah yang Mengandung Asam *p-t*-Butilkaliks[4]arena - tetrakarboksilat sebagai Pengemban Ion, *Indo. J. Chem.*, 7 (1), 172-179.
 12. Mariana, L., Gheorghe, Irina, **2013**, Transport of Cadmium Ions Through a Bulk Liquid Membrane with D2EHPA As Carrier, *U.P.B. Sci. Bull., Series B*, 75(2).
 13. Tetra, O. N., Admin, A., Refinel., Hermansyah, A., dan Desniwati, **2013**, Uji Selektifitas Transpor Fenol Melalui Teknik Membran Cair Fasa Ruah *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*.
 14. Arthur, H., Suryadi, M. T., Any, Y, **2002**, Analisis Spektrofotometri UV-Vis pada Obat Influenza dengan Menggunakan Aplikasi Sistem Persamaan, *Proceeding Komputer dan Sistem Intelijen (KOMMIT)*.
 15. Sirait., Rina, A, **2009**, Penerapan Metode Spektrofotometri Ultraviolet pada Penetapan Kadar Nifedipin dalam Sediaan Tablet, *Skripsi*, Fakultas Farmasi, Universitas Sumatera utara, Medan.

PERBANDINGAN METODE DPPH DAN FENANTROLIN PADA PENENTUAN ANTIOKSIDAN TOTAL DALAM SAMPEL BAYAM (*Amaranthus hybridus L.*), KANGKUNG (*Ipomoea reptans*), KATUK (*Sauropus adrogynus (L)*), DAN MANGKOKAN (*Poliscias scutellaria*) SECARA SPEKTROFOTOMETRI

Yefrida*, Fitriatul Ilahi, Refilda

Laboratorium pengukuran, jurusan kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: yefanwar@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Research on the comparison of DPPH and Fenantrolin on the determination of the content of antioxidants in a sample of spinach (*Amaranthus hybridus L.*), water spinach (*Ipomoea reptans*), katuk (*Sauropus adrogynus (l)*), and mangkoka (*Poliscias Scutellaria*) has been performed. Statistical parameters used for the validation methods are: linearity, SDR, LoD, LoQ and % recovery. Comparison of two methods used F-test and t-test. Total antioxidant content in samples of spinach, water spinach, katuk, and mangkoka with DPPH, respectively for (1.5; 1.4; 4.6; and 0.9) mg/g DW while testing method consecutive Fenantrolin by (7; 13.7; 44.8; and 6.8) mg/g DW. Both methods have the r value of 0.9966 and 0.9955. LoD value of each method (0,0054 dan 0.0551) mmol/L, while the value of each method LoQ (0.0180 and 0.1837) mmol/L. Based on the value of the SDR and recovery both valid method for the determination of total antioxidant content in a sample of spinach, water spinach, katuk, and mangkoka. F test showed that both methods have a significantly different accuracy with a more thorough method is DPPH seen from the SDRnya. The t-test showed that both the results obtained have on average significantly different.

Keywords: DPPH method, Fenantrolin method, antioxidant

I. Pendahuluan

Radikal bebas adalah atom atau molekul yang tidak stabil dan sangat reaktif karena mengandung satu atau lebih elektron tidak berpasangan pada orbital terluarnya, untuk mencapai kestabilan atom atau molekul, radikal bebas akan bereaksi dengan molekul disekitarnya untuk memperoleh pasangan elektron. Reaksi ini akan berlangsung terus menerus dalam tubuh dan bila tidak dihentikan akan menimbulkan berbagai penyakit seperti kanker, arteriosklerosis, jantung, katarak penuaan dini, serta penyakit degeneratif lainnya yang disebabkan oleh kerusakan jaringan karena oksidasi, oleh karena itu diperlukan suatu antioksidan yang mampu menangkap radikal bebas sehingga tidak dapat menginduksi penyakit-penyakit tersebut Salah satu senyawa yang dapat menangkalkan atom radikal bebas yang ada didalam tubuh adalah antioksidan¹.

Antioksidan merupakan senyawa pemberi elektron atau reduktan. Senyawa ini memiliki berat molekul kecil, tetapi mampu menginaktivasi berkembangnya reaksi

oksidasi, dengan cara mencegah terbentuknya radikal. Antioksidan juga merupakan senyawa yang dapat menghambat reaksi oksidasi dengan mengikat radikal bebas dan molekul yang sangat reaktif akibatnya kerusakan sel akan dihambat².

Sumber-sumber antioksidan diantaranya: teh kopi, sayur-sayuran, dan buah-buahan. Sayur-sayuran mempunyai macam-macam antioksidan, seperti spinasterol hentriakontan, tanin, kalium nitrat, kalsium oksalat, garam fosfat, zat besi, serta vitamin (A, C, K) dan piroksin B6, diantaranya sayur bayam, kangkung, katuk, dan mangkoka yang dapat menghambat radikal bebas. Oleh sebab itu, penelitian terhadap antioksidan dari bahan alami telah menjadi fokus perhatian beberapa tahun belakangan ini³.

Salah satu metode penentuan antioksidan yang sering digunakan adalah metode serapan radikal bebas DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl)[2]. Prinsip dari metode ini adalah reaksi penangkapan hidrogen oleh radikal bebas DPPH dari zat antioksidan dan

dilakukan pengukuran absorban pada panjang gelombang maksimum. Adanya aktivitas antioksidan sampel ditandai dengan perubahan warna larutan DPPH dalam metanol yang mula-mula berwarna ungu pekat menjadi kuning pucat ⁴.

Pengujian aktivitas antioksidan juga dapat ditentukan dengan metode fenantrolin sebagai metode alternatif penentuan antioksidan dimana, metode fenantrolin merupakan metode FRAP yang telah dimodifikasi berdasarkan pada penelitian sebelumnya dalam jurnal riset yang berjudul "Determination Of Antioxidant Capacities Of Vegetable oil By Ferric-Ion Spectrofotometric Methods". Metode fenantrolin ini dilakukan dengan cara mengganti kompleks Fe(TPTZ)₂³⁺ yang dibutuhkan dengan FeCl₃ yang akan mengoksidasi senyawa yang bersifat antioksidan. FeCl₃ merupakan zat yang mudah didapatkan dan harganya relatif murah. Senyawa kompleks yang terbentuk antara Fe²⁺ dan orto-fenantrolin berwarna merah jingga, reagen yang bersifat basa lemah dapat bereaksi membentuk ion fenantrolinium, C₁₂H₈N₂ H⁺ dalam medium asam. Pembentukan besi fenantrolin dapat ditunjukkan dengan reaksi:



Senyawa tersebut mempunyai kemampuan untuk mereduksi. Dimana logam besi yang bervalensi Fe³⁺ akan tereduksi membentuk Fe²⁺ menggunakan asam oksidator dan mudah larut dalam asam mineral. Fe³⁺ sebelum direduksi dahulu membentuk keadaan bivalen dan senyawa kompleks yang sesuai adalah orto-fenantrolin, karena ligan 1,10-fenantrolin lebih spesifik untuk Fe²⁺. Warna merah jingga dari kompleks yang stabil pada pH 2-9, kompleks [Fe(C₁₂H₈N₂)₃]²⁺ dianalisis menggunakan spektrofotometer yang mempunyai serapan maksimum pada panjang gelombang maksimum ⁵.

Penelitian kali ini menggunakan asam askorbat sebagai larutan standar dengan membandingkan metode DPPH sebagai metode yang sering digunakan dan Fenantrolin sebagai metode alternatif untuk penentuan antioksidan pada bayam

(*Amaranthus hybridus* L.), kangkung (*Ipomoea reptans*), katuk (*Sauropus adrogynus* (L)), dan mangkogan (*Poliscias scutellaria*) dengan menggunakan parameter uji statistik: standar deviasi relatif (SDR), Limit of Detection (LoD), Limit of Quantification (LoQ), % recovery, uji F, dan uji t.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat Dan Bahan

Alat yang digunakan diantaranya adalah spektrofotometer UV/VIS, neraca KERN ALJ 220-4M, dan beberapa peralatan gelas.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah bayam, kangkung, katuk, mangkogan, DPPH (C₁₈H₁₂N₅O₆), metanol (CH₃OH), besi(III) klorida (FeCl₃), orto-fenantrolin (C₁₂H₈N₂.H₂O), dan asam askorbat (C₆H₈O₆).

2.2 Prosedur penelitian

a. Persiapan Sampel

Sampel segar (bayam, kangkung, katuk, mangkogan) dipotong-potong kemudian ditimbang sebanyak ± 2 g, ditumbuk dengan lumpang, ditambahkan 50 mL. Setelah itu didiamkan 1 jam, ekstrak disaring dengan kertas saring wolkmann dan didapatkan ekstrak.

b. Pembuatan Larutan DPPH (2,2 difenil-1-pikrilhidrazil) 0,3 mM

Ditimbang sebanyak 5,9 g DPPH dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 50 mL sehingga diperoleh larutan DPPH dengan konsentrasi 0,3 mM.

c. Pembuatan Larutan Besi(III) Klorida 0,2%

Ditimbang 0,1 g FeCl₃.6H₂O dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 50 mL sampai tanda batas.

d. Pembuatan Larutan ortho-fenantrolin 0,5%

Ditimbang 0,25 g ortho-fenantrolin monohidrat kemudian dilarutkan dengan metanol dalam labu 50 mL.

e. Pembuatan Standar Asam Askorbat 0,01 mM

Ditimbang 0,0088 g asam askorbat kemudian dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 50 mL.

f. Penentuan Persen Kadar Air

Ditimbang cawan porselen kemudian sampel basah ditimbang masing-masingnya sebanyak ± 5 g, berikut sampel serta cawan porselen. Kemudian cawan porselen dan sampel dioven selama ± 3 jam pada suhu 105°C, setelah itu dimasukkan kedalam desikator selama 15

menit, kemudian dioven dan didesikator lagi sampai didapatkan berat konstan. Dihitung persen kadar airnya¹⁷.

g. Pembuatan Kurva Kalibrasi Larutan Standar Asam Askorbat

Penentuan larutan standar asam askorbat dilakukan dengan metode DPPH dan metode FeCl₃ tanpa penambahan larutan ekstrak. Kurva kalibrasi dibuat dengan menggunakan variasi konsentrasi asam askorbat (0,1; 0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5) mM untuk metode fenantrolin dan variasi konsentrasi asam askorbat (0,01; 0,02; 0,03; 0,04; dan 0,05) mM untuk metode DPPH.

h. Penentuan Kandungan Antioksidan Dengan Metode DPPH

Dipipet masing-masing larutan sampel sebanyak 2 mL, lalu dimasukkan kedalam botol vial yang telah dilapisi lakban hitam. kedalam sampel ditambahkan 0,5 mL larutan DPPH 0,3 mM, dikocok dan didiamkan selama 15 menit, kemudian diukur absorbannya dengan menggunakan spektrofotometer UV/VIS pada panjang gelombang maksimum, dilakukan sebanyak 6 kali pengulangan¹¹.

i. Penentuan Kandungan Antioksidan Dengan Metode Fenantrolin

Dipipet masing-masing larutan sampel sebanyak 0,6 mL didalam labu 10 mL ditambahkan 1 mL FeCl₃.6H₂O 0,2% dan 0,5 mL orto-fenantrolin 0,5%. Diencerkan sampai tanda batas dengan metanol, dan diinkubasi selama 20 menit, diukur absorbansi pada panjang gelombang maksimum, dilakukan sebanyak 6 kali pengulangan⁵.

j. Linearitas

Linearitas biasanya dinyatakan dalam istilah variansi arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematika. Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi pada analisis regresi linier, $Y = a + bx$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $b = 0$, dan $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis. Sedangkan a adalah kepekaan analisis terutama instrumen yang digunakan.

k. Penentuan SDR

Nilai rata-rata dari semua data dihitung terlebih dahulu, selanjutnya ditentukan persinggungan pada setiap titik data dari rata-rata yang dihitung menggunakan nilai dari rata-rata. Nilai SDR dihitung dengan membagi

nilai SD yang diperoleh dengan nilai rata-rata kemudian dikalikan 100%, rumusnya^{14 dan 16}

$$SDR = \frac{SD}{x} \times 100\%$$

Dimana, SDR adalah standar deviasi relatif dan x adalah konsentrasi sampel, dan jika nilai $SDR < 5\%$ maka penelitian dapat dikatakan teliti^{14 dan 15}.

l. Penentuan LoD dan LoQ

Penentuan batas deteksi suatu metode berbeda-beda tergantung pada metode analisis tersebut menggunakan instrumen atau tidak. Pada analisis yang tidak menggunakan instrumen, batas tersebut ditentukan dengan mendeteksi analit dalam sampel pada pengenceran bertingkat. Analisis menggunakan instrumen batas deteksi dapat dihitung dengan mengukur respon blanko beberapa kali lalu dihitung simpangan baku/standar deviasinya.

Nilai LoD dan LoQ dapat dihitung dengan rumus¹⁶:

$$Q = \frac{KxSyx}{b}$$

Dimana:

Q, LOQ dan LOD

K, konstanta (3 untuk LoD dan 10 untuk LoQ)

m. Penentuan Persen Perolehan Kembali

pengamatan metode analisa dinyatakan dengan rumus¹:

$$\% \text{ recovery} = \frac{[\text{sampel} + \text{standar}] - [\text{sampel}]}{[\text{standar}]} \times 100\%$$

n. Uji F

uji F dilakukan dengan hipotesis H_0 : kedua metode memiliki varian yang sama. Penarikan kesimpulan berdasarkan F hitung, apabila F hitung lebih kecil daripada F tabel, maka H_0 diterima. Sebaliknya, jika F hitung lebih besar dari F tabel maka H_0 ditolak. Nilai F tabel $\frac{0,05}{2}$, 3, 5 adalah 7,78 dengan metode Fenantrolin 4 kali pengulangan dan metode DPPH 6 kali pengulangan.

Rumusnya^[16]:

$$F = \frac{S^2 \text{ besar}}{S^2 \text{ kecil}}$$

Dimana:

S^2 adalah nilai variansi

o. Uji t

uji t dilakukan dengan hipotesis H_0 : kedua metode memiliki hasil yang sama. Penarikan kesimpulan berdasarkan pada nilai t hitung, apabila nilai t hitung lebih kecil daripada t tabel, maka H_0 diterima ini berarti kedua metode memiliki hasil yang sama. Sebaliknya,

jika t hitung besar dari t tabel, maka H_0 ditolak ini berarti kedua metode memiliki hasil yang berbeda. Rumus yang akan digunakan pada penentuan nilai t hitung adalah berdasarkan nilai F yang diperoleh ¹⁶.

III. Hasil Dan Pembahasan

3.1 Persen Kadar Air

Penentuan persen kadar air dilakukan untuk mengetahui kandungan air yang berada dalam sampel basah.

Tabel 1. Persen kadar air sampel sayur .

No	Sampel	Kadar air (%)
1	Sayur bayam	90,73
2	Sayur kangkung	88,49
3	Sayur katuk	96,37
4	Sayur tapak leman	82,66

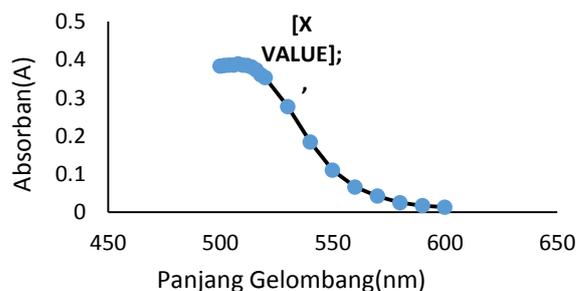
Persentase air terbanyak terdapat didalam sayur katuk dan yang paling sedikit terdapat dalam sampel sayur tapak leman.

Pemanasan pada suhu tinggi bertujuan untuk menguapkan air yang terikat pada bagian permukaan dan molekul sampel, sehingga hasil perhitungannya dapat digunakan untuk menentukan berat masing-masing sampel yang harus ditimbang agar bobotnya sama dengan 1 g sampel kering.

3.2 Penentuan Serapan Maksimum

Metode Fenantrolin

Standar asam askorbat diukur serapannya dengan menggunakan spektrometer UV/Vis pada rentang panjang gelombang yang digunakan 500-600 nm. Sinar yang diserap berasal dari larutan standar asam askorbat yang ditambahkan Fe^{3+} yang membentuk Fe^{2+} dan selanjutnya bereaksi dengan pengompleks orto-fenantrolin yang akan membentuk senyawa $[Fe(C_{12}H_8N_2)_3]^{2+}$ dan menghasilkan warna merah bata (merah-oranye)⁵.

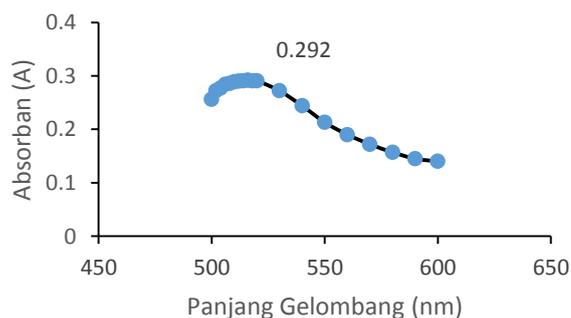


Gambar 1. Kurva serapan maksimum metode Fenantrolin

Dari data di atas didapatkan bahwa panjang gelombang maksimum pada 508 nm, ini membuktikan bahwa penyerapan maksimum asam askorbat yang direaksikan dengan $FeCl_3$ dan orto-fenantrolin adalah pada 508 nm.

3.3 Metode DPPH

DPPH diukur serapannya menggunakan spektrofotometer UV/Vis pada panjang gelombang 500-600 nm. Sinar yang diserap merupakan DPPH dengan konsentrasi 0,03 mM. Hasil pengukuran spektrum DPPH dapat diamati pada Gambar 2



Gambar 2. Kurva serapan metode DPPH

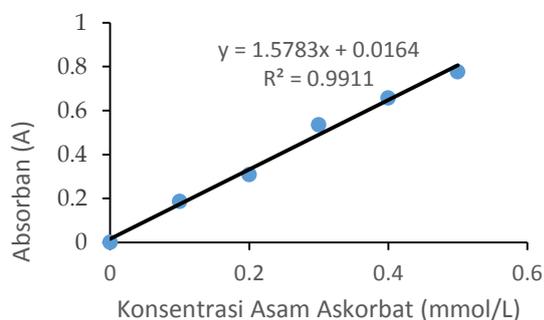
Dari data di atas didapatkan bahwa serapan maksimum DPPH 0,3 mmol/L pada panjang gelombang 516 nm.

3.4 Linearitas

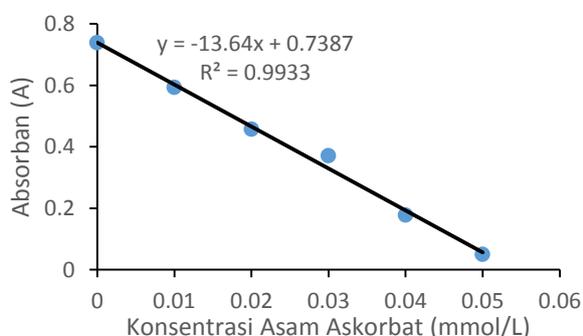
Kurva kalibrasi dibuat dengan cara memvariasikan konsentrasi larutan standar asam askorbat sebanyak 5 variasi, yakni : (0,1;

0,2; 0,3; 0,4; dan 0,5) mg/L. Pembuatan kurva kalibrasi ini bertujuan sebagai acuan kandungan antioksidan total yang terdapat didalam sampel sayur bayam, kangkung, katuk, mangkogan. Metode Fenantrolin didapatkan nilai koefisien korelasi 0,9955 dengan persamaan regresi $y = 1,5783x + 0,0164$. Nilai koefisien korelasi yang didapat mendekati 1 dan bernilai positif, dimana semakin tinggi konsentrasi larutan standar maka semakin tinggi pula nilai absorbansi yang didapatkan, sedangkan pada metode DPPH didapatkan nilai koefisien korelasinya -0,9966 dengan persamaan $y = -13,64x + 0,7387$. Nilai koefisien korelasinya mendekati 1 dan bernilai negatif, ini menjelaskan bahwa semakin tinggi nilai konsentrasi asam askorbat, maka semakin rendah nilai absorbansinya, dikarenakan sinar yang diserap merupakan sisa DPPH yang tidak bereaksi dengan asam askorbat, dan asam askorbat digunakan sebagai standar untuk penentuan kandungan antioksidan total pada sampel.

Hal ini dapat dilihat pada Gambar 3 dan Gambar 4.



Gambar 3. Kurva kalibrasi larutan standar asam askorbat dengan Metode Fenantrolin



Gambar 4. Kurva standar larutan standar asam askorbat dengan metode DPPH

3.5 SDR

Perhitungan nilai SDR suatu metode digunakan untuk melihat tingkat ketelitian metode tersebut. Semakin kecil nilai SDRnya, maka metode itu akan semakin teliti, sehingga dapat digunakan pada penentuan kandungan antioksidan suatu sampel.

Tabel 2. Nilai SDR masing-masing metode pada pengujian kandungan antioksidan dalam sampel.

Sampel	SDR (%)	
	Metode Fenantrolin	Metode DPPH
Bayam	1,77	1,55
Kangkung	1,74	1,73
Katuk	1,10	0,71
Mangkogan	1,71	0,35

Dari data di atas dapat dilihat bahwa nilai standar deviasi terkecil terdapat pada sampel mangkogan metode DPPH yaitu 0,35 %, ini membuktikan bahwa sampel mangkogan dengan metode DPPH yang paling teliti. Pada jurnal dengan menggunakan metode DPPH untuk sampel nanopartikel silver didapatkan nilai standar deviasi 0,2-3,4 %¹¹ sedangkan pada jurnal lain dengan metode fenantrolin untuk sampel minyak sayur didapatkan nilai standar deviasi 0,9-4,9%⁵.

3.6 LoD dan LoQ

Berdasarkan kurva kalibrasi asam askorbat dengan persamaan regresinya $y = 1,5783x + 0,0164$ untuk metode fenantrolin didapatkan nilai LoDnya 0,0551 mmol/L dan nilai LoQnya 0,1837 mmol/L. Persamaan regresi untuk metode DPPH $y = -13,64x + 0,7387$ dengan nilai LoDnya 0,0054 mmol/L dan LoQnya 0,0180 mmol/L. Nilai LoD dan LoQ dihitung dengan tujuan untuk menentukan kesensitifan suatu metode, dengan batas deteksi dan batas kuantifikasi (perhitungan Lampiran 6), dari data yang didapatkan maka dapat disimpulkan bahwa metode DPPH lebih sensitif dibandingkan metode Fenantrolin karena nilai LoD dan LoQ nya lebih kecil dibanding LoD dan LoQ metode fenantrolin.

3.7 Persen Recovery

Persen perolehan kembali digunakan untuk menentukan ketepatan metode yang digunakan, dan didapatkan bahwa ketepatan metode pada penentuan konsentrasi

antioksidan total dalam sampel cukup tinggi karena nilai recovery yang diperbolehkan menurut literatur 100 ± 10 %.

Tabel 3. Nilai persen *recovery* sayur bayam, kangkung, katuk, dan mangkogan.

Sampel	Recovery(%)					
	Metode Fenantrolin			Metode DPPH		
	0,1	0,2	0,3	0,01	0,02	0,03
Bayam	91	99	90	102	91	94
Kangkung	109	100	99	96	93	101
Katuk	99	107	95	101	99	98
Mangkogan	104	99	96	99	96	96

Dari data di atas dapat kita lihat bahwa nilai persen perolehan kembali kedua metode berada pada rentang *recovery* yang ditetapkan, ini membuktikan bahwa metode yang dilakukan untuk keempat sampel tepat.

3.8 Kandungan Antioksidan Total dalam Sampel

Tabel 4. Konsentrasi kandungan antioksidan dalam sampel (mg/g DW)

Sampel	Konsentrasi antioksidan dalam sampel (mg/g DW)	
	DPPH	Fenantrolin
Bayam	1,5245	7,0307
Kangkung	1,4181	13,7480
Katuk	4,6573	44,8386
Mangkogan	0,8898	6,8236

Dari data diatas dapat dilihat bahwa, kedua metode memiliki perbedaan konsentrasi yang cukup jauh, ini dikarenakan kedua metode memiliki prinsip yang berbeda, untuk metode Fenantrolin perubahan warna terjadi saat Fe^{+3} tereduksi membentuk Fe^{+2} dan Fe^{+2} bereaksi dengan kompleks membentuk warna merah bata dan diukur absorbannya, sedangkan metode DPPH saat antioksidan bereaksi dengan senyawa radikal, maka terdapat DPPH sisa reaksi dan diukur absorbannya.

3.9 Perbandingan Metode Analisis

- uji F

Penggunaan uji F dengan mengasumsikan bahwa variansi dari kedua populasi yang ditentukan adalah sama. Asumsi ini disebut dengan hipotesis nol. Jika variansi berbeda/tidak sama, maka disebut hipotesis alternatif. Keempat sampel didapati kedua

metode berbeda nyata karena nilai F hitungnya lebih besar dari pada F tabel, dengan nilai F tabel $\frac{0,05}{2}, 3,5$ yaitu: 7,78 dan F hitung yaitu: 28,777; 96; 28000; 1391, 2 masing-masingnya bayam, kangkung, katuk, mangkogan artinya ketelitian metode DPPH dan metode Fenantrolin tidak sama pada penentuan kandungan antioksidan dalam keempat sampel. Dilihat dari nilai variannya metode DPPH yang lebih teliti. Nilai uji F akan menentukan rumus yang digunakan pada perhitungan uji t¹⁵.

- uji t

Perhitungan uji t didasari oleh kesimpulan perhitungan uji F, karena pada uji F didapatkan nilai F hitung lebih besar dari F tabel berarti rumus yang digunakan pada uji t rumus perbandingan dua rata-rata dengan variansinya tidak diketahui tapi tidak sama [15].

Hasil perhitungan menunjukkan bahwa kedua metode pengujian terhadap keempat sampel (bayam, kangkung, katuk, mangkogan) memiliki nilai rata-rata yang berbeda signifikan, karena nilai t hitung lebih besar dari t tabel, dengan t tabel $\frac{0,05}{2}, 3$ yaitu 3,18 dan t hitung yaitu: 89,05; 102,30; 176,66; 101,30 masing-masingnya⁵.

IV Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian, maka dapat disimpulkan bahwa Metode DPPH dan Fenantrolin valid untuk penentuan kandungan antioksidan total dalam sampel bayam, kangkung, katuk, dan mangkogan, karena nilai standar deviasi keempat sampel < 5% dan nilai recoverynya antara 100 ± 10 % dengan kesensitifan metode dapat dilihat dari nilai LoD dan LoQ.

Data uji F menunjukkan bahwa ketelitian kedua metode tidak sama, dan data uji t menyatakan adanya perbedaan yang signifikan pada kandungan antioksidan total dalam sampel bayam, kangkung, katuk, dan mangkogan dengan menggunakan metode DPPH dan Fenantrolin.

V. Ucapan terimakasih

Terimakasih penulis sampaikan kepada analis, dan rekan-rekan.

Referensi

1. Auroma, O.I, **1998**, Free Radicals Oxidative Stress and Antioxidants in Human Health and Disease. *Anal. Chim*, 2, 75.
2. Pisochi, Magdalena. A., Negulescu, G.P, **2011**, Method for Total Antioxidant Activity Determination. *A Review, Biochem And Analytical Biochem*, 1.
3. Seng K, **2012**, Buah Sayuran dan Tanaman Obat; Jakarta: Setia Kawan Prima..
4. Bondet, V., Brand-William, W., Bresset, C, **1997**, Kinetics and Mechanisms of Antioxidant Activity Using the DPPH Free Radical Method: *Food Sci. and Technol*, 30, 609-615.
5. Czerniak-szydlowska, A., Csilla, D., Katalin, R., Gyorgi K., Edward, S, **2008**, Determination of Antioxidant Capacities of Vegetable Iol By Ferric-Ion Spectrofotometric Methods, *talanta* 76, 899-905.
6. Sarma, A.D., Mallick, A.R., Bhosh, A.K: Free Radicals and Their Role in Different Clinical Condition, **2010**, *An overview. Int. J. Pharm. Sci. And Research (IJPSR)*, 3, 185-192.
7. Sochor, J., Ryvolva, M., Kryrtova, O., Salas, P., Hubalek, J., Adam, V., Trnkova, L, **2010**, Fully Automated Spectrometric Protocols for Determination of Antioxidan Activity: Advantages and Disadvantages. *Molecules*, 15, 8618-8640.
8. Khalil, M.Y., Mustafa, A.A., Naguib, N. Y, **2007**, Growth, Phenolic Compounds, and Antioxidant Activity of Some Medical Plants Grown Under Organic Farming Condition. *J. of Agric. Sci*, 3(4), 451-457.
9. Istinigrum, R.B: Analysis of Total Antioxidant Capacity on Ingredients of Lotek Menu By Ferric Reducing Antioxidant Power Assay. *J. Univ. Islam indonesia* 2013, 13(1): 40-48.
10. Malik, A.K, **2013**, Direct Spectrophotometric Determination of Ferban Iron (III) Dymethyldithiocarbamat in Commercial Sampal and Wheat Grains After Extraction of its Bathophenantroline Tetrahenilborat Complex Into Molten Naphtalen. *Journal of agricultural and food chemistry*, 48(10), 4044-4047.
11. Czerniak-szydlowska, A., Agnieszka, T, **2013**, Comparison of a Silver Nanopartikel-Based Method and the Modified Spectrometric Method for Assessing Antioxidant Capacity of Rapeseed Varieties. *Analytical Method. Food chemistry*, 141, 1865-1871.
12. Denanath J., D. Ahirwar., R. Jain., N. Kumar., S, Gupta, **2009**, Amaranthus spinosus. *Review Research J. Pharmacognosy and Phytochemistry*, 1(3), 169-172.
13. Santosa H, **2008**, Ragam dan Khasiat Tanaman Obat; Jakarta: Agromedia Pustaka.
14. Aswad, M., Fatimawati, A., Nursamsiar, R, **2008**, Validitas Metode Spektrofotometri Sinar Tampak untuk Analisis Formalin dalam Tahu. *Majalah Farmasi dan Farmakologi*, 15(1), 26-29.
15. Anderson. R.L, **1987**, Practical Statistic for Analytical Chemist. van nostrand reinhold company: new york.
16. Musfiroh, I., Wiwiek I., Muchtaridi., Yudhi, S, **2014**, Analisis Proksimat dan Penetapan Kadar B-Karoten dalam Selai Lembaran Terung Belanda (*Cyphomandra Betacea Sendth.*) dengan Metode spektrofotometri sinar tampak. *Universitas padjajaran*, 1, 25-28.
17. Yefrida, Mega, U., Umiati, L, **2014**, Validasi Penentuan Antioksidan Total (Dihitung Sebagai Asam Sitrat) dalam Sampel Jeruk secara Spektrofotometri dengan menggunakan Oksidator FeCl₃ dan Pengompleks Orto-Fenantrolin. *J. Ris. Kim*, 2, 7.
18. Haddouci, F., Chauche, T.M., Ksouri, R., Meddini, F., Sekkal, F.Z., Benmansour, A, **2014**, Antioxidant Activity Profiling By Spektrophotometric Methods of Aqueous Methanolic Extracts of *Helicrysum Stoechas* Subsp. *Rupestre and phagnalon saxatile*. *J. Nat. Med.*, 12(6), 0415-0422.
19. Supriyanto C., Samin, S, **2011**, Perbandingan Analisis Unsur Cu, Cr, dan Fe dalam Cuplikan Biota Menggunakan Metode AANC dan SSA. *Indonesia journal of nuclear science and technology*, 39-50.

ANALISIS KUALITAS AIR DI JORONG RAMBAI, NAGARI KOTO MALINTANG, DANAU MANINJAU BERDASARKAN KANDUNGAN AMONIAK, FOSFAT, NITRIT DAN SULFIDA

Antin Akhino Madiwa, Hamzar Suyani*, Deswati

Laboratorium Pengukuran, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: hamzar2003@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Analysis of water quality in Jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Lake Maninjau has been done. Water quality parameters analyzed include ammonia, phosphates, nitrites and sulfites. The method used is spectrophotometry. Based on the analysis, a range of concentrations of ammonia, phosphates, nitrites, and sulfides were obtained respectively for 0,1085mg/L - 0.2215 mg/L; 0.0822 mg/L - 0.2528 mg/L; 0.1025 mg/L - 0.1206 mg/L; and 0.5150 mg/L - 0.7950 mg/L. Based on Government Regulation No. 82 of 2001, that the quality of water in Lake Maninjau, for the cultivation of freshwater fish, containing ammonia, nitrite, and sulfide which is already above the threshold of water quality standards, while for phosphate is still below the threshold.

Keywords: Spechtrophotometry, Maninjau Lake, ammonium, phosphate, nitrite, sulfide

I. Pendahuluan

Danau merupakan ekosistem dengan luas yang relatif lebih kecil di permukaan bumi dibandingkan dengan laut dan daratan. Danau memberikan kepentingan yang berarti bagi manusia, karena ekosistem danau memberikan fungsi yang menguntungkan bagi kehidupan manusia.¹ Ada lebih dari 700 danau yang ada di Indonesia dengan total luasnya lebih dari 5000 km² atau sekitar 0,25 % luas daratan Indonesia.²

Salah satu danau yang berada di Sumatera Barat adalah Danau Maninjau yang terletak di Kecamatan Tanjung Raya, Kabupaten Agam, Provinsi Sumatera Barat. Jika dilihat melalui GPS (*Global Positioning System*) maka posisi Danau Maninjau berada pada *latitude* -0.2801211 dan *longitude* 100.15659. Pencemaran di Danau Maninjau menjadi masalah penting yang harus diperhatikan. Bahan pencemar yang masuk ke Danau Maninjau berasal dari berbagai sumber.³ Sumbernya antara lain kegiatan produktif dan non-produktif di *upland* (lahan atas), dari pemukiman dan dari kegiatan yang berlangsung di badan perairan danau itu sendiri, dan sebagainya. Bahan-bahan pencemar tersebut dapat menurunkan

kualitas perairan danau, sehingga tidak sesuai lagi dengan peruntukannya sebagai sumber air baku, air minum, perikanan, pariwisata dan sebagainya. Disamping itu, pencemaran juga menyebabkan keanekaragaman hayati, khususnya spesies endemik (asli) danau.⁴

Masuknya limbah pakan (*nutrien*) ke perairan danau dalam jumlah yang berlebihan dapat menyebabkan perairan menjadi lewat subur, sehingga akan menyebabkan ledakan populasi fitoplankton dan mikroba air bersifat patogen.

Berdasarkan Peraturan Pemerintah nomor 82 tahun 2001, menyebutkan bahwa status mutu air ditetapkan untuk menyatakan kondisi tercemar atau kondisi baik air. Diantaranya parameter yang penting diketahui keberadaannya di dalam air yaitu kandungan amoniak, fosfat, nitrit dan sulfida.⁵ Amoniak, fosfat dan nitrit menjadi beberapa senyawa yang terkandung di dalam pakan. Sehingga menjadi menarik untuk diteliti seberapa besar kandungannya di dalam air. Apabila amoniak (NH₄⁺) berada di dalam air dalam jumlah yang melebihi baku mutu, maka akan membuat

ganggang berkembang sehingga ekosistem air menjadi rusak.⁶

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Kalium Natrium Tartarat ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) (Merck), Amonium Klorida (NH_4Cl) (Merck), asam sulfanilat (Merck), N-(1-naftil)-etilendiamin dihidroklorida NEDH (Merck), Asam Sulfat (H_2SO_4) (Merck), Asam Askorbat ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) (Merck), Amonium Molibdat ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\text{H}_2\text{O}$) (Merck), Kalium Antimonitartarat ($\text{K}_2\text{Sb}_2(\text{C}_4\text{H}_2\text{O})_2$) (Merck), Asama Klorida (HCl) (Merck), Kalium Iodat (KIO_3) (Merck), Natrium Karbonat (Na_2CO_3) (Merck), Kalium Iodat (KIO_3) (Merck), Natrium Karbonat (Na_2CO_3).

Peralatan gelas pyrex, spektrofotometri UV-Vis (PD-303S).

2.2. Prosedur penelitian

a. Sampling

Pengambilan sampel air permukaan dilakukan sebanyak tiga kali, yaitu pada tanggal 31 Juli 2016, 21 Agustus 2016, dan 03 September 2016. Titik pengambilan sampel yaitu di sepanjang pinggir danau, area rumah penepung ikan, Jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Danau Maninjau. Ada empat titik pengambilan sampel, dimana jarak dari titik satu ke yang lainnya yaitu 50 meter. Sampel diambil dengan botol secara langsung dan dilakukan pelabelan.

b. Analisis Kandungan Amoniak.

Analisis kandungan amoniak, menggunakan reagen nessler. Untuk membuat reagen nessler, sebanyak 5 gram HgI_2 dan 3,5 gram KI dilarutkan dengan sedikit akuades. Di dalam beaker gelas yang lain dilarutkan 8 gram NaOH dengan 25 mL akuades. Kemudian, kedua larutan tersebut dicampurkan dan dipaskan menjadi 50 mL dengan akuades.

Penganalisisan kandungan amoniak dibuat dengan mengacu pada Deret standar dibuat sebanyak 6 buah dari larutan standar amoniak yaitu 0,0 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1 g/mL dengan cara memipet 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 mL larutan amoniak 100 g/mL

dan masing-masingnya dilarutkan dalam labu ukur 50 mL. Setelah itu, masing-masing larutan standar dan sampel dipindahkan sebanyak 25 mL ke dalam gelas piala. Masing-masing larutan tersebut ditambahkan satu tetes kalium natrium tartarat 50% dan reagen nesler 0,5 mL. Masing-masing larutan tersebut didiamkan lebih kurang 5 menit hingga terbentuk warna kuning. Kemudian absorban masing-masing larutan diukur pada panjang gelombang 425 nm.

c. Analisis Kandungan Fosfat

Analisis kandungan fosfat, diawali dengan pembuatan dua reagen campuran. Pertama, Sebanyak 13 mL amonium molibdat ditambahkan 7 mL H_2SO_4 10 N dan 1 mL kalium antimonitartarat, kemudian diencerkan di dalam labu 100 mL. Kedua, sebanyak 50 mL reagen pertama dicampurkan dengan larutan asam askorbat sebanyak 2,5 mL. Larutan asam askorbat selalu digunakan ketika dalam keadaan baru.

Untuk deret larutan standar dibuat dengan konsentrasi 0 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 ; 1 g/mL dari larutan standar 100 mg/L, dengan cara memipet masing-masingnya 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 mL ke dalam labu 50 mL dan diencerkan dengan akuades. Setelah itu, masing-masing larutan standar dan sampel dipipet sebanyak 5 mL kemudian ditambahkan asam sulfat (H_2SO_4) 0,4 N sebanyak 5 mL, reagen campuran II sebanyak 5 mL. Kemudian semua larutan didiamkan selama 15 menit sampai terbentuk warna biru. Absorban diukur dengan spektrofotometri pada panjang gelombang 660 nm.

d. Analisis Kandungan Nitrit

Analisis senyawa nitrit dilakukan dengan pembuatan larutan standar 0 ; 0,2 ; 0,4 ; 0,6 ; 0,8 dan 1 mg/L dari larutan standar 100 g/mL dengan mengambil 0 ; 0,1 ; 0,2 ; 0,3 ; 0,4 ; 0,5 mL dan diencerkan dengan menggunakan akuades dalam labu 50 mL. Larutan standar dan sampel diambil masing-masing 10 mL. Kemudian ditambahkan masing-masingnya asam sulfanilat sebanyak 0,4 mL dan larutan

NEDH sebanyak 0,6 mL. Masing-masing larutan didiamkan selama 10 menit hingga menjadi merah muda. Absorbannya diukur pada panjang gelombang 550 nm dengan spektrofotometri.

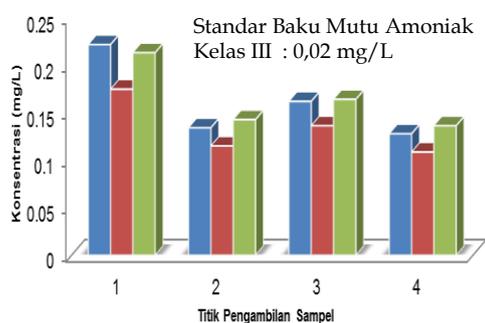
e. Analisis Kandungan Sulfida

Penganalisisan kandungan sulfida, diawali dengan pembuatan larutan standar dengan konsentrasi 0,0 ; 0,5 ; 1,0 ; 1,5 ; 2,0 ; dan 2,5 mg/L. Kemudian larutan standar dan sampel masing-masing diambil sebanyak 7,5 mL dan ditambahkan dengan larutan amin asam sulfat sebanyak 0,5 mL. Kemudian ditambahkan FeCl₃ sebanyak 3 tetes dan didiamkan hingga 3 sampai 5 menit hingga terbentuk warna biru. Kemudian absorbannya diukur pada panjang gelombang 665 nm.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Analisis Kandungan Amoniak

Untuk menentukan konsentrasi amoniak pada sampel dilakukan dengan metode nesler dan garam rochele dengan spektrofotometri. Berdasarkan hasil pengamatan fisik, didapatkan bahwa semakin besar konsentrasi amoniak maka warna larutan juga akan semakin kuning.⁷ Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 425 nm sebagai panjang gelombang maksimum dalam penentuan amoniak secara spektrofotometri.



Gambar 3.1 Grafik analisis kandungan amoniak air Danau Maninjau.

Keterangan
 ■ Pengambilan pertama
 ■ Pengambilan kedua
 ■ Pengambilan ketiga

Berdasarkan Gambar 3.1 didapatkan bahwa keberadaan amoniak di setiap titik berbeda-beda. Hal tersebut memang disebabkan karena kondisi lingkungan di sekitar tempat pengambilan sampel berbeda dan kondisi cuaca dalam tiga kali pengambilan sampel juga berbeda-beda. Suhu pada saat pengambilan, kisaran yang diperoleh yaitu 30 °C - 31 °C, pengambilan kedua yaitu 29 °C - 30 °C dan pada pengambilan ketiga yaitu 30 °C - 31 °C. Begitupun dengan pH air yaitu pada pengambilan pertama yaitu 6,410 - 6,806, pada pengambilan sampel kedua kedua yaitu 7,082 - 7,152 dan pada pengambilan sampel ketiga pengukuran pH yang diperoleh yaitu pada kisaran 6,910 °C - 7,058 °C (Suhu dan pH diteliti oleh peneliti lain yang bekerja dalam satu tim). Kisaran konsentrasi amoniak pada titik I yaitu 0,1746 mg/L - 0,2215 mg/L, pada titik II yaitu 0,1149 mg/L - 0,1426 mg/L, pada titik III yaitu 0,1085 mg/L - 0,1362 mg/L sedangkan pada titik IV yaitu 0,1179 mg/L - 0,2528 mg/L. Nilai konsentrasi amoniak rata-rata yaitu 0,1529 mg/L. Berdasarkan PP nomor 82 tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air, standar baku mutu air untuk kehidupan ikan di air tawar adalah lebih kurang atau sama dengan 0,02 mg/L [19].

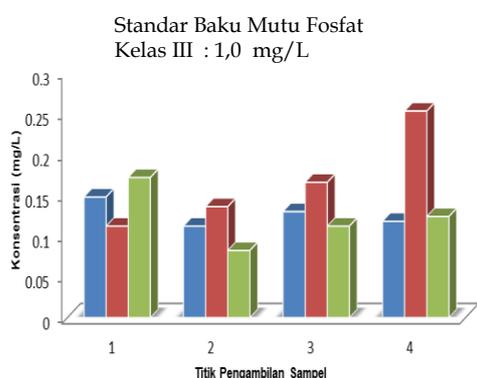
Hal tersebut menunjukkan bahwa nilai konsentrasi amoniak pada air Danau Maninjau berada di atas ambang batas yang diperbolehkan. Kandungan Amoniak yang tinggi pada air akan menyebabkan turunnya nilai oksigen pada air. Kandungan amoniak yang tinggi juga akan meningkatkan pertumbuhan dan kepadatan fitoplankton. Kepadatan fitoplankton yang tinggi menimbulkan peristiwa ledakan populasi (*blooming*), yang diikuti oleh kematian masal fitoplankton. Peristiwa meledaknya dan matinya fitoplankton ini juga akan memperburuk kualitas air. Ikan yang terpapar amonia sepanjang waktu, rentan terhadap infeksi bakteri dan akan memiliki tingkat pertumbuhan yang buruk. Sehingga dapat disimpulkan kualitas air di Jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Danau Maninjau, memiliki kualitas yang kurang baik atau

tercemar dari segi kandungan amoniaknya.⁸

Untuk mencegah terjadinya peningkatan Amonia pada air salah satunya dengan melakukan pembatasan jumlah pakan yang diberikan atau dengan pengendalian pH pada kondisi alkalis, karena amoniak mudah menguap pada kondisi ini.

3.2 Analisis Kandungan Fosfat

Analisis kandungan fosfat menggunakan dua reagen campuran. Reagen yang digunakan yaitu pertama larutan amonium molibdat dan yang kedua reagen campuran pertama yang ditambahkan larutan asam askorbat. Berdasarkan hasil pengamatan fisik, didapatkan bahwa semakin besar konsentrasi amoniak maka warna larutan juga akan semakin biru. Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 660 nm sebagai panjang gelombang maksimum dalam penentuan fosfat secara spektrofotometer.⁹



Gambar 3.2 Grafik analisis kandungan fosfat air Danau Maninjau

Keterangan

- Pengambilan pertama
- Pengambilan kedua
- Pengambilan ketiga

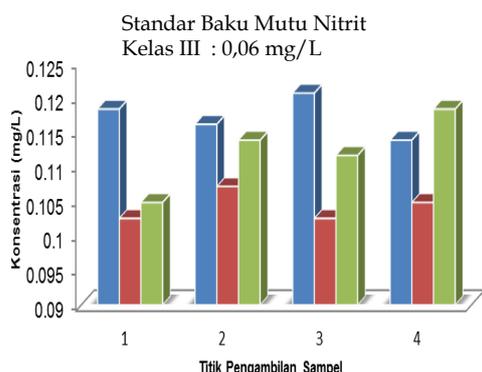
Berdasarkan Gambar 3.2, didapatkan bahwa keberadaan fosfat di setiap titik berbeda-beda. Hal tersebut memang disebabkan karena kondisi lingkungan di sekitar tempat pengambilan sampel berbeda dan kondisi cuaca dalam tiga kali pengambilan sampel juga berbeda-beda. Kisaran konsentrasi fosfat pada titik I yaitu 0,112 mg/L - 0,1715 mg/L, pada titik ke II yaitu 0,0822 mg/L - 0,1358 mg/L, pada

titik ke III yaitu 0,1120 mg/L - 0,1656 mg/L, dan pada titik ke IV yaitu 0,1179 mg/L - 0,2528 mg/L. Nilai absorbansi fosfat rata-rata yaitu 0,1386 mg/L. Berdasarkan PP No 82 tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air, standar baku mutu air untuk air minum telah ditetapkan bahwa kadar amoniak yang diperbolehkan untuk kehidupan ikan air tawar adalah 1 mg/L. Berdasarkan nilai rata-rata kandungan fosfat, menunjukkan nilainya berada di bawah baku mutu air, sehingga disimpulkan air tersebut masih dalam batas aman untuk keberadaan fosfat di jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Danau Maninjau.

Fosfat yang meningkat potensial menimbulkan blooming atau eutrofikasi perairan, dimana terjadi pertumbuhan fitoplankton yang tidak terkendali. Eutrofikasi potensial berdampak negatif terhadap lingkungan, karena berkurangnya oksigen terlarut yang mengakibatkan kematian organisme akuatik lainnya (*asphyxiation*), selain keracunan karena zat toksin yang diproduksi oleh fitoplankton.

3.3 Analisis Kandungan Nitrit

Analisis kandungan nitrit dengan asam sulfanilat dan N - (1 Naphtyl ethyl diamin) dihidroklorida akan membentuk warna merah muda. Berdasarkan hasil pengamatan fisik, didapatkan bahwa semakin besar konsentrasi nitrit maka warna larutan juga akan semakin merah muda. Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 550 nm sebagai panjang gelombang maksimum dalam penentuan amoniak secara spektrofotometri.



Gambar 3.3 Grafik analisis kandungan Nitrit air Danau Maninjau

Keterangan
 ■ Pengambilan pertama
 ■ Pengambilan kedua
 ■ Pengambilan ketiga

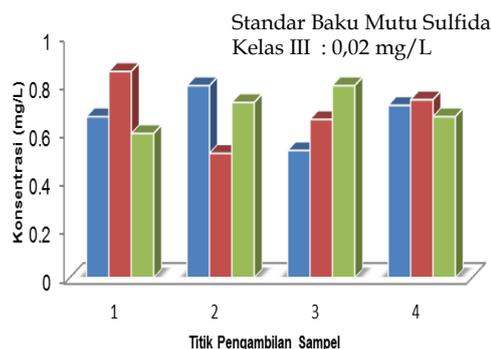
Berdasarkan Gambar 3.3, didapatkan bahwa keberadaan nitrit di setiap titik berbeda-beda. Hal tersebut memang disebabkan karena kondisi lingkungan di sekitar tempat pengambilan sampel berbeda dan kondisi cuaca dalam tiga kali pengambilan sampel juga berbeda-beda. Berdasarkan penelitian yang dilakukan terhadap uji konsentrasi nitrit didapatkan nilai konsentrasi nitrit pada titik I yaitu 0,1025 mg/L - 0,1183 mg/L, pada titik II yaitu 0,1071 mg/L - 0,1161 mg/L, pada titik III yaitu 0,1025 mg/L, sedangkan pada titik IV yaitu 0,1048 mg/L - 0,1183 mg/L. Untuk rata-ratanya yaitu 0,1111 mg/L.

Berdasarkan PP RI Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air ditetapkan bahwa standar baku mutu untuk nitrit yaitu 0,06 mg/L, berdasarkan nilai rata-rata kandungan nitrit, nilai konsentrasi yang didapatkan sudah melewati ambang batas, konsentrasi Nitrit pada ekosistem air dengan konsentrasi yang tinggi, akan berubah menjadi beracun serta dapat menyebabkan eutrofikasi sehingga kualitas perairan di jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Danau Maninjau, memiliki kualitas yang kurang baik dari segi kandungan nitritnya.

3.4 Analisis Kandungan Sulfida

Analisis sulfida direaksikan dengan N-N dimetil fenilindiamin (p- aminodemitil

anilin) dengan adanya ferri klorida dan menghasilkan warna biru. Berdasarkan hasil pengamatan fisik, didapatkan bahwa semakin besar konsentrasi sulfida maka warna larutan juga akan semakin biru. Pengukuran absorbansi dilakukan pada panjang gelombang 665 nm sebagai panjang gelombang maksimum dalam penentuan sulfida secara spektrofotometri .



Gambar 3.4 Grafik analisis kandungan sulfida air Danau Maninjau

Keterangan
 ■ Pengambilan pertama
 ■ Pengambilan kedua
 ■ Pengambilan ketiga

Berdasarkan Gambar 3.4, didapatkan bahwa keberadaan sulfida di setiap titik berbeda-beda. Hal tersebut memang disebabkan karena kondisi lingkungan di sekitar tempat pengambilan sampel berbeda dan kondisi cuaca dalam tiga kali pengambilan sampel juga berbeda-beda. Berdasarkan penelitian yang dilakukan terhadap uji konsentrasi sulfida didapatkan nilai kisaran konsentrasi sulfida pada titik I yaitu 0,5966 mg/L - 0,8533 mg/L, pada titik II yaitu 0,5150 mg/L - 0,7950 mg/L, pada titik III yaitu 0,5266 mg/L - 0,7950 mg/L sedangkan pada titik IV yaitu 0,6666 mg/L - 0,7366 mg/L. Rata-ratanya yaitu 0,6871. Berdasarkan PP RI Nomor 82 Tahun 2001 tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air ditetapkan bahwa standar baku mutu untuk sulfida total untuk perikanan air tawar yaitu 0,0002 mg/L, berdasarkan nilai rata-rata kandungan Sulfida, maka dapat disimpulkan bahwa air tersebut sudah berada di atas baku mutu, sehingga kurang kualitas air tersebut kurang baik untuk kehidupan perikanan air tawar.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan maka diperoleh kesimpulan bahwa Kualitas air di Jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Danau Maninjau perlu mendapatkan pengendalian pencemaran. Kandungan kisaran konsentrasi amoniak, fosfat, nitrit, dan sulfida yang didapatkan secara berturut-turut sebesar 0,1085 mg/L - 0,2215 mg/L ; 0,0822 mg/L - 0,2528 mg/L ; 0,1025 mg/L - 0,1206 mg/L ; dan 0,5150 mg/L - 0,7950 mg/L mengandung amoniak, nitrit, dan sulfida yang sudah berada di atas ambang batas baku mutu air, sedangkan untuk fosfat masih berada di bawah ambang batas.

V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya kepada Bapak/Ibu staf Dosen Jurusan Kimia dan analis laboratorium pengukuran, jurusan Kimia, Universitas Andalas.

Referensi

1. Connell, D. W., G. J. Miller, **1995**, Kimia dan Ekotoksikologi Pencemaran (terjemahan Yanti Koestoer), Penerbit UI Press, Jakarta
2. Davies, J. G., Claridge, Nirarita, **1995**, Manfaat Lahan Basah ; Potensi Lahan Basah dalam Mendukung dan Memelihara Pembangunan, Asean Wetland Bureau, Kuala Lumpur
3. Anonim 1, **2016**, Detil Objek Wisata Alam, Pemerintah Kabupaten Agam.
4. Anonim 2, **2003**, Lembaga Ilmu Pegetahuan Indonesia, Permasalahan Danau Maninjau dan Pendekatan Permasalahannya. Cibinong, Bogor
5. Anonim 3, **2001**, Peraturan Pemerintah N. 82 Tahun 2001 Tentang Pengelolaan Kualitas Air dan Pengendalian Pencemaran Air, Sekretariat Kabinet RI, Jakarta
6. Jeong, H., Park, J., Kim, H., **2013**, Determination of NH_4^+ in Environmental Water with Interfering Substance Using The Modified Nessler Method, *Journal of Chemistry*, pp 1-9
7. Pradhan, S., Pokhrel, M.R., **2013** Spechtrophotometric Determination in of Phosphate in Sugarcane Juice, Fertilizer, Detergent and Water Samples by Molybdenum Blue Method, *Journal of Scientifict World*, Vol. 11, hal 58 - 62
8. Ginting, S. E., **2015**, Analisa Kadar Sulfida pada Air Sungai Daerah PT. Pertamina Geothermal Energy Sibayak, USU, Medan
9. Haryanto, B., **2002**, Bahan bakar alternatif biodiesel, *USU Digital Library*, hal. 1-2

ANALISIS KUALITAS AIR DI JORONG RAMBAI, NAGARI KOTO MALINTANG, MANINJAU TERHADAP SUHU, pH, DO, BOD, COD, LOGAM BERAT Cd, Cu, Pb dan Zn

Fadhilla Qurrata Ayuni M, Deswati*, Hamzar Suyani

Laboratorium Sentral Pengukuran, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: deswati_ua@yahoo.co.id

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Analysis of water quality in Jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Maninjau been done. Analysis is determined by physical and chemical parameters such as temperature, pH, DO, BOD, COD and heavy metals. The range of temperature obtained 29 0C - 31⁰C, the range pH is 6,410 - 7,152. The range of DO 12,052 mg/L - 8,280 mg/L, the range of the BOD is 3,680 mg/L - 1,012 mg/L. The range of COD is 3,864 mg/L - 1,840 mg/L. Determine of concentration heavy metal by using Atomic Absorbtion Spectrophotometry. The result show range Cd metal concentration is 0.540 mg /L - 0,200 mg/L. The range of Cu metal concentration is 0,946 mg/L - 0,423 mg/L. The range of Pb metal concentration is 0,056 mg/L - 0,014 mg/L, The range of Zn metal concentration is 0,442 mg/L - 0,276 mg/L. Based on the Indonesian Government Regulation No. 82 of 2001 class III water for fishery aquaculture. temperature, pH, DO, BOD, COD water still classified, but concentration of heavy metals Cu, Cd, Pb and Zn have exceeded maximum.

Keywords: *Temperature, pH, DO, BOD, COD and Heavy Metals*

I. Pendahuluan

Danau Maninjau merupakan danau tekto vulkanik yang terdapat di Sumatera Barat, Kabupaten Agam. Secara geografis wilayah ini terletak pada ketinggian 461,5 m dpl dan memiliki luas 9.950 Ha [1]. Danau Maninjau memiliki berbagai fungsi diantaranya sebagai sumber pembangkit listrik tenaga air, tempat pariwisata dan lahan perikanan. Kegiatan budidaya ikan dengan keramba jaring apung (KJA) mempunyai potensi yang besar dalam hal pencemaran air. Peningkatan jumlah KJA yang tidak terkontrol dan kebiasaan budidaya yang kurang baik, dikhawatirkan akan menimbulkan dampak negatif. Saat ini terdapat sekitar 17000 petak KJA, jumlah ini telah melebihi batas maksimum yaitu 6.000 keramba. Pemanfaatan danau untuk budidaya ikan melalui keramba jaring apung menjadi pemicu segala permasalahan kualitas air Danau Maninjau. [2]. Sehingga dapat mempengaruhi kualitas air di Danau Maninjau.

Berdasarkan hal tersebut maka dilakukan penelitian mengenai analisis kualitas air. Lokasi yang dipilih yaitu Rumah Penepung

Ikan Jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Maninjau. Di daerah tersebut merupakan lokasi yang ada keramba ikan dan juga terdapat beberapa pemukiman warga. Adapun parameter yang dilakukan untuk analisis kualitas air yaitu parameter fisika dan kimia. Parameter fisika yang dipelajari yaitu penentuan suhu dan parameter kimia yang dipelajari yaitu penentuan pH, DO (*Disolved Oxygen*), BOD (*Biological Oxygen Demand*), COD (*Chemical Oxygen Demand*), analisis kadar logam berat Cd, Cu, Pb dan Zn.

II. Metodologi Penelitian

2.1. Bahan kimia, Peralatan dan Instrumentasi

Bahan yang digunakan : kalium bikromat ($K_2Cr_2O_7$), natrium tiosulfat ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$), natrium karbonat (Na_2CO_3) asam klorida (HCl) p.a., kalium iodida (KI), mangan (II) sulfat ($MnSO_4$), asam fosfat (H_3PO_4) p.a., kalium permanganat $KMnO_4$, asam sulfat (H_2SO_4) p.a., merkuri (II) sulfat ($HgSO_4$), amilum ($C_6H_{10}O_5$) dan akuades (H_2O).

Alat yang digunakan : termometer, pH meter (metrohm), Atomic Absorbtion

Spectrophotometer (WFX-320), buret dan peralatan gelas yang biasa digunakan di laboratorium

2.2. Prosedur penelitian

2.2.1 Sampling

Sampel diambil sebanyak 3 kali pada tanggal 31 Juli, 21 Agustus dan 3 September 2016. Titik pengambilan sampel yaitu sepanjang pinggiran Danau Maninjau area rumah penepung ikan Jorong Rambai Nagari Koto Malintang. Maninjau. Sampel air yang diambil yaitu pada permukaan dengan jarak 50 meter sebanyak 4 titik.

2.2.2 Parameter Fisika dan Kimia

2.2.2.1. Penentuan Suhu

Penentuan suhu dilakukan secara langsung. Pengukuran dilakukan dengan cara mencelupkan termometer ke permukaan air danau, suhu yang terbaca pada termometer dicatat.

2.2.2.2. Penentuan pH

Penentuan pH dilakukan menggunakan pH meter (Metrohn). Pengukuran dilakukan dengan cara masing-masing sampel dipindahkan ke dalam beaker gelas, kemudian elektroda pH meter dicelupkan kedalam gelas beaker yang sebelumnya telah dikalibrasi.

2.2.2.3. Penentuan Nilai DO

Sampel air dipipet sebanyak 100 mL dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Kemudian ditambahkan masing-masing 1 mL MnSO₄ 10% dan Alkali Iodida Azida ke dalam erlenmeyer dan ditutup menggunakan AFO. Dikocok perlahan dan dibiarkan 5 menit hingga terbentuk endapan. Ditambahkan 2 mL H₃PO₄ p.a. ke dalam erlenmeyer dan dikocok hingga endapan hilang. Sampel dititrasi dengan Na₂S₂O₃.5H₂O 0,025 N hingga larutan menjadi kuning muda. Ditambahkan 1 mL Amilum 1% dan dititrasi kembali sampai larutan berubah menjadi bening. Volume Na₂S₂O₃.5H₂O 0,025 N yang terpakai selama titrasi dicatat dan masing masing pengukuran dilakukan secara duplo. Nilai DO₀ diperoleh dari :

$$DO_0 \text{ (mg/L)} = \frac{V \times N \times 1000 \times 8}{V \text{ Sampel}}$$

Keterangan :

V = Volume Na₂S₂O₃.5H₂O yang terpakai

N = Konsentrasi Na₂S₂O₃.5H₂O

2.2.2.4. Penentuan Nilai BOD

Penentuan BOD diperoleh dengan cara pengurangan nilai DO nol dikurangi nilai DO lima.

$$BOD \text{ (mg/L)} = DO_0 - DO_5$$

2.2.2.5. Penentuan Nilai COD

Sampel dipipet sebanyak 50 mL dan dimasukkan ke erlenmeyer. Ditambahkan 5 mL KMnO₄ 0,1 N dan ditambahkan HgSO₄ 0,1 g. Kemudian ditutup rapat dengan AFO dan dipanaskan selama 1 jam. Setelah dingin dipipet 5 mL KI 10 % dan dimasukkan kedalam erlenmeyer, dikocok secara perlahan. Dipipet 10 mL H₂SO₄ 4 N dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer, dikocok secara perlahan. Sampel dititrasi dengan Na₂S₂O₃.5H₂O 0,025 N hingga larutan menjadi kuning pucat. Ditambahkan Amilum 1% dan dititrasi kembali hingga larutan berubah menjadi bening. Volume yang terpakai dicatat. Sedangkan untuk blanko yang digunakan adalah akuades. Masing masing pengukuran dilakukan secara duplo.

Nilai COD diperoleh dari :

$$COD = \frac{(a-b) \times N \times 1000 \times 8}{V \text{ Sampel}}$$

Keterangan :

a = Volume Na₂S₂O₃.5H₂O yang terpakai pada blanko

b = Volume Na₂S₂O₃.5H₂O yang terpakai pada sampel air

N = Konsentrasi Na₂S₂O₃.5H₂O

3.5.2.7. Penentuan Konsentrasi Logam Cu, Cd, Pb dan Zn

Penentuan konsentrasi logam Cu, Cd, Pb dan Zn diukur dengan menggunakan spektrofotometer serapan atom (*Atomic Absorption Spectrofotometer*). Sampel air disaring dan ditambahkan HNO₃ p.a.

2.2.2.6 Standarisasi Na₂S₂O₃.5H₂O 0,025 N

Standarisasi Na₂S₂O₃.5H₂O 0,025 N dilakukan dengan cara dipipet 10 mL K₂Cr₂O₇ 0,025 N

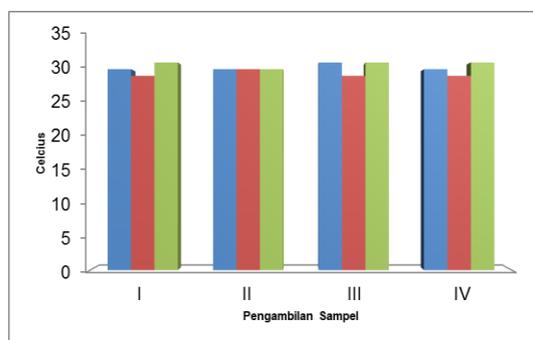
dan dimasukkan ke dalam erlenmeyer. Ditambahkan 5 mL KI 10%, 1 mL HCl 4 N kemudian dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 0,025 N sampai warna kuning muda. Ditambahkan 1 mL Amilum 1 % dan dititrasi kembali.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1. Parameter Fisika

3.1.1 Penentuan Suhu

Suhu merupakan faktor yang sangat penting dalam proses metabolisme organisme di perairan. Suhu optimum bagi organisme di perairan yaitu 20 °C hingga 30 °C [3]. Suhu air mengontrol laju reaksi kimia [4].



Gambar 1. Histogram penentuan suhu air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ Pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

Pada pengambilan pertama kisaran suhu yang diperoleh yaitu 30°C - 31°C, pengambilan kedua yaitu 29°C - 30°C dan pada pengambilan ketiga yaitu 30°C - 31°C. Dari data yang diperoleh kisaran suhu Air Danau Maninjau antara pengambilan data pertama, kedua dan ketiga perbedaannya relatif kecil. Suhu tertinggi air Danau Maninjau yaitu 31°C dan suhu terendah yaitu 29 °C.

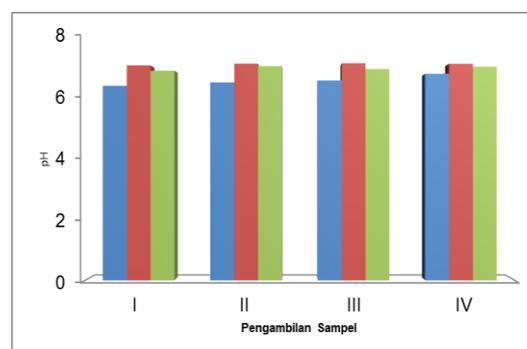
Dari hasil pengukuran suhu, kisaran suhu air pada pengambilan sampel kedua lebih rendah dibandingkan dengan pengukuran suhu pada pengambilan sampel pertama dan ketiga. Pada pengambilan sampel kedua dalam kondisi cuaca yang berawan dan sebelumnya turun hujan. Sedangkan pengukuran suhu pada pengambilan sampel pertama lebih tinggi. dapat disebabkan oleh cuaca yang pada saat pengukuran cukup terik dan tidak berawan. Pengukuran suhu

pada pengambilan sampel ketiga suhu yang terbaca yaitu 30°C - 31°C. Pengukuran suhu pada pengambilan sampel ketiga cuaca cukup panas.

3.2. Parameter Kimia

3.2.1 Penentuan Nilai pH

Derajat keasaman (pH) dalam suatu perairan merupakan salah satu parameter kimia yang penting dalam memantau kestabilan perairan. pH yang ideal bagi kehidupan perairan adalah antara 6,8 - 8,5 [4]. Perubahan nilai pH bisa disebabkan oleh masukan senyawa organik maupun anorganik ke dalam air [5].



Gambar 2. Histogram penentuan pH air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ Pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

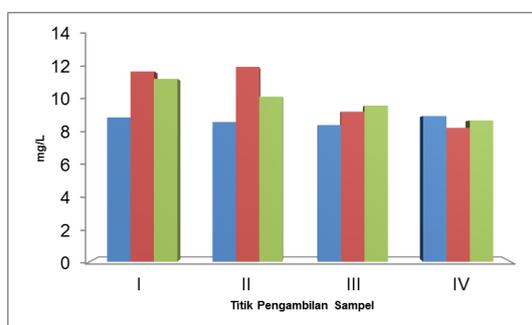
Dari hasil pengukuran pH kisaran pH pada pengambilan pertama yaitu 6,410 - 6,806, pada pengambilan sampel kedua yaitu 7,082 - 7,152 dan pada pengambilan sampel ketiga pengukuran pH yang diperoleh yaitu pada kisaran 6,910 - 7,058.

Dapat dilihat pada histogram diatas pada pengambilan sampel pertama, hasil pengukuran pH mendekati sedikit asam yaitu 6,410 - 6,806. Hal ini dapat disebabkan oleh masuknya zat kimia yang bersifat asam kedalam perairan tersebut. Sedangkan pada pengambilan data kedua pH air ini bersifat sedikit basa dan lebih tinggi jika dibandingkan dengan pengambilan sampel pertama. Hal ini bisa disebabkan oleh masuknya zat kimia yang bersifat basa. Selain itu pH suatu perairan dipengaruhi oleh kadar CO_2 , dimana semakin meningkat CO_2 akan menurunkan nilai pH dari perairan tersebut [6].

3.2.2 Penentuan Nilai DO

Oksigen terlarut sangat penting untuk kehidupan organisme perairan. Nilai DO jika kurang dari 3 mg/L akan menyebabkan stress dan ikan akan mengalami kematian jika oksigen terlarut yang terdapat diperairan sebesar 1-2 mg/L [7].

Nilai DO pengambilan data pertama diperoleh kisaran nilai DO yaitu 8,464 mg/L - 9,016 mg/L, pada pengambilan sampel kedua diperoleh nilai DO pada kisaran 12,052mg/L - 8,280 mg/L. Sedangkan pada pengambilan sampel ketiga diperoleh nilai DO yaitu pada kisaran 11,316 mg/L - 8, 740 mg/L.



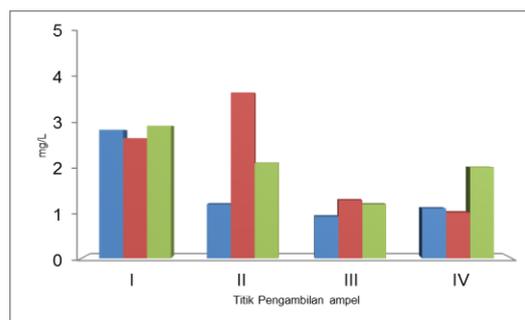
Gambar 3. Histogram penentuan DO air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ Pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

Dari histogram diatas, dapat terlihat pada pengambilan sampel pertama nilai DO yang diperoleh yaitu 8,464 mg/L - 9,016mg/L. Suhu yang tinggi dapat meningkatkan aktifitas biologis seperti respirasi dari organisme yang berada diperairan dan meningkatkan laju dekomposisi senyawa organik yang berada diperairan [8]. Sehingga oksigen yang terlarut dalam air berkurang dan nilai DO nya rendah.

3.2.3 Penentuan Nilai BOD

BOD adalah jumlah oksigen yang digunakan oleh zat organik maupun anorganik yang teroksidasi secara biologi [9]. Nilai BOD yang diperoleh yaitu pengambilan sampel pertama 2,852 mg/L - 0,920 mg/L, pada pengambilan sampel kedua 3,680 mg/L - 1,012 mg/L dan pengambilan sampel ketiga 2,944 mg/L - 1.196 mg/L.



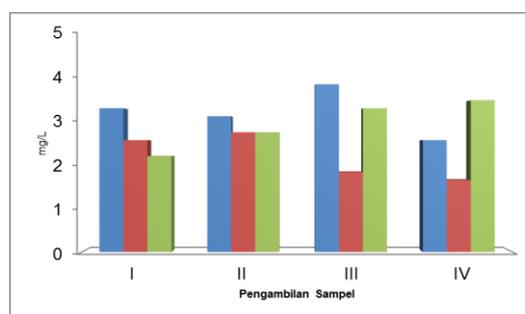
Gambar 4. Histogram penentuan BOD air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ Pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

Nilai BOD yang tertinggi yaitu pada pengambilan sampel kedua titik 2 yaitu 3,680 mg/L. Tingginya nilai BOD dapat disebabkan oleh tingginya konsentrasi zat organik yang masuk ke perairan. Zat organik ini dapat berasal dari aktivitas disekitar danau, seperti limbah rumah tangga yang masuk keperairan. Penumpukan zat organik dalam perairan akan meningkatnya proses penguraian oleh mikroba juga semakin meningkat Nilai BOD terendah yaitu berada pada pengambilan data pertama titik 3 yaitu 0,920 mg/L. Berarti zat organik yang terurai oleh mikroba pada titik ini lebih rendah.

3.2.4 Penentuan Nilai COD

COD merupakan banyaknya oksigen yang dibutuhkan untuk mengoksidasi zat organik secara kimia [10].



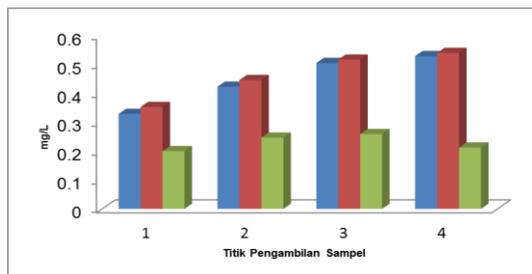
Gambar 5. Histogram penentuan COD air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ Pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

Dari hasil penentuan nilai COD air Maninjau yang diperoleh kisaran nilainya pada pengambilan sampel pertama yaitu 3,864 mg/L - 3,128 mg/L, kisaran nilai COD pada

pengambilan kedua 2,760 mg/L - 1,840 mg/L yaitu, dan kisaran COD pada pengambilan ketiga yaitu 3,496 mg/L - 2,208 mg/L. Nilai COD yang diperoleh relatif kecil. Ini mengindikasikan bahwa pencemaran yang ada pada perairan juga kecil. Nilai COD tertinggi yaitu pada pengambilan sampel pertama titik 3 yaitu 3,864 mg/L sedangkan terendah pada pengambilan sampel kedua pada titik 4 yaitu 1,840 mg/L. Jika dibandingkan pengukuran nilai COD lebih tinggi daripada nilai BOD, ini berarti penguraian zat organik yang berada diperairan yang dapat diuraikan secara kimia lebih besar dibandingkan dengan penguraian secara biologi.

3.2.5 Penentuan Konsentrasi Logam Berat Logam Cd



Gambar 6. Histogram penentuan konsentrasi logam Cd air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ Pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

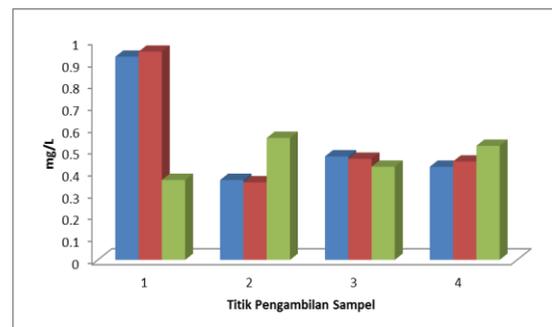
Dari hasil pengukuran logam diperoleh kisaran konsentrasi Cd dalam air pada pengambilan pertama yaitu 0,529 mg/L - 0,329 mg/L, pengambilan sampel kedua 0,540 mg/L - 0,353 mg/L dan pengambilan ketiga yaitu 0,259 mg/L - 0,200 mg/L. Pada pengambilan sampel kedua titik 4 merupakan kondisi dimana konsentrasi logam Cd tertinggi. Logam Cd dapat berasal dari erosi, limbah pertanian dan limbah rumah tangga yang masuk ke dalam danau ini. Selain itu, pupuk fosfat yang digunakan dalam pertanian umumnya mengandung logam Cd yang tinggi sehingga jika masuk ke perairan akan menyebabkan konsentrasi air tersebut tercemar [11].

Tingginya konsentrasi Logam Cd pada titik ini dapat disebabkan oleh kondisi pada saat pengambilan sampel kedua setelah

hujan. Logam Cd akan terbawa oleh hujan dan masuk ke perairan di Danau Maninjau.

Logam Cu

Masuknya logam Cu ke perairan dapat disebabkan oleh logam Cu di dalam perairan yang diperkirakan berpotensi mengandung Cu adalah pupuk yang berasal dari kegiatan pertanian dan perkebunan yang berada disekitar danau Maninjau sehingga terbawa hujan dan masuk ke badan air [11].

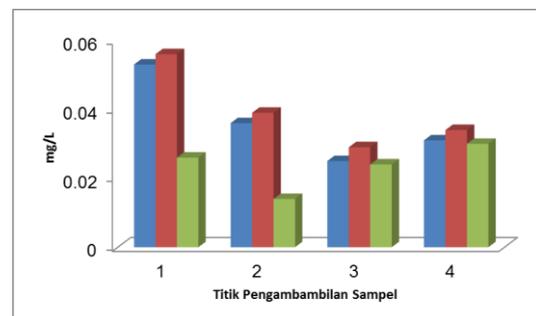


Gambar 7. Histogram penentuan konsentrasi logam Cu air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ Pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

Dari hasil pengukuran logam Cu air Danau Maninjau diperoleh kisaran konsentrasi Cu dalam air pada pengambilan pertama yaitu 0,923 mg/L - 0,364 mg/L, pengambilan sampel kedua 0,946 mg/L - 0,352 mg/L dan pengambilan ketiga yaitu 0,554 mg/L - 0,363 mg/L. Konsentrasi logam Cu tertinggi yaitu terdapat pada pengambilan kedua titik 1 yaitu 0,046 mg/L.

Logam Pb

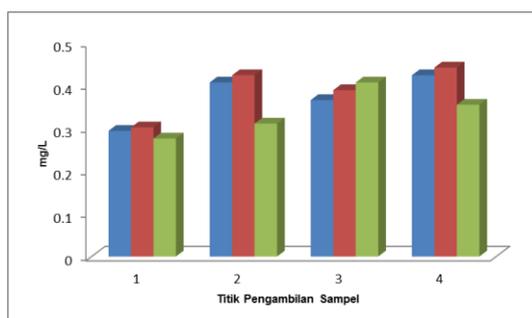


Gambar 8. Histogram penentuan konsentrasi logam Pb air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ Pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

Dari hasil pengukuran logam Pb air Danau Maninjau diperoleh kisaran konsentrasi Pb dalam air pada pengambilan pertama yaitu 0,053 mg/L - 0,025 mg/L, pengambilan sampel kedua 0,056 mg/L - 0,029 mg/L dan pengambilan ketiga yaitu 0,030 mg/L - 0,014 mg/L. Konsentrasi Pb tertinggi juga terjadi pada saat pengambilan sampel kedua, yaitu setelah turun hujan dengan konsentrasi 0,056 mg/L. Masuknya logam Pb ke perairan dapat disebabkan dari kegiatan pertanian dan pemanfaatan pupuk dan peptisida (pembasmi hama). Logam ini dapat masuk ke perairan terbawa oleh hujan. Selain itu logam Pb juga berasal dari adanya kegiatan pariwisata yang memanfaatkan boat dan perahu yang meninggalkan sisa bahan bakar dan pelumas sehingga meningkatkan kadar Pb pada perairan [12].

Logam Zn



Gambar 9. Histogram penentuan konsentrasi logam Zn air Danau Maninjau.

Keterangan : ■ pengambilan sampel pertama, ■ pengambilan sampel kedua, ■ pengambilan sampel ketiga.

Dari hasil pengukuran logam Zn air Danau Maninjau diperoleh kisaran konsentrasi Zn dalam air pada pengambilan pertama yaitu 0,424 mg/L - 0,294 mg/L, pengambilan sampel kedua 0,442 mg/L - 0,302 mg/L dan pengambilan ketiga yaitu 0,407 mg/L - 0,276 mg/L. Konsentrasi logam Zn tertinggi juga terdapat pada pengambilan kedua titik 2 yaitu 0,442 mg/L. Tingginya konsentrasi hujan dapat disebabkan oleh pengambilan sampel yang dilakukan setelah turun hujan. Logam Zn di perairan dapat berasal dari limbah domestik dari masyarakat di sekitar. Masuknya logam seng juga dapat berasal dari sumber alami berupa residu pengikisan batu mineral di sepanjang

aliran sungai dan partikel seng yang terbawa oleh air hujan dan masuk ke perairan [13].

IV. Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan kualitas air di Jorong Rambai, Nagari Koto Malintang, Maninjau ditentukan berdasarkan parameter fisika dan kimianya. Berdasarkan Peraturan Pemerintah Republik Indonesia No 82 Tahun 2001 kelas III suatu perairan untuk budidaya perikanan. Suhu, pH, DO, BOD, COD masih termasuk dalam ambang batas. Sedangkan konsentrasi logam berat Cu, Cd, Pb dan Zn telah melebihi batas maksimum.

V. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan kepada kedua orangtua, analis laboratorium dan teman-teman yang selalu memberi dukungan serta motivasi dalam menyelesaikan penelitian ini.

Referensi

1. Anonim, Danau Maninjau dan Pemberdayaan Masyarakat di Sekitar Danau, Pusat Penelitian Limnologi - LIPI, Cibinong.
2. Arlindia, A., 2015, Afdal, Analisis Pencemaran Danau Maninjau dari Nilai TDS dan Konduktivitas Listrik, *J. Fisika Unand*, 4(4), 325-331.
3. Anonim, Bapedalda Provinsi Sumatera Barat, Status Lingkungan Hidup Daerah Provinsi Sumatera Barat 2011, Padang.
4. Frits, T., Ockstan, K., Robert, R., 2013 Studi Parameter Fisika Kimia Air pada Areal Budidaya Ikan di Danau TondaNo Desa Paleloan, Kabupaten Minahasa, *J. Budidaya Perairan*, 2(1), 8-19.
5. Azwar, A., SoemarNo Mangku P., 2013, Kajian Kualitas Air dan Status Mutu Air Sungai Metro Di Kecamatan Sukun Kota Malang, *J. Bumi Lestari*, 2(13) 265-270.
6. Annett, B. S., Dean M. S., Stewart, A. R., 2010, Controls on Biochemical Oxygen Demand In The Upper Klamath River, Oregon, *Chemical Geology*, 12-21.
7. Joseph, C. A., Mohammed, T. A., Zaynab, M. C., Fanna, I. A., 2012, Assessment of Pollutants in Water and Sediment Samples in Lake Chad, Baga, North

- Eastern Nigeria, *Journal of Environmental Protection*, 3, 1428-1441.
8. Purushottam, J. P., Yenkie, M.K.N., Battalwar, D. G., Nilesh. V., Study And Interpretation Of Physico-Chemical Characteristic of Lake Water Quality In Nagpur City (india), *Rasayan J Chem*, 2010, 4(3) 800-810.
 9. Qiong Y., Zhenyao L., Jidong, Y., **2009**, Simultaneous Determination of Chemical Oxygen Demand (COD) and Biological Oxygen Demand (BOD₅) in Waswater by Near- Infrared Spectrometry, *J. Water Resource and Protection*, 4, 286-289.
 10. Patil. P.N, Sawant. D.V, Deshmukh. R.N, **2012**, Physico-Chemical Parameters For Testing Of Water - A review, *International Journal Of Environmental Sciences*, 3, 1194- 1207.
 11. Anny, M. H., Purwanto, Tri, R. S., **2014**, Biokonsentrasi Faktor Logam Berat Pb, Cd, Cr dan Cu pada Ikan Nila (*Oreochromis niloticus* Linn.) di Karamba Danau Rawa Pening, *IOMA*, 1,(16) 1- 19.
 12. Wike, A. E. P., Dietrieck, G. B., Tri, P., Etty, R., **2015**, Konsentrasi Logam Berat (Cu Dan Pb) Di Sungai Musi Bagian Hilir, *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis*, 7(2) 453-463.
 13. Puput, M. S., Yenni, D., Hamdi, **2015**, Degadasi Kualitas Fisis Air Danau Maninjau Terhadap Variasi Jarak Dan Jumlah Keramba, *Pillar Of Physics*, 6, 41-48.

UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN, SITOTOKSISITAS DAN KANDUNGAN FENOLIK TOTAL DARI EKSTRAK BUAH SENDUDUK (*Melastoma malabatricum L*)

Adlis Santoni*, Afrizal, Yolanda Fransiska Arisandi

Laboratorium Kimia Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: adlis_1962@yahoo.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: *Melastoma malabathricum L* used for folk medicine to many disease. It contains flavonoid, phenolic, steroid triterpenoid and alcaloid. Flavonoid has been reported to its activity as antioxidant. In this research, antioxidant, cytotoxic activity, and content of total phenolic activity test had been done for from senduduk fruit extract. Antioxidant activity of ethyl acetate, methanol, hexane and aquadest extract with DPPH method are shown as IC_{50} values are 8,785 mg/L ($R^2 = 0,7723$), 14,33 mg/L ($R^2 = 0,8342$), 57,51 mg/L ($R^2 = 0,8628$) and 129,823 mg/L ($R^2 = 0,9717$) respectively. The most total phenolic content is in ethyl acetate extract, which is 37,6352 mg/L. Since the Antioxidant activity is proportional to the amount of phenolic in sample, the amount of free radical can be inhibited is also higher. The best cytotoxic activity is showed by hexane and methanol extract with LC_{50} values are 474,46 mg/L ($R^2 = 0,966$) and 485,143 mg/L ($R^2 = 0,993$) respectively.

Keywords : *Melastoma malabathricum L.*, antioxidant, total phenolic content, cytotoxicity.

I. Pendahuluan

Tumbuhan senduduk telah digunakan sebagai obat-obatan herbal untuk menyembuhkan berbagai penyakit. Masyarakat melayu telah menggunakan dedaunan dan akarnya untuk penyembuhan luka, perawatan setelah melahirkan dan pencegahan bekas luka dari infeksi cacar, maag, disentri, diare, hepatitis dan lain-lain¹.

Penelitian sebelumnya telah dilaporkan oleh Sirat et al bahwa ekstrak metanol bunga senduduk menghasilkan kaempferol-3-O-(2'',6''-di-O-p-trans-coumaroyl) dan ekstrak etil asetatnya menghasilkan senyawa naringenin. Kedua senyawa ditemukan aktif dalam menghambat pertumbuhan sel MCF-7 dengan nilai IC_{50} sebesar 0,28 $\mu\text{mol/L}$ dan 1,3 $\mu\text{mol/L}$ berturut-turut. Nilai IC_{50} yang dilaporkan dari senyawa kaempferol-3-O-(2'',6''-di-O-p-trans-coumaroyl) lebih rendah dari pada senyawa kontrol positif yaitu tamoxifen (0,76 $\mu\text{mol/L}$) yang merupakan obat kanker payudara yang umum ditemukan dipasaran².

Uji metabolit menunjukkan bahwa tumbuhan senduduk mengandung senyawa flavonoid, fenolik, steroida, triterpenoida and alcaloid³. Senyawa golongan flavonoid dilaporkan mempunyai aktivitas sebagai antioksidan⁴.

Maka pada penelitian ini akan dilakukan uji aktivitas antioksidan, sitotoksitas dan kandungan total fenolik yang terdapat pada ekstrak dari buah tumbuhan senduduk.

II. Metode Penelitian

2.1 Bahan kimia, peralatan dan instrumentasi

Sampel yang digunakan adalah ekstrak dari buah tumbuhan senduduk.

Bahan yang digunakan, yaitu: pelarut teknis yang telah didistilasi yaitu heksana, etil asetat, metanol dan akuades. Bahan yang digunakan untuk uji fitokimia yaitu pereaksi Mayer untuk identifikasi alkaloid, pereaksi Lieberman Burchard (asamasetat anhidrat dan asam sulfat pekat) untuk identifikasi triterpenoid dan steroid, sianidin test (bubuk magnesium dan asam klorida pekat) untuk identifikasi flavonoid, besi (III) klorida untuk identifikasi fenolik, ammonia, natriumhidroksida untuk

identifikasi kumarin dan akuades, kertas saring, reagen *folin-ciocalteu*, natrium karbonat, asam galat, asam askorbat, 1,1-Diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH), larva udang *Artemia salina*.

Alat yang digunakan adalah *Rotary Evaporator*, spektrofotometer UV-VIS, *microplate*, *micropipet*, botol vial, neraca analitik serta peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium.

2.2 Prosedur penelitian

Uji profil fitokimia sampel

Buah senduduk ditimbang sebanyak 2 gram, kemudian dipotong kecil, dimasukkan kedalam tabung reaksi dan ditambahkan metanol. Setelah itu ditambahkan kloroform dan air suling dengan perbandingan 1:1 dan diaduk dengan baik lalu dibiarkan sejenak hingga terbentuk dua lapisan yaitu lapisan kloroform dan lapisan air. Lapisan bawah (kloroform) digunakan untuk pemeriksaan senyawa triterpenoid dan steroid dengan metode Liebermann-Burchard. Lapisan atas (air) digunakan untuk pemeriksaan flavonoid dengan metode sianidin test, saponin dengan penambahan asam klorida dan fenolik dengan penambahan besi (III) klorida. Uji kandungan alkaloid dengan menggunakan pereaksi Meyer dan uji kumarin dengan metode kromatografi lapis tipis.

Uji aktivitas antioksidan ekstrak etil asetat

a. Pembuatan larutan DPPH

Ditimbang 4 mg DPPH kemudian dimasukkan dalam labu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan metanol sampai tanda batas sehingga didapatkan larutan DPPH 0,1 mM.

b. Pembuatan larutan uji

Larutan uji dibuat dengan cara melarutkan 10 mg ekstrak dengan metanol dalam labu ukur 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi larutan sebesar 1000 mg/L. Selanjutnya dibuat 5 variasi konsentrasi dari larutan uji dengan metode pengenceran. Variasi konsentrasi berturut-turut adalah 100, 50, 25, 12,5, dan 6,25mg/L.

c. Pembuatan larutan kontrol negatif

Kontrol negatif dibuat dengan memipet 2 mL metanol di masukkan ke dalam vial dan

ditambahkan 3 mL larutan DPPH 0,1 mM. Setelah itu dipipet masing – masing campuran sebanyak 200 μ L menggunakan pipet mikro dan dimasukkan ke dalam *micro plate 96 wall*. Dibiarkan selama 30 menit setelah penambahan DPPH 0,1mM. Pengerjaan ini dilakukan di tempat yang gelap.

d. Pengujian aktivitas antioksidan

Sebanyak 2 mL dari masing-masing variasi konsentrasi larutan uji dimasukkan ke dalam vial dan ditambahkan dengan 3 mL DPPH 0,1 mM. Masing-masing campuran dipipet 200 μ L menggunakan pipet mikro dan dimasukkan kedalam *micro plate 96 wall*. Campuran dibiarkan selama 30 menit setelah penambahan DPPH 0,1 mM. Pengerjaan ini dilakukan ditempat yang gelap. Selanjutnya diukur absorbansi dari masing-masing konsentrasi larutan uji dan kontrol negatif pada panjang gelombang 517 nm. Berdasarkan absorbansi yang didapatkan, dihitung % inhibisi dengan rumus berikut:

$$\% \text{ inhibisi} = \frac{A \text{ kontrol negatif} - A \text{ sampel}}{A \text{ kontrol negatif}} \times 100\%$$

A = Absorbansi

Uji kandungan fenolik total ekstrak

a. Pembuatan larutan standar

Larutan standar dibuat dengan melarutkan 10 mg asam galat dalam 10 mL metanol dalam labu ukur 10 mL dan didapatkan konsentrasi 1000 mg/L. Dibuat variasi konsentrasi berturut-turut adalah 80, 60, 40, 20, dan 10 mg/L. Kedalam setiap labu ukur ditambahkan 0,5 mL reagen Folin-Ciocalteu dan didiamkan selama 5 menit. Kemudian ditambahkan 1 mL larutan natrium karbonat 20% dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Campuran didiamkan selama 120 menit. Kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 765 nm. Berdasarkan nilai absorbansi yang didapatkan, dibuat kurva kalibrasi dan didapatkan persamaan regresi dari larutan standar.

b. Pembuatan larutan uji

Ditimbang 10 mg ekstrak dan dilarutkan dalam 10 mL metanol sehingga didapatkan konsentrasi sebesar 1000 mg/L. Diambil 0,5 mL dari larutan dan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL. Ke dalam labu ukur ditambahkan 0,5 mL reagen

Folin-Ciocalteu dan didiamkan selama lima menit. Kemudian ditambahkan 1 mL larutan natrium karbonat 20% dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Campuran didiamkan selama 120 menit. Selanjutnya diukur absorbannya pada panjang gelombang 765 nm. Konsentrasi fenolik total masing-masing larutan uji ditentukan dari persamaan regresi kurva larutan standar.

Uji Sitotoksitas dengan metode Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

a. Pemiakkan Larva Artemia salina

Air laut yang telah disaring selanjutnya dimasukkan kedalam wadah pembiakkan yang terdiri dari dua bagian yaitu bagian terang dan bagian gelap. Telur *Artemia salina* dimasukkan kedalam wadah pembiakkan pada bagian gelap dan dibiarkan selama 48 jam hingga terbentuk larva *Artemia salina*.

b. Pembuatan larutan uji

Uji sitotoksitas dilakukan terhadap empat sampel yang telah diperoleh yaitu ekstrak n-heksan, etil asetat, metanol dan akuades. Sebanyak 10 mg dari masing-masing sampel ditimbang dan dilarutkan hingga 10 mL dengan metanol, sehingga diperoleh konsentrasi larutan

induk 1000 mg/L. Kemudian dibuat beberapa variasi konsentrasi sampel dengan cara pengenceran bertingkat yaitu 100; 50; 25; 12,5; dan 6,25 mg/L.

c. Pengujian toksisitas larutan uji

Larutan uji yang telah disiapkan dengan variasi konsentrasi 100; 50; 25; 12,5; dan 6,25 mg/L diambil sebanyak 5 mL kemudian diuapkan pelarutnya, kemudian ditambahkan 50 µL DMSO serta 2 mL air laut. Hal yang sama juga dilakukan terhadap kontrol. Sebanyak 10 ekor larva udang yang telah ditetaskan selama 48 jam dimasukkan kedalam larutan uji dan kontrol. Setelah itu volume masing-masing larutan uji dan kontrol dicukupkan hingga 5 mL dengan air laut. Jumlah larva yang mati dihitung setiap 4 jam selama 24 jam. Data yang diperoleh digunakan untuk menghitung nilai LC_{50} menggunakan uji probit dan persamaan regresi.

III. Hasil dan Pembahasan

Profil fitokimia sampel

Uji profil fitokimia dilakukan pada bagian buah senduduk dan hasil pengujian tertera pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1. Hasil uji fitokimia

No.	Kandungan Kimia	Pereaksi	Hasil Uji				
			Sampel segar	Ekstrak			
				Akuades	Metanol	Etil asetat	Heksan
1.	Fenolik	Besi (III) klorida	+	+	+	+	-
2.	Flavonoid	Sianidin Tes (HCl/bubuk Mg)	+	+	+	+	-
3.	Saponin	HCl	-	-	-	-	-
4.	Triterpenoid	Liebermenn-Burchard	+	+	+	+	+
5.	Steroid	Liebermenn-Burchard	-	-	-	+	+
6.	Alkaloid	Meyer	-	-	-	-	+
7.	Kumarin	Natrium hidroksida 1%	-	-	-	-	-

Berdasarkan data tabel di atas, diketahui bahwa buah senduduk mengandung beberapa senyawa metabolit sekunder yaitu fenolik, flavonoid, sterois, triterpenoid dan alkaloid.

Aktivitas antioksidan dengan metoda DPPH

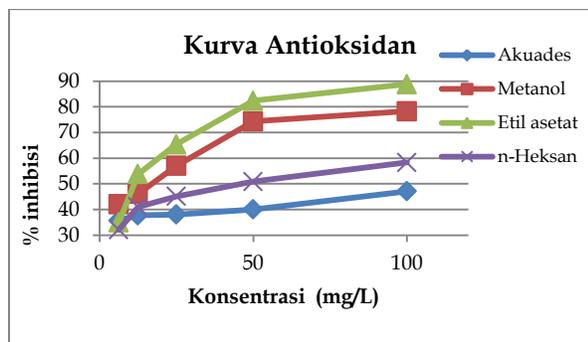
Masing-masing ekstrak diuji aktivitas antioksidannya dengan menggunakan metoda DPPH dan juga pengukuran terhadap kontrol positif yaitu asam askorbat.

Tabel 2.1 Nilai IC_{50} untuk senyawa antioksidan⁵.

No.	Nilai IC_{50} (µg/mL)	Aktivitas Antioksidan
1.	< 50	Sangat kuat

2.	51-100	Kuat
3.	101-250	Sedang
4.	250-500	Lemah

Hasil pengukuran dengan menggunakan Spektrofotometer UV-Vis pada Gambar 4.2

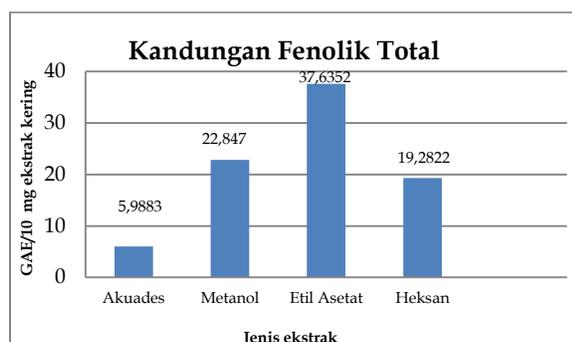


Gambar 4.2 Kurva penentuan aktivitas antioksidan dengan metoda DPPH

Berdasarkan hasil yang terdapat pada kurva, dapat disimpulkan bahwa konsentrasi berbanding lurus dengan persentase inhibisi. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi ekstrak maka sifat antioksidan dari ekstrak tersebut juga semakin besar. Ekstrak etil asetat menunjukkan nilai % inhibisi yang lebih tinggi dibanding ekstrak yang lainnya dengan nilai $R^2 = 0,772$.

Kandungan fenolik total dengan metode Folin-Ciocalteu

Hasil dari pengukuran kandungan fenolik total dicantumkan pada Gambar 4.3

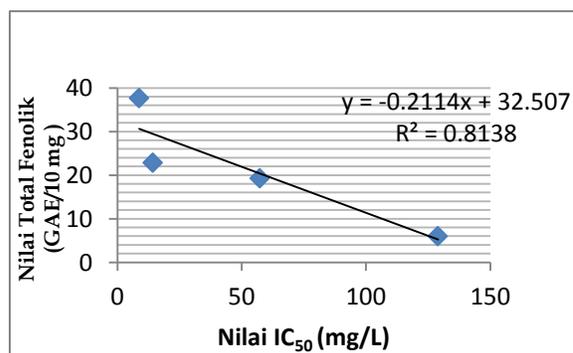


Gambar 4.3 Kandungan fenolik total dalam ekstrak buah senduduk

Berdasarkan data yang diperoleh, kandungan fenolik total dari ekstrak etil asetat paling tinggi dibandingkan dengan ekstrak lainnya. Hal ini dikarenakan aktivitas antioksidan dari ekstrak etil asetat lebih aktif dibanding ekstrak yang lainnya. Besarnya kandungan fenolik dalam suatu sampel berbanding lurus dengan tingginya aktivitas antioksidan dari sampel tersebut karena kandungan fenolik yang terdapat dalam sampel sangat berpengaruh terhadap uji aktivitas antioksidan. Semakin tinggi kandungan fenolik total dalam suatu bahan semakin tinggi pula aktivitasnya sebagai antioksidan⁶.

Hubungan Aktivitas Antioksidan dengan Kandungan Fenolik Total

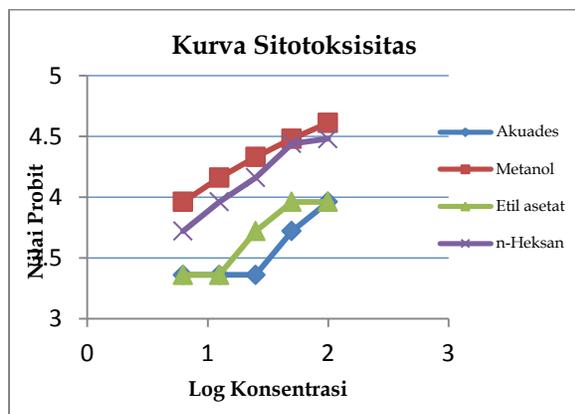
Semakin besar aktivitas antioksidannya dengan nilai IC_{50} nya kecil dalam suatu ekstrak maka kandungan fenolik total juga semakin besar, sehingga radikal bebas yang dapat dihambat oleh senyawa antioksidan juga semakin banyak. Kandungan fenolik total terbanyak terdapat pada ekstrak etil asetat dan metanol sehingga aktivitas antioksidannya semakin besar dengan nilai IC_{50} pada kedua ekstrak tersebut semakin kecil dengan $R^2 = 0,813$. Kurva dapat dilihat pada Gambar 4.4



Uji sitotoksisitas dengan metode Brine Shrimp Lethality Test

Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa konsentrasi larutan sebanding jumlah udang yang mati. Pada masing-masing ekstrak menunjukkan jumlah udang yang mati berbeda-beda. Ekstrak metanol dan heksan lebih berpotensi sebagai sitotoksik dibanding ekstrak

lainnya. Dapat dilihat dari nilai LC_{50} ekstrak lainnya.



Nilai LC_{50} menunjukkan bahwa ekstrak metanol dan heksan memiliki aktivitas sitotoksik yang tinggi dengan nilai LC_{50} 483,05,04 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($R^2 = 0,993$) dan 474,46 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ($R^2 = 0,966$). Hal ini sesuai dengan nilai LC_{50} ekstrak kecil dari 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ yang berdasarkan teori menunjukkan bahwa ekstrak ini aktif sebagai sitotoksik⁷.

IV. Kesimpulan

Ekstrak etil asetat dan metanol sangat kuat antioksidannya dengan nilai IC_{50} 8,785 dan 14,33 mg/L, sedangkan ekstrak heksan 57,51 dan ekstrak akuades sebesar 129,823 mg/L. Kandungan fenolik total yang terdapat pada ekstrak etil asetat yaitu 37,6352 mg/L, sedangkan ekstrak metanol 22,847 mg/L, ekstrak heksan 19,2822 mg/L dan ekstrak akuades 5,9883 mg/L. Besarnya aktivitas antioksidan dalam suatu sampel berbanding lurus dengan tingginyakandungan fenolik. Aktivitas sitotoksik ditunjukkan oleh ekstrak metanol dan heksandengan nilai LC_{50} yaitu 485,143mg/L ($R^2 = 0,993$) dan 474,46 mg/L ($R^2 = 0,966$), sedangkan etil asetat 4214,926 mg/L dan akuades 15666,789 mg/L.

V. Ucapan Terima Kasih

Terima kasih penulis sampaikan kepada analis laboratorium Kimia Organik Bahan Alam.

Referensi

1. Roslen, Nurfariza Ahmad.; Alewi ,Nur Aizura Mat.; Ahamada, Hadji.; dan Rasad ,Mohammad Syaiful Bahari Abdull.: Cytotoxicity screening of *Melastoma malabathricum* extracts on human breast cancer cell lines *in vitro*. *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine* 2014, 4(7), 545-548.
2. Sirat HM, Susanti D, Ahmad F, Takayama H, Kitajima M. Amides, triterpene and flavonoids from the leaves of *Melastoma malabathricum* L. *J Nat Med* 2010, 64(4): 492-495.
3. Trease, G.E.; Evans, W.C.: *Pharmacognosy*, ELBS. Low Priced Edition Oxford 1989, hal 419-420.
4. Anief, M. 1997. *Formulasi Obat Topikal Dengan Dasar Penyakit Kulit*. Yogyakarta: Gajah Mada University Press. Hal 1-4, 30.
5. Badarinath A, Rao K, Chetty CS, Ramkanth S, Rajan T, & Gnanaprakash K. A Review on In-vitro Antioxidant Methods : Comparisons, Correlations, and Considerations. *International Journal of PharmTech Research*, 2010: 1276-1285.
6. Abdille, M, H *et,al*: Antioxidant activity of the extract from *Dilenia indica* fruits, *Food Chemsitry* 2005, 90, 891-896.
7. Arifuddin, M, Uji Toksisitas Akut Ekstrak Metanol Daun Laban Abang (*Aglaia elliptica* BLUME) Terhadap Larva Udang (*Artemia salina* LEACH) dengan Metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT), *Skripsi*, Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan, UIN Syarif Hidayatullah, Jakarta, 2014.

ISOLASI SENYAWA TRITERPENOID DAN UJI SITOTOKSISITAS DARI EKSTRAK N-HEKSANA KULIT BATANG JARAK KEPYAR (*Ricinus communis* L.)

Hasnirwan*, Afrizal, Tri sariyanto

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: hasnirwan@fmipa.unand.ac.id
Jurusan Kimia FMIPA, Kampus Limau Manis, 25163

Abstrak: Isolasi senyawa triterpenoid dari ekstrak n-heksana kulit batang jarak kepyar (*Ricinus communis* L.) telah dilakukan. Isolasi dilakukan dengan metode kromatografi kolom menggunakan silika gel sebagai fasa diam, kemudian n-heksana dan etil asetat sebagai fasa gerak dengan metode SGP (*Step Gradient Polarity*). Hasil isolasi berwujud padat berwarna putih dan memberikan noda tunggal berwarna ungu pada plat kromatografi lapis tipis dengan pereaksi H_2SO_4 2 N dan pereaksi Liebermann-Burchard. Karakterisasi senyawa hasil isolasi secara kimia menggunakan metode spektroskopi. Berdasarkan spektrum UV menunjukkan adanya ikatan rangkap pada λ_{max} 204,80 nm dan spektrum IR menunjukkan adanya serapan C-H alifatis $2928,88\text{ cm}^{-1}$, C=O pada $1894,26\text{ cm}^{-1}$, C-O pada $1232,83\text{ cm}^{-1}$, pada bilangan gelombang $1686,67\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya gugus C=C, dan pada 1373 cm^{-1} menunjukkan gugus geminal dimetil yang menandakan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa triterpenoid. Uji sitotoksitas dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT), hasilnya menunjukkan bahwa ekstrak n-heksana tidak mempunyai sifat sitotoksitas dengan LC_{50} yaitu $1.423,31\text{ mg/L}$ dan senyawa isolat mempunyai sifat sitotoksitas dengan nilai LC_{50} yaitu $813,20\text{ mg/L}$.

Kata kunci : *Ricinus communis* L., triterpenoid, uji sitotoksitas.

1. Pendahuluan

Jarak kepyar (*Ricinus communis* L.) merupakan salah satu tanaman yang digunakan sebagai obat. Bagian yang umum digunakan adalah bagian daun dalam bentuk segar kemudian dikeringkan. Jarak kepyar merupakan tanaman yang tumbuh subur di daerah tropis [1]. Tanaman jarak kepyar bermanfaat sebagai antiradang, pencahar (*purgative actions*), koreksi prolapse, antineoplastik (antikanker) dan menghilangkan racun. Akarnya bersifat antirematik dan menenangkan [2].

Tanaman ini masih sedikit diteliti pada bagian kulit batang yang memiliki cukup banyak senyawa metabolit sekunder yang memiliki aktifitas biologis [3]. Maka dari itu dilakukan pengujian awal antikanker terhadap senyawa aktif yang terkandung dalam tumbuhan dengan uji sitotoksitas dengan metode yang digunakan yaitu *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Beberapa kelebihan dengan menggunakan metode BSLT adalah cepat waktu ujiannya, sederhana (tanpa teknik aseptik), murah, jumlah organisme banyak [4]. Metode pengujian ini didasarkan pada senyawa aktif dari tumbuhan yang bersifat toksik dan mampu

membunuh larva *Artemia Salina Leach* [5]. Sifat sitotoksik dapat diketahui berdasarkan jumlah kematian larva pada konsentrasi tertentu. Suatu senyawa metabolit sekunder dikatakan aktif terhadap uji sitotoksik jika memiliki nilai LC_{50} (Konsentrasi yang mampu membunuh 50% larva udang) kurang dari $1000\text{ }\mu\text{g/mL}$ setelah waktu kontak 24 jam [6].

Salah satu senyawa metabolit sekunder yang cukup banyak terkandung di dalam tanaman dan memiliki sifat sitotoksik adalah senyawa triterpenoid. Triterpenoid adalah senyawa metabolit sekunder turunan terpenoid yang kerangka karbonnya berasal dari enam satuan isoprena (2-metilbuta-1,3-diene) yaitu kerangka karbon yang dibangun oleh enam satuan C5 dan diturunkan dari hidrokarbon C30 asiklik, yaitu skualena. Senyawa ini berbentuk siklik atau asiklik dan sering memiliki gugus alkohol, aldehida, atau asam karboksilat [7]. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi senyawa triterpenoid dari ekstrak n-heksana kulit batang jarak kepyar dan uji sitotoksitasnya.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat

Alat yang digunakan adalah alat gerinda, neraca analitik, seperangkat alat distilasi, Rotary Evaporator Heidolph WB 2000, lampu UV $\lambda = 254$ dan 365 nm, oven, kertas saring, aluminium foil, chamber besar untuk KLT (Kromatografi Lapis Tipis) preparatif, plat KLT, kolom kromatografi, Fisher melting point apparatus, spektrofotometer UV-1700 Series (Shimadzu), spektroskopi inframerah (IR) (Perkin Elmer 1600 series), peralatan gelas yang umum digunakan dalam laboratorium, serta peralatan yang digunakan untuk metode "BSLT" seperti wadah pembiakan larva, pipet mikro, dan vial.

2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah n-heksana (Brataco), etil asetat (Brataco) dan metanol (Brataco), silika gel 60 (0,063-0,200 mm/ Merck), pereaksi Mayer, asam klorida pa (Merck) dan bubuk magnesium (Merck) dan besi (III) klorida (Merck), asam sulfat pekat (Merck), akuades, anhidrida asetat (Merck), plat kromatografi lapis tipis F₂₅₄. Kertas saring, asam asetat 15 % (Merck), asam asetat 98% (Merck), n-butanol (Merck), kloroform (Merck), ammoniak (Merck), asam borat (Merck), asam sitrat (Merck), natrium hidroksida 2% (Merck), telur udang *Artemia salina*, air laut, dan dimetilsulfoksida (DMSO) (Merck).

2.3 Uji profil fitokimia senyawa triterpenoid

Sampel segar sebanyak 2 g dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian diekstrak dengan metanol yang telah dipanaskan diatas nyala spiritus selama 5 menit. Kemudian disaring dalam keadaan panas ke dalam tabung reaksi lain dan ditambahkan kloroform dan akuades dengan perbandingan 1:1 masing-masingnya sebanyak 5 mL, kocok dengan baik, kemudian biarkan sejenak hingga terbentuk dua lapisan kloroform-air. Dari lapisan kloroform diambil 2 mL dan dimasukkan ke dalam tiga lubang plat tetes masing-masing tiga tetes, biarkan hingga kering, kemudian dalam satu lubang plat tetes ditambahkan dua tetes asam sulfat pekat, ke dalam lubang plat tetes lainnya ditambahkan setetes anhidrida asetat dan setetes asam sulfat pekat. Terbentuknya warna hijau menandakan adanya steroid, sedangkan bila terbentuknya warna cincin merah atau ungu menandakan adanya triterpenoid.

2.4 Isolasi senyawa triterpenoid

2.4.1 Maserasi kulit batang jarak kepyar

Sebanyak 700 g sampel jarak kepyar yang sudah halus dimaserasi dengan n-heksana lebih kurang 1,5 L satu kali maserasi. Setelah dimaserasi selama 2 hari, dilakukan penyaringan terhadap sampel. Hal seperti ini dilakukan berulang-ulang sampai filtrat hasil maserasi mengalami perubahan warna menjadi tidak berwarna lagi. Kemudian dilanjutkan dengan proses penguapan pelarut dengan rotary evaporator sampai diperoleh ekstrak kental.

2.4.2 Uji Kromatografi lapis tipis ekstrak kental

Sebelum dilakukan kromatografi kolom, ekstrak kental n-heksana di KLT terlebih dahulu menggunakan perbandingan eluen tertentu untuk menentukan pelarut yang tepat digunakan dalam pemisahan. Dengan menggunakan KLT ini dapat terlihat sistem pemisahan nantinya menggunakan sistem SGP atau isokratik.

2.4.3 Kromatografi kolom

Kolom yang telah bersih dipasang dengan posisi vertikal pada standar dan kran ditutup. Sepertiga kolom diisi dengan pelarut n-heksana dan bagian bawah kolom dialas dengan kapas. Sebanyak 150 g silika gel yang telah dibuburkan dengan n-heksana lalu dimasukkan ke dalam kolom sedikit demi sedikit dengan keadaan kran kolom terbuka dengan tujuan untuk menghilangkan kemungkinan adanya gelembung udara pada kolom yang akan mengganggu proses pemisahan. Fase diam dihomogenkan dengan mengelusi secara berulang-ulang dengan n-heksana. Sampel yang akan dikolom dipreabsorpsi terlebih dahulu dengan mencampurkan ekstrak kental dengan silika (1:1) sampai homogen hingga saat dimasukkan ke kolom sudah dalam bentuk bubuk.

Selanjutnya kromatografi kolom menggunakan sistem eluen SGP dimulai dari pelarut yang non polar hingga polar yaitu heksan 100% dan etil asetat 100% dengan peningkatan kepolaran 0,5. Hasil elusi dari kolom ditampung dengan vial yang kemudian di KLT kembali untuk mengetahui pola pemisahan nodanya. Noda dan nilai R_f yang sama dari hasil elusi digabung sehingga didapatkan beberapa fraksi. Dari fraksi tersebut dilakukan pemisahan senyawa dengan cara rekromatografi kolom. Kemudian dilakukan pemurnian untuk mendapatkan senyawa murni.

2.5 Uji kemurnian dan karakterisasi

2.5.1 Uji kromatografi lapis tipis

Senyawa hasil isolasi dilarutkan dengan pelarut yang sesuai dan ditotolkan pada plat KLT dan dielusi dengan beberapa perbandingan eluen. Hasil elusi dilihat dengan menggunakan pengungkap noda lampu UV λ 254 nm dan λ 365 nm. Untuk senyawa murni akan memberikan bercak noda tunggal meskipun digunakan eluen dengan kepolaran yang berbeda.

2.5.2 Identifikasi golongan senyawa

Identifikasi golongan senyawa dilakukan sebagai uji lanjutan untuk mengetahui golongan senyawa yang diisolasi. Uji golongan senyawa dilakukan dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan menggunakan lampu UV λ 254 dan λ 365 nm sebagai pengungkap noda dan pereaksi Liebermann-Burchard.

2.5.3 Karakterisasi

Senyawa hasil isolasi dikarakterisasi dengan spektrofotometer UV dan IR dimana masing-masing spektrum yang didapatkan dianalisa sehingga didapatkan informasi ikatan rangkap dan gugus fungsi.

2.6 Uji sitotoksitas dengan metode "Brine Shrimp Lethality Test"

2.6.1 Pembenuhan udang

Hewan uji yang digunakan adalah larva udang *Artemia salina* Leach. Larva didapatkan dengan menetas telur udang selama 48 jam dalam wadah pembiakan. Wadah pembiakan terdiri atas dua bagian yang saling terhubung, dimana terdapat bagian terang dan bagian gelap. Wadah kemudian diisi dengan air laut dan telur udang yang akan ditetaskan ke dalam wadah bagian gelap. Setelah menetas larva akan berenang menuju bagian terang wadah.

2.6.2 Uji sitotoksitas

Uji sitotoksitas ini dilakukan terhadap ekstrak n-heksana dan senyawa hasil isolasi. Sebanyak 20 vial uji disiapkan untuk masing-masing ekstrak dan senyawa hasil isolasi dan 2 vial untuk larutan kontrol. Vial yang digunakan terlebih dahulu dikalibrasi pada volume 5 mL. Sebanyak 10 mg sampel diencerkan dalam labu ukur 10 mL kemudian dilarutkan dengan metanol sampai tanda batas dan didapatkan larutan induk 1000 mg/L. Dari larutan induk dilakukan pengenceran bertingkat untuk mendapatkan 5 variasi konsentrasi yaitu 500; 250; 125; 62,5; 31,25 mg/L yang masing-

masingnya dimasukkan ke dalam vial sebanyak 5 mL dan dilakukan duplo. Larutan sampel tersebut diuapkan, setelah kering ditambah 50 μ L dimetil sulfoksida dan dicukupkan 5 mL dengan air laut. Untuk larutan kontrol hanya berisi 50 μ L dimetil sulfoksida dan air laut. Setelah itu, ke dalam masing-masing vial dimasukkan 10 ekor larva udang.

Terhitung dari larva udang dimasukkan ke dalam masing-masing vial, setiap jam ke 4, jam ke 8, jam ke 12, jam ke 16, jam ke 20 dan jam ke 24 diamati jumlah kematian larva udang. Jumlah larva yang mati dihitung setelah 24 jam. LC_{50} dihitung dengan hubungan nilai logaritma konsentrasi bahan toksik uji dan nilai Probit dari persentase mortalitas hewan uji merupakan fungsi linear $Y = a + bX$.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Uji profil fitokimia senyawa triterpenoid

Hasil uji fitokimia sampel kulit batang jarak kepyar menunjukkan bahwa kulit batang jarak kepyar mengandung senyawa triterpenoid. Hal ini dibuktikan dengan adanya cincin berwarna ungu setelah ditambahkan setetes anhidrida asetat dan setetes asam sulfat pekat pada lubang plat tetes. Hasil ini sesuai dengan artikel yang ditulis oleh Ribeiro dan kawan-kawan yang menyatakan bahwa tanaman jarak kepyar mengandung senyawa alkaloid, flavonoid, kumarin, triterpenoid dan steroid [8].

3.2 Isolasi senyawa triterpenoid

3.2.1 Maserasi kulit batang jarak kepyar

Metode ekstraksi yang digunakan pada penelitian ini adalah maserasi. Dibandingkan dengan metode lain yang menggunakan proses pemanasan seperti sokletasi, metode maserasi lebih banyak dipilih karena tidak menggunakan proses pemanasan karena senyawa metabolit sekunder mudah rusak dengan adanya proses pemanasan tersebut. Sebanyak 700 g sampel jarak kepyar yang sudah halus dimaserasi dengan pelarut n-heksana dan hasil ekstraksi diperoleh ekstrak pekat sebanyak 6,33 g. Maka diperoleh persen ekstrak n-heksana dari kulit batang jarak kepyar sebesar 0,904%.

3.2.2 Uji Kromatografi lapis tipis ekstrak kental

Ekstrak n-heksana yang didapatkan terlebih dahulu di uji kromatografi lapis tipis, ini bertujuan untuk mengetahui pola pemisahan senyawa yang terdapat didalamnya. Berdasarkan pola pemisahan noda dari ekstrak n-heksana pada plat KLT yang dilihat pada

lampu UV 254 nm dan 365 nm didapatkan bahwa proses kromatografi kolom lebih tepat menggunakan sistem elusi bergradien karena terdapat banyak noda yang tidak terpisah dengan baik.

3.2.3 Kromatografi kolom

Hasil pemisahan dengan kromatografi kolom ditampung dalam 144 vial. Setelah dilakukan kromatografi kolom, untuk melihat pola noda dari hasil kromatografi tersebut dilakukan KLT sehingga diperoleh beberapa fraksi yang memiliki noda dan Rf yang sama, selanjutnya berdasarkan nilai Rf dan pola noda yang sama tersebut digabungkan yang menghasilkan 5 fraksi yaitu fraksi A - fraksi E. Fraksi B memberikan noda berwarna ungu dan hijau setelah ditambahkan H₂SO₄ 2 N pada plat KLT tersebut. Ini menunjukkan bahwa fraksi B mengandung senyawa triterpenoid. Untuk pemisahan selanjutnya dilakukan kromatografi kolom dengan silika gel sebagai fasa diam dan dielusikan dengan perbandingan eluen n-heksana : etil asetat.

3.2.4 Rekromatografi kolom fraksi B

Sebanyak 2 g fraksi B direkromatografi kolom dengan fasa diam silika gel sebanyak 40 g dan fasa gerak sebanyak 2,1 L dengan perbandingan eluen (n-heksana : etil asetat). Hasil pemisahan ditampung dalam 154 vial. Setiap vial dimonitor dengan KLT menggunakan interval kelipatan lima dan digabungkan berdasarkan pola, warna dan Rf noda yang sama. Pada vial 4-8 memberikan noda berwarna ungu setelah ditambahkan pereaksi Liebermann-Burchard pada plat KLT yang menunjukkan adanya senyawa triterpenoid. Kemudian digabungkan dan di uapkan sehingga didapatkan berupa padatan berwarna putih.

Padatan berwarna putih dibilas berkali dengan n-heksana untuk membersihkan dari pengotor sehingga diperoleh senyawa triterpenoid yang larut dalam pelarut n-heksana. Larutan ini dimonitoring dengan plat KLT dengan penampak noda lampu UV 254 nm, 365 nm. Hasil monitoring dengan plat KLT tidak menghasilkan noda, setelah ditotolkan dengan pereaksi Liebermann-Burchard dan dipanaskan menghasilkan noda berwarna ungu. Ini membuktikan bahwa noda ungu tersebut (Rf 0,48) merupakan senyawa triterpenoid.

3.3 Uji kemurnian dan karakterisasi

3.3.1 Uji kromatografi lapis tipis

Uji ini dilakukan untuk membuktikan bahwa senyawa telah murni, senyawa hasil isolasi dielusikan dengan beberapa perbandingan eluen dan penambahan penampak noda dapat dilihat pada Tabel 1.

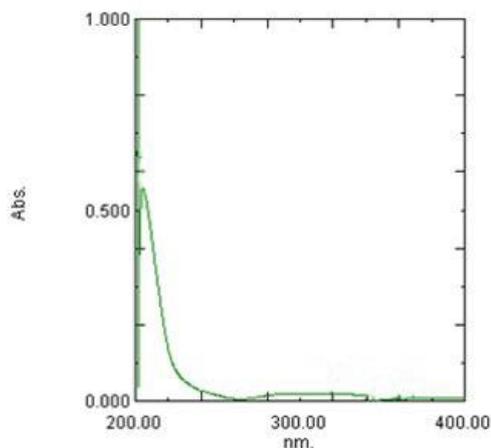
Pada Uji KLT, penambahan pereaksi Liebermann-Burchard menunjukkan noda tunggal dan berwarna ungu. Ini menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi tersebut adalah senyawa triterpenoid. Dilihat dari nilai Rf senyawa hasil isolasi yang dielusikan dengan berbagai perbandingan eluen menunjukkan noda tunggal. Hal ini mengindikasikan bahwa senyawa hasil isolasi tersebut telah murni, dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. KLT senyawa hasil isolasi

3.3.2 Spektroskopi UV

Karakterisasi senyawa hasil isolasi dilakukan dengan menggunakan spektrofotometer UV-1700 Series. Sehingga spektrum UV dapat mengindikasikan senyawa yang mengandung ikatan rangkap terkonjugasi, senyawa aromatik, gugus kromofor dan ausokrom. Bentuk spektrum UV senyawa hasil isolasi dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2. Spektrum UV senyawa hasil isolasi

Berdasarkan pita serapan maksimum yang diperoleh dari spektrum UV mengindikasikan adanya serapan maksimum pada $\lambda_{\max} = 204,80$ nm. Serapan maksimum pada spektrum UV tersebut menandakan adanya eksitasi elektron dari π ke π^* , dimana eksitasi elektron ini menandakan adanya ikatan rangkap pada

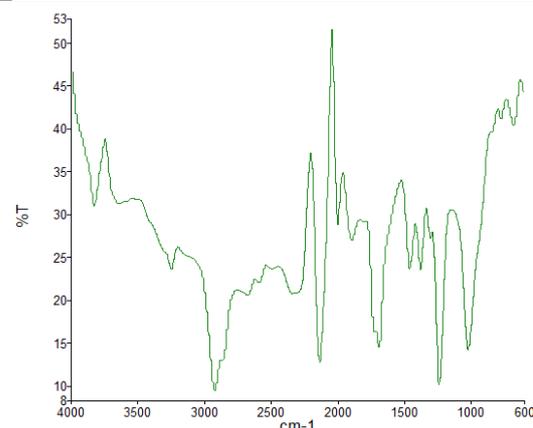
senyawa. Pada serapan ini juga terlihat bahwa pada senyawa hasil isolasi tidak ada ikatan rangkap berkonjugasi walaupun memiliki ikatan rangkap.

Tabel 1. Hasil uji kemurnian senyawa dengan beberapa perbandingan eluen dan penampak noda

No.	Perbandingan Eluen		Penampak Noda	Hasil	Rf
	n-Heksana	Etil Asetat			
1.	9	1	Lampu UV 254 nm	Tidak ada noda	Tidak ada
2.	9	1	Lampu UV 365 nm	Tidak ada noda	Tidak ada
3.	9	1	Liebermann-Burchard	1 noda, ungu	0,48
4.	7	3	Liebermann-Burchard	1 noda, ungu	0,54
5.	6	4	Liebermann-Burchard	1 noda, ungu	0,62
6.	9	1	H ₂ SO ₄ 2 N	1 noda, ungu	0,31
7.	7	3	H ₂ SO ₄ 2 N	1 noda, ungu	0,44
8.	6	4	H ₂ SO ₄ 2 N	1 noda, ungu	0,60

3.3.3 Spektroskopi IR

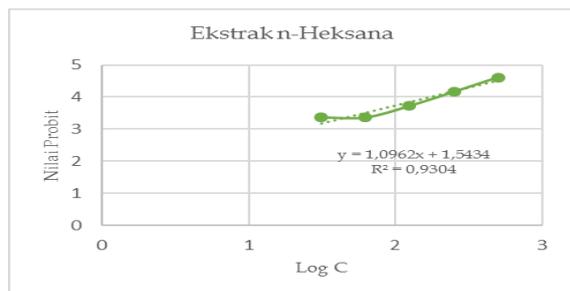
Karakterisasi senyawa hasil isolasi dilakukan dengan spektroskopi IR memperlihatkan beberapa serapan yang terlihat pada Gambar 3. Spektrum inframerah senyawa hasil isolasi semakin mendukung senyawa hasil isolasi merupakan senyawa triterpenoid dengan memberikan indikasi beberapa pita serapan, yaitu pada bilangan gelombang 2928,88 cm⁻¹ menunjukkan pita serapan C-H alifatik, dan spektrum yang mengindikasikan adanya C=O *stretching* pada bilangan gelombang 1894,83 cm⁻¹, pita serapan pada bilangan gelombang 1686,67 cm⁻¹ mengindikasikan adanya gugus C=C, pita serapan 1232,83 menunjukkan serapan C-O yang kemungkinan terdapat pada ester dan anhidrida, kemudian pada bilangan gelombang 1373 cm⁻¹ merupakan serapan dari geminal dimetil yang merupakan ciri khas senyawa triterpenoid yang mendukung data spektroskopi ultra violet.



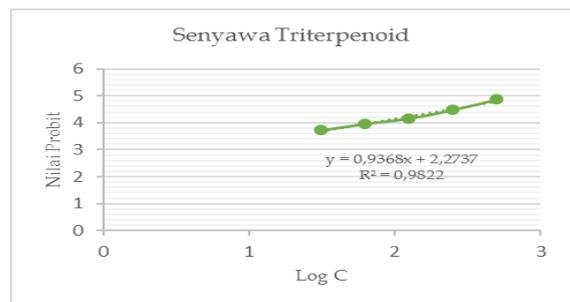
Gambar 3. Spektrum inframerah senyawa hasil isolasi pada plat KBr

3.4 Uji sitotoksitas dengan metode "Brine Shrimp Lethality Test"

Pengujian aktifitas sitotoksitas dilakukan terhadap ekstrak n-heksana dan senyawa triterpenoid. Persen kematian larva udang dikonversi menjadi nilai probit. Hasil perhitungan aktifitas sitotoksitas ini berupa nilai LC₅₀. Grafik sitotoksitas ekstrak n-heksana dan senyawa triterpenoid dapat dilihat pada Gambar 4 (a) dan (b).



(a)



(b)

Gambar 4. Grafik sitotoksitas (a) ekstrak n-heksana dan (b) senyawa triterpenoid

Menentukan nilai LC_{50} dari masing-masing ekstrak n-heksana dan senyawa triterpenoid dengan menggunakan kurva regresi antara log konsentrasi (X) dan nilai probit (Y). Hasil regresi dan LC_{50} dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil LC_{50} ekstrak n-heksana dan senyawa triterpenoid

No.	Sampel	LC_{50} (mg/L)
1.	Ekstrak n-heksana	1.423,31
2.	Senyawa triterpenoid	813,20

Berdasarkan Tabel 2 dapat dilihat bahwa ekstrak n-heksana memiliki daya aktif sitotoksik yang sangat lemah terhadap hewan uji *Artemia salina* karena memiliki nilai LC_{50} lebih dari 1000 mg/L. Sedangkan senyawa triterpenoid memiliki nilai LC_{50} kecil dari 1000 mg/L. Suatu senyawa metabolit sekunder dapat dikatakan aktif terhadap uji sitotoksik jika nilai LC_{50} kecil dari 1000 mg/L, sehingga dapat dikatakan bahwa ekstrak n-heksana tidak aktif terhadap uji sitotoksik dan senyawa triterpenoid aktif terhadap uji sitotoksik.

IV. Kesimpulan

Senyawa hasil isolasi dari ekstrak n-heksana kulit batang jarak kepyar adalah golongan triterpenoid yang berwujud padat dan berwarna putih. Berdasarkan spektrum UV senyawa ini menunjukkan adanya ikatan rangkap dan spektrum IR menunjukkan adanya gugus C=C, C-O dan C=O. Hasil uji sitotoksik menunjukkan

ekstrak n-heksana dari kulit batang jarak kepyar tidak aktif sebagai zat sitotoksik dengan nilai LC_{50} sebesar 1.423,31 mg/L sedangkan senyawa triterpenoid hasil isolasi ini aktif terhadap uji sitotoksik dengan tingkat toksik yang lemah dengan nilai LC_{50} sebesar 813,20 mg/L.

V. Ucapan Terima Kasih

Terima kasih penulis sampaikan kepada analis laboratorium Kimia Organik Bahan Alam.

Referensi

- [1] Utami, W. Wira., Akсар, Roskiana, Ahmad., Abd. Malik, uji aktivitas larvasida ekstrak daun jarak kepyar (*Ricinus communis* L.) terhadap larva nyamuk *Aedes aegypti*, *Jurnal Fitofarmaka Indonesia*, 2014, 141-145.
- [2] Agromedia, Redaksi, Buku Pintar Tanaman Obat, PT. Agromedia Pustaka, 2008, 92-93.
- [3] Widiyati, Eni, Penentuan adanya senyawa triterpenoid dan uji aktivitas biologis pada beberapa spesies tanaman obat tradisional masyarakat pedesaan Bengkulu, *Jurnal Gradien*, 2006, 116-122.
- [4] Inayah, Nurul., Rachmawati Ningsih., Tri Kustono Adi, Uji toksisitas dan identifikasi awal golongan senyawa aktif ekstrak etanol dan n-heksana teripang pasir (*Holothuria scabra*) kering pantai kenjeran Surabaya, *Alchemy*, 2012, 92-100.
- [5] Sukandar, Dede., Sandra, Hermanto., dan Emi, Lestari, Uji potensi aktivitas anti kanker ekstrak daun pandan wangi (*Pandanus amaryllifolius* Roxb.) dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT), *Jurnal kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Syarif Hidayatullah Jakarta*, 2009, 32-38.
- [6] Ilavarasan, Raju., Moni, Mallika., Subramanian, Venkataraman, Anti-inflammatory and free radical scavenging activity of *Ricinus communis* root extract, *Journal of Ethnopharmacology*, 2006, 478-480.
- [7] Balafif, Ragaya, Abd. R., Yayuk, Andayani., dan Erin, Ryantin, Gunawan, Analisis senyawa triterpenoid dari hasil fraksinasi ekstrak air buah buncis (*Phaseolus vulgaris* Linn), *Chem. Prog*, 2013, 56-61.
- [8] Ribeiro, R. Paulo., Renato D. de Castro., Luzimar G. Fernandez, Chemical constituents of the oilseed crop *Ricinus communis* and their pharmacological activities: A review, *Journal Industrial Crops and Products*, 2016, 358-376.