

JURNAL KIMIA UNAND

ISSN No. 2303-3401

Volume 6 Nomor 3

Agustus, 2017

*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. UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN KANDUNGAN FENOLIK TOTAL BERBAGAI FRAKSI DARI EKSTRAK METANOL KULIT BUAH MELINJO (<i>Gnetum gnemon</i> L.) Andi Yuri Saputra, Bustanul Arifin, Hasnirwan	1-7
2. PEMANFAATAN GAS HASIL PEMBAKARAN BATU BARA UNTUK PEMBUATAN GIPSUM Admin Alif, Olly Norita Tetra, Hanna Safitri*	8-13
3. EKSTRAK KULIT JERUK SIAM (<i>Citrus microcrpa</i> Linn) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA DALAM MEDIUM ASAM KLOORIDA Maiyeni, Yeni Stiadi, Emriadi	14-19
4. PENGARUH PENAMBAHAN PUPUK KOMERSIAL PADA <i>Bold's Basal Medium</i> (BBM) TERHADAP PERTUMBUHAN <i>Spirulina platensis</i> DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN Zulkarnain Chaidir, Elida Mardiah, Nur Fadillah Pulungan*	20-26
5. EKSTRAK KULIT BUAH KUINI (<i>Mangifera odorata</i> Griff) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA DALAM MEDIUM ASAM KLOORIDA Randa Kurniawan, Yeni Stiadi, Emriadi	27-32
6. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID DARI KULIT BATANG JARAK KEPYAR (<i>Ricinus communis</i> L.) SERTA UJI SITOTOKSISITAS Hasnirwan, Bustanul Arifin, Tiara Dianita	33-39
7. PENJERNIHAN AIR GAMBUT DENGAN HIDROKSIAPATIT YANG DISINTESIS DARI LIMBAH CANGKANG LANGKITANG (<i>Faunus Ater</i>) Matlal Fajri Alif, Syukri Arief, Yunita	40-44
8. MEMPELAJARI CARA PENENTUAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN FLAVONOID DAN FISEIN TERSUBSTITUSI GUGUS PENARIK ELEKTRON DAN GUGUS PENOLAK ELEKTRON	45-50

**BERDASARKAN METODE SEMIEMPIRIS *AUSTIN*
MODEL 1 (AM1)**

Yani Meutia Hanifa, Emdeniz, Imelda

UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN KANDUNGAN FENOLIK TOTAL BERBAGAI FRAKSI DARI EKSTRAK METANOL KULIT BUAH MELINJO (*Gnetum gnemon* L.)

Andi Yuri Saputra*, Bustanul Arifin, Hasnirwan

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

*E-mail: andiyurisaputra@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Melinjo (*Gnetum gnemon* L.) is proved to have activity as an antioxidant based on previous research. Almost all parts of melinjo tree can be utilized, especially the fruit and leaves which can be used as food. The research steps begin with extraction and fractionation. Melinjo fruit rind extraction was done by maceration method using methanol. Then the methanol extract was fractionated using n-hexane, ethyl acetate, and n-butanol. Each fraction was tested for bioactivity ie antioxidant, and determination of total phenolic content. The fraction of ethyl acetate is classified as active antioxidant with IC_{50} value 98,81 mg/L while the fraction of n-butanol, methanol and n-hexane are moderately antioxidant with IC_{50} 146,56 mg/L, 210,86 mg/L and 229,24 mg/L respectively. The highest total phenolic content of the melinjo fruit rind is in the ethyl acetate fraction which value is 20,91 mg GAE/10 mg dry fraction. While n-butanol, methanol and n-hexane fractions are 18,03 mg GAE/10 mg dry fraction, 13,94 mg GAE/10 mg dry fraction, and 1,81 mg GAE/10 mg dry fraction respectively.

Keyword : *Gnetum gnemon* L., antioxidant, total phenolic contents

I. Pendahuluan

Pesatnya perkembangan berbagai industri dan teknologi menyebabkan terjadinya radikal bebas. Radikal bebas adalah senyawa kimia yang mempunyai satu atau lebih elektron yang tidak berpasangan dan bersifat reaktif dengan sel-sel di dalam tubuh yang dapat mengakibatkan kerusakan pada lemak, protein, serta DNA. Adanya kerusakan tersebut dapat mengakibatkan berbagai penyakit. Enzim, protein dan metabolit sekunder yang dihasilkan oleh tanaman dapat menetralkan radikal bebas[1].

Melinjo (*Gnetum gnemon* L.) merupakan tanaman, dari hasil penelitian sebelumnya terbukti memiliki aktivitas sebagai antioksidan. Melinjo merupakan tanaman yang banyak terdapat di daerah Asia Tenggara termasuk Indonesia. Berdasarkan data BPS (Badan Pusat Statistik) tahun 2013, rata-rata produksi melinjo di Indonesia pada tahun 2003 hingga 2013 adalah 220.086 ton. Oleh masyarakat Indonesia, hampir semua bagian pohon melinjo dapat dimanfaatkan, terutama bagian buah dan daunnya digunakan sebagai bahan makanan[2].

Melinjo telah banyak diteliti, terutama terkait kandungan komponen bioaktifnya. Melinjo memiliki banyak manfaat untuk kesehatan, seperti menurunkan gula darah, mencegah kanker, bersifat antioksidan, bergizi tinggi, dan menghambat proses penuaan. Resveratrol adalah salah satu komponen bioaktif melinjo yang diketahui dapat menghambat penuaan. Biji melinjo mengandung 9-11% protein, 16,4% lemak, 58% pati, flavonoid, dan resveratrol (polifenol)[3]. Pada biji melinjo terkandung senyawa polifenol (flavonoid, dan tanin), senyawa *gnemonoside* yang merupakan salah satu golongan stilbenoi. Selain itu, terkandung pula senyawa antioksidan yang dapat menangkal radikal bebas[4].

Biji melinjo biasa digunakan sebagai bahan dasar pembuatan emping dan bahan tambahan dalam sayur. Pemanfaatan biji melinjo menyisakan kulit buah melinjo yang belum dimanfaatkan secara sempurna dan dibuang sebagai limbah. Kulit buah melinjo dimanfaatkan dalam bentuk basah atau segar, diolah menjadi sayuran atau digoreng menjadi kripik[5].

Kulit melinjo mengandung asam askorbat, tokoferol, dan polifenol memiliki aktivitas sebagai antioksidan. Proses perebusan meningkatkan aktivitas antioksidannya. Belum banyak penelitian mengenai kandungan senyawa polifenol dan potensi antioksidan pada kulit buah melinjo. Oleh karena itu, berdasarkan literatur maka perlu dilakukan penelitian hasil uji aktivitas antioksidan dan fenolik total berbagai fraksi dari ekstrak metanol kulit buah melinjo.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan untuk uji fitokimia, ekstraksi dan fraksinasi adalah alat distilasi, alat maserasi, corong pisah, *rotary evaporator* (Betracher Lamag®), lampu UV ($\lambda = 254$ nm dan 365 nm), dan plat KLT (silika gel 60 F₂₅₄). Peralatan yang digunakan untuk uji aktivitas antioksidan dan uji fenolik total adalah peralatan gelas dan Spektrometer UV-Vis.

Bahan yang digunakan adalah n-heksana (C₆H₁₄) teknis, etil asetat (C₄H₈O₂) teknis, metanol (CH₃OH) teknis, n-butanol (C₄H₉OH) teknis, 2,2-difenil-1-pikrilhidrazil (DPPH) (C₁₈H₁₂N₅O₆), asam askorbat (C₆H₈O₆), asam galat (C₇H₆O₅), reagen Folin-Ciocalteu, natrium karbonat (Na₂CO₃).

2.2 Prosedur penelitian

2.2.1 Persiapan dan Identifikasi Sampel Kulit Buah Melinjo

Kulit buah melinjo diperoleh dari Kebun Fakultas Pertanian Universitas Andalas, Padang. Selanjutnya sampel daun diidentifikasi di Herbarium Jurusan Biologi Universitas Andalas. Sampel daun melinjo diekstrak dalam keadaan kering yang sudah dikering anginkan.

2.2.2 Pengujian Fitokimia Sampel Kulit Buah Melinjo

Sampel kulit buah melinjo ditimbang sebanyak 5 gram, kemudian dipotong kecil, dimasukkan ke tabung reaksi dan ditambahkan metanol. Setelah itu ditambahkan kloroform dan akuades dengan perbandingan 1:1 dengan volume 2 mL dan dikocok dengan baik lalu dibiarkan sejenak hingga terbentuk dua lapisan yaitu lapisan kloroform dan lapisan

air. Lapisan bawah (kloroform) dipisahkan dengan cara mengambil lapisan air dan lapisan kloroform ke dalam tabung reaksi yang lain. Lapisan kloroform digunakan untuk pemeriksaan senyawa triterpenoid dan steroid. Lapisan air dibagian atasnya digunakan untuk pemeriksaan flavonoid, saponin, dan fenolik.

1. Uji flavonoid

Lapisan air yang sudah dipisahkan diambil sebanyak 1 mL dimasukkan kedalam tabung reaksi lalu ditambahkan asam klorida pekat dan beberapa butir serbuk magnesium. Terbentuknya larutan orange sampai merah menandakan positif flavonoid.

2. Uji fenolik

Lapisan air diambil sebanyak 1 mL dan dimasukkan kedalam tabung reaksi. Selanjutnya kedalam tabung reaksi dimasukkan larutan besi(III) klorida. Ciri khas fenolik membentuk kompleks dengan besi(III) klorida menimbulkan larutan warna biru atau ungu tua

3. Uji saponin

Lapisan air diambil 1 mL dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Selanjutnya dikocok kuat-kuat dalam sebuah tabung reaksi, terbentuknya busa yang tidak hilang dalam 5 menit dengan penambahan beberapa tetes asam klorida pekat menunjukkan adanya saponin.

4. Uji terpenoid dan steroid

Lapisan kloroform diteteskan pada tiga lubang plat tetes. Plat pertama ditambah asam sulfat pekat didapatkan warna hijau atau hijau biru memberikan positif steroid., plat kedua ditambahkan asam sulfat pekat dan anhidrida asetat memberikan warna merah atau merah ungu memberikan uji positif triterpenoid dan plat 3 ditambahkan lapisan kloroform saja sebagai pembanding.

5. Uji kumarin

Lapisan air dimasukkan dalam tabung reaksi, kemudian ditambah pelarut metanol dan selanjutnya dipanaskan. Filtrat yang didapatkan, ditotolkan pada plat KLT dan selanjutnya dielusi dengan eluen etil asetat. Hasil elusi diamati dibawah sinar UV ($\lambda = 254$

nm dan 356 nm). Adanya fluoresensi biru setelah disemprot dengan NaOH 1% yang menandakan positif mengandung kumarin.

6. Uji alkaloid

Sebanyak 2 gram sampel digerus dalam lumpang bersama sedikit pasir dan 10 mL kloroform. Kemudian ditambah 10 mL campuran kloroform-amoniak dan difiltrasi. Filtrat yang didapatkan ditambah dengan asam sulfat 2N. Lapisan asam dipisahkan lalu ditambahkan pereaksi Meyer. Hasil positif mengandung alkaloid ditandai dengan timbulnya endapan bewarna putih.

2.2.3 Ekstraksi Sampel Daun Melinjo

Lebih kurang sebanyak 1000 g sampel segar kulit buah melinjo yang telah dikupas dari bijinya dan dipotong-potong sampai kecil, diekstraksi dengan menggunakan metoda maserasi. Pelarut yang digunakan untuk maserasi adalah metanol. Pelarut dimasukkan kedalam botol hingga ketinggian permukaan pelarut lebih kurang 2 cm di atas permukaan sampel yaitu 2000 mL. Penggantian pelarut dilakukan setiap 3 hari sekali. Penggantian pelarut dilakukan sebanyak 5 kali hingga diperoleh filtrat hasil maserasi yang mengandung senyawa metabolit sekunder. Filtrat hasil maserasi dikumpulkan dan kemudian dipisahkan dengan rotary evaporator pada suhu 40 °C sehingga didapatkan ekstrak metanol pekat.

2.2.4 Fraksinasi Ekstrak Metanol Daun Melinjo

Ekstrak pekat metanol di fraksinasi menggunakan pelarut n-heksana, etil asetat, dan n-butanol. Ekstrak pekat metanol ditimbang untuk mengetahui massa ekstrak pekat metanol yang akan difraksinasi. Ekstrak metanol dimasukkan ke dalam gelas piala 100 mL, kemudian disuspensikan dengan air dan ditambahkan pelarut n-heksana sebanyak 50 mL. Ekstrak pekat metanol yang telah ditambahkan pelarut n-heksana dimasukkan ke dalam corong pisah dan dilakukan pengocokan selama 15 menit. Setelah pengocokan, campuran didiamkan hingga terbentuk dua lapisan yaitu lapisan fraksi n-heksana dan lapisan metanol/air. Lapisan atas yang merupakan lapisan fraksi n-heksana dipisahkan dari lapisan metanol/air.

Selanjutnya dilakukan penambahan pelarut n-heksana dengan volume yang sama dan dilakukan kembali tahap fraksinasi berikutnya sampai diperoleh lapisan fraksi heksana yang tidak mengandung senyawa saat di lakukan uji fitokimia.

Setelah fraksinasi menggunakan n-heksana selesai, dilanjutkan fraksinasi menggunakan pelarut etil asetat dan n-butanol. Proses pengerjaan fraksinasi menggunakan etil asetat dan n-butanol sama dengan pengerjaan fraksinasi menggunakan n-heksana. Dari proses fraksinasi ini diperoleh empat fraksi yaitu fraksi n-heksana, fraksi etil asetat, fraksi butanol, dan fraksi air. Masing-masing fraksi diuapkan menggunakan rotary evaporator. Setelah kering, ditimbang massa masing-masing fraksi

2.2.5 Uji aktivitas antioksidan fraksi n-heksana, etil asetat, n-butanol, dan metanol dengan metode DPPH

Untuk larutan DPPH, ditimbang 4 mg DPPH yang dilarutkan dalam metanol hingga volume 100 ml dan didapatkan larutan DPPH 0,1 mM. Larutan uji dibuat dengan cara melarutkan 10 mg masing-masing fraksi dengan metanol dalam labu ukur 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi dari larutan sebesar 1000 mg/L. Selanjutnya dibuat 5 variasi konsentrasi dari larutan uji dengan metode pengenceran. Variasi konsentrasi berturut-turut adalah 12,5; 25; 50; 100; 200 mg/L. Sebagai kontrol positif digunakan asam askorbat. Pembuatan larutan kontrol positif sama dengan pembuatan larutan uji yaitu 10 mg asam askorbat dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi dari larutan sebesar 1000 mg/L. Selanjutnya dibuat 5 variasi konsentrasi dari larutan kontrol positif dengan metode pengenceran. Variasi konsentrasi berturut-turut adalah 0,625; 1,25; 2,5; 5; 10 mg/L.

Untuk masing-masing larutan uji diambil sebanyak 2 mL kemudian ditambahkan 3 mL larutan DPPH dan didiamkan selama 30 menit serta campuran dihindarkan dari cahaya. Sebagai kontrol negatif pada pengujian ini adalah 2 mL metanol ditambah 3 mL larutan DPPH, sebagai kontrol positif digunakan asam

askorbat dengan cara memipet 2 mL larutan asam askorbat dan ditambahkan dengan 3 mL DPPH, dan sebagai blanko yang digunakan adalah 5 mL metanol[6]. Selanjutnya diukur absorbansi dari masing-masing konsentrasi larutan uji dan kontrol pada panjang gelombang 517 nm[7]. Berdasarkan absorbansi yang didapatkan, dihitung persen inhibisi dengan rumus berikut:

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

Setelah didapatkan nilai persen inhibisi dari perhitungan, dapat ditentukan nilai IC_{50} dari setiap variasi konsentrasi larutan uji dengan menggunakan persamaan regresi yang didapatkan. Besarnya nilai IC_{50} menunjukkan aktivitas antioksidan yang dimiliki ekstrak tersebut.

2.2.6 Penentuan kandungan fenolik total

Penentuan kandungan fenolik total dilakukan dengan metoda spektrofotometri menggunakan reagen Folin-Ciocalteu. Masing-masing sampel (fraksi n-heksana, etil asetat, n-butanol dan air) diambil 10 mg, kemudian diencerkan sampai volume 10 mL. Larutan tersebut masing-masingnya diambil 0,5 mL, dicampur dengan 1 mL reagent Folin-ciacalteu. Setelah 5 menit, ditambahkan 1 mL larutan 7% natrium karbonat dan diencerkan dengan akuades sampai volume 10 mL, kemudian dihomogenkan[7]. Campuran ini didiamkan selama 120 menit pada temperatur ruang, selanjutnya diukur absorbansi 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) per 10 miligram ekstrak kering[8].

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Persiapan dan Identifikasi Sampel

Berdasarkan hasil identifikasi tumbuhan di Herbarium Universitas Andalas diketahui bahwa tumbuhan yang digunakan sebagai sampel pada penelitian ini adalah *Gnetum gnemon* L. yang termasuk dalam famili Gnetaceae

3.2 Uji fitokimia sampel daun melinjo

Hasil uji fitokimia menunjukkan bahwa sampel kulit buah melinjo mengandung senyawa metabolit sekunder fenolik, flavonoid, triterpenoid, dan stereroid

3.3 Ekstraksi sampel daun melinjo

Metode ekstraksi yang digunakan dalam penelitian ini adalah pemisahan secara maserasi. Sampel kulit buah melinjo yang telah dipotong kecil, ditimbang kurang lebih sebanyak 1000 g dan dimaserasi dengan metanol 5 x 3 hari dan setiap 1 x 3 hari pelarut metanol diganti dengan yang baru, penggantian pelarut setiap 3 hari dilakukan karena pelarut yang telah jenuh tidak akan menarik komponen fitokimia lagi. Lalu dievaporasi pada suhu 30-40°C dengan bantuan alat pompa vakum. Hasil ekstraksi sampel basah kulit buah melinjo dengan pelarut metanol diperoleh sebanyak 23,14 gram ekstrak metanol yang berwarna merah kehitaman. Massa ekstrak yang diperoleh cukup kecil karena sampel yang diekstrak adalah sampel basah yang memiliki kandungan air yang cukup tinggi.

3.4 Fraksinasi ekstrak metanol daun melinjo

Proses fraksinasi dilakukan dengan menggunakan beberapa jenis pelarut yang memiliki tingkat kepolaran yang berbeda yaitu n-heksana, etil asetat, n-butanol dan air. Hasil fraksinasi dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil fraksinasi sampel

No	Fraksi	Berat (g)
1.	n-Heksana	3,24
2.	etil asetat	3,31
3.	n-Butanol	4,39
4.	air	5,11

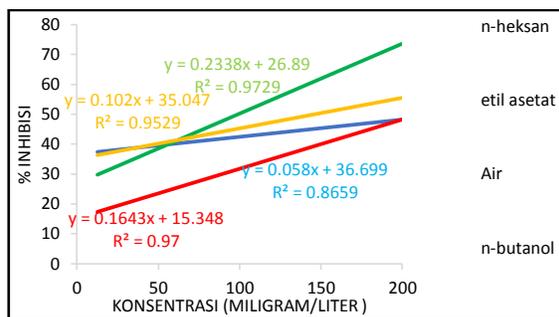
Berdasarkan tabel di atas dapat dilihat senyawa yang bersifat non polar dan yang bersifat semi polar yang terkandung di dalam kulit buah melinjo memiliki jumlah yang hampir sama. Hal ini dilihat dari banyaknya hasil ekstraksi dengan menggunakan pelarut n-heksan dan etil asetat. Sedangkan senyawa yang bersifat polar lebih banyak terdapat dalam kulit buah melinjo.

3.5 Uji aktivitas antioksidan fraksi n-heksana, etil asetat, n-butanol dan air dengan metode DPPH

DPPH adalah radikal bebas yang stabil pada suhu kamar apabila menerima elektron membentuk molekul yang stabil. Adanya serapan warna violet pada panjang gelombang 517 nm ditimbulkan oleh delokalisasi elektron. Ketika seluruh DPPH telah berikatan dengan senyawa antioksidan dalam fraksi yang dapat memberikan atom hidrogen, maka larutan akan kehilangan warna ungu dan berubah menjadi warna kuning terang²⁵.

Masing-masing fraksi diuji aktivitas antioksidannya dengan menggunakan metode DPPH dan juga pengukuran terhadap kontrol positif atau standar yaitu asam askorbat.

Menurut Jun dkk, tingkat kekuatan antioksidan digolongkan kuat jika nilai IC_{50} kurang dari 50 mg/L, digolongkan aktif bila nilai IC_{50} 51-100 mg/L, digolongkan sedang bila nilai IC_{50} 101-250 mg/L, dan digolongkan lemah bila nilai IC_{50} 250-500 mg/L, dan dikatakan tidak aktif antioksidan apabila nilai IC_{50} lebih besar dari 500 mg/L[9]. Berdasarkan data tersebut dapat disimpulkan bahwa fraksi etil asetat tergolong aktif antioksidan nya dengan IC_{50} yaitu 98,81 mg/L sedangkan fraksi n-butanol, air dan n-heksan tergolong sedang antioksidan nya dengan IC_{50} adalah 146,56 mg/L, 210,8 mg/L dan 229,24 mg/L. Perbandingan grafik antioksidan dapat dilihat pada Gambar 1.



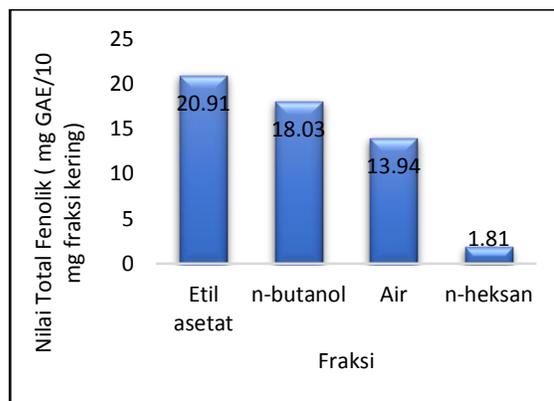
Gambar 1. Grafik Penentuan aktivitas antioksidan dengan metode DPPH

Berdasarkan hasil yang terdapat pada kurva di atas, dapat disimpulkan bahwa konsentrasi

berbanding lurus dengan persen inhibisi. Hal ini menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi fraksi maka sifat antioksidan dari fraksi tersebut juga semakin besar.

3.6 Penentuan kandungan fenolik total

Hasil dari pengukuran kandungan fenolik total dapat dilihat pada Gambar 2.

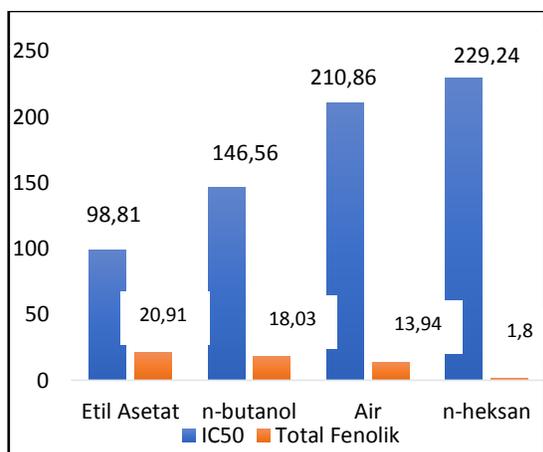


Gambar 2. Kandungan fenolik total dalam fraksi kulit buah melinjo

Berdasarkan data yang diperoleh, kandungan fenolik total dari fraksi etil asetat paling tinggi dibandingkan dengan fraksi lainnya yang menyebabkan aktivitas antioksidan dari fraksi etil asetat lebih aktif dibanding fraksi 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 dalam suatu bahan semakin tinggi pula aktivitasnya sebagai antioksidan[10].

3.7 Hubungan kandungan fenolik total dengan aktivitas antioksidan

Hubungan kandungan fenolik total terhadap aktivitas antioksidan dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Hubungan kandungan fenolik total terhadap aktivitas antioksidan

Berdasarkan gambar di atas semakin besar kandungan fenolik totalnya maka nilai IC_{50} nya kecil semakin kecil dan aktifitas antioksidannya semakin besar juga, sehingga radikal bebas yang dapat dihambat oleh senyawa antioksidan semakin banyak. Kandungan fenolik total terbanyak terdapat pada fraksi etil asetat sehingga aktivitas antioksidannya semakin besar.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan, dapat diperoleh kesimpulan bahwa Fraksi etil asetat dari sampel kulit buah melinjo aktif sebagai antioksidan dengan nilai IC_{50} sebesar 98,81 mg/L sedangkan fraksi lain yaitu fraksi n-heksan 229,24 mg/L, fraksi n-butanol 146,56 mg/L, fraksi metanol 210,86 mg/L, tergolong sedang. Kandungan fenolik total fraksi dari sampel kulit buah melinjo yang diperoleh adalah fraksi etil asetat sebanyak 20,91 mg GAE/10 mg fraksi kering, fraksi n-butanol 18,03 mg GAE/10 mg fraksi kering, fraksi metanol 13,94 mg GAE/10 mg fraksi kering, dan fraksi n-heksana 1,81 mg GAE/10 mg fraksi kering. Aktivitas antioksidan berbanding lurus dengan nilai kandungan fenolik total. Kandungan fenolik total terbanyak terdapat pada fraksi etil asetat sehingga aktivitas antioksidannya semakin besar.

V. Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Bustanul Arifin, M.Si dan Hasnirwan, M.Si sebagai dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan petunjuk dalam menyelesaikan penelitian dan jurnal ilmiah ini. Selanjutnya penulis juga mengucapkan terima kasih kepada rekan-rekan di Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam serta analisnya yang telah memberikan bantuan dan fasilitas dalam penyelesaian penelitian dan penulisan jurnal ilmiah ini.

Referensi

1. Kuswardani, Ully Faizah R. 2011. *Evaluasi In Vitro Antioksidan Senyawa Fenol Biji Melinjo (Gnetum gnemon L.) Selama Proses Pengolahan Emping Melinjo*, Fakultas Farmasi, Universitas Jember, Jember.
2. Sunanto H. 1991. *Budidaya Melinjo dan Usaha Produksi Emping*. Kanisius. Yogyakarta.
3. Kato E, Tokunaga Y, dan Sakan F. 2009. *Stilbenoids Isolated from the Seeds of Melinjo (Gnetum gnemon L.) and Their Biological Activity*. Journal of Agricultural and Food Chemistry. Vol 57: 2544-2549.
4. Santoso, Martha., Yuko Nata, Clement Angkawidjaja, Tomoko Yamaguchi, Teruyoshi Matoba, and Hithosi Takamura. 2010. *Antioxidant and DNA Damage Prevention Activities of the Edible Parts of Gnetum gnemon and Their Changes upon Heat Treatment*. Food Sci. Technol. Res., 16(6), 549-556.
5. Imelda E. 2007. *Karakterisasi Fisik dan Uji pH Larutan Rendaman Kulit Melinjo dan Kekerasan Kulit Melinjo*. Bogor (ID): FMIPA IPB.
6. Itam, A, Majid, A,S,S,A, Ismail, z, Antioxidant and Antiangiogenic Properties, and Gas Chromatographic-Time of Flight Analysis of *Sonchus arvensis* Leaves Extracts, *J. Chem. Soc. Pak*, 2015, Vol 37, No 06, 1250-1259
7. Lina, R., Fachriyah, E., dan Kusrini, D: Isolasi identifikasi dan uji aktivitas antioksidan senyawa flavonoid daun binahong (*anredera cordifolia* (ten.) Steenis). *Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia*, 2012, Universitas Diponegoro. Skripsi.

8. Alfian, R, Susanti, H, Penetapan Kadar Fenolik Total Ekstrak Metanol Kelopak Bunga Rosella Merah (*Hibiscus sabdariffa* Linn) dengan Variasi Tempat Tumbuh Secara Spektrofotometri, *Jurnal Ilmiah Kefarmasian*, 2012, Vol 2, No 1, 73-80
9. Jun, M.H.Y., J., Fong, X., Wan, C.S., Yang, C.T., Ho. 2003. *Comparison of Antioxidant Activities of Isoflavones Form Kudzu Root (Pueraria lobata O)*. *Journal Food Science Institute of Technologist*. 68:2117-2122.
10. Abdille, M, H *et,al*: Antioxidant activity of the extract from *Dilenia indica* fruits, *Food Chemsitry* 2005, 90, 891-896.

PEMANFAATAN GAS HASIL PEMBAKARAN BATU BARA UNTUK PEMBUATAN GIPSUM

Admin Alif, Olly Norita Tetra, Hanna Safitri*

Laboratorium Kimia Fisika, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: hannasafitri10@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Utilization of coal combustion gas in manufacture of gypsum using instrumen that designed according to the laboratory scale has been investigated. In this reseach, SO₂ gas is utilized from coal combustion and added sulfur with variation concentration of 1%, 2%, 3% and 4%. As a result, XRD pattern at $2\theta = 23,0685^\circ$, $25,8191^\circ$, and $28,6583^\circ$ indicated peak of gypsum anhydrite, gypsum hemihydrat and gipsum. Based on XRF data obtained percent mass of CaO and SO₃ is 0,06% and 89,57% indicating that existence of gypsum. The rendement of gypsum 0,3373% with concentration of sulfur 4% with color gypsum obtained in white yellowish.

Keywords: coal, sulfur, gas SO₂, gypsum, gypsum hemihydrat, gypsum anhydrite

I. Pendahuluan

Penggunaan batubara di Indonesia meningkat pesat setiap tahunnya, dimana penggunaan batubara di Indonesia mencapai 14,1% dari total penggunaan energi lain pada tahun 2003. Diperkirakan penggunaan energi batubara ini akan terus meningkat hingga 34,6% pada tahun 2025 [1]. Berbagai industri dalam pembangkit tenaga listrik dalam melaksanakan proses produksinya, menggunakan batu bara sebagai sumber bahan bakar. Pada proses pembakaran batu bara akan menghasilkan sejumlah besar gas buang yang merupakan gas beracun dan berbahaya jika langsung dibuang ke lingkungan [2]. Efek sampingnya adalah debu batubara yang banyak berterbangan. Debu batubara mengandung bahan kimiawi yang dapat mengakibatkan terjadinya penyakit paru-paru. Penyakit tersebut muncul pada masyarakat yang berada di lokasi tambang batubara, atau di kawasan lalu-lintas pengangkutan batubara, menghirup debu batubara secara terus-menerus, dan yang paling beresiko adalah pekerja penambangan batubara itu sendiri [3].

Proses pembakaran dengan menggunakan batubara kualitas rendah dapat menyebabkan keluaran emisi SO₂ yang tinggi. Emisi SO₂ yang tinggi ini dapat merugikan kesehatan manusia karena menyebabkan gangguan pada pernapasan dan dapat merugikan lingkungan karena menyebabkan terjadinya hujan asam [4]. Peningkatan kebutuhan industri semen dan bahan bangunan akan meningkatkan kebutuhan gipsum yang merupakan salah satu bahan dalam pembuatan semen. Selain digunakan dalam industri semen, gipsum juga digunakan

sebagai *plaster* dan *wallboard* [2]. Kebutuhan gipsum di Indonesia dicukupi dengan produksi dalam negeri dan impor dari luar negeri. Produksi gipsum dalam negri masih belum mencukupi untuk memenuhi kebutuhan gipsum di Indonesia. Oleh karena itu masih diperlukan impor dari luar negeri [2]. Oleh karena itu digunakan pemanfaatan hasil pembakaran batu bara yaitu *fly ash* dalam pembuatan gipsum. Gipsum merupakan mineral terbanyak dalam batuan sedimen dan merupakan bahan baku yang dapat diolah menjadi kapur tulis. Gipsum yang dihasilkan dari gas buang dapat digunakan sebagai bahan dalam pembuatan beton, semen, sebagai hiasan dinding, dan sebagainya [5].

Menurut Yoanita (2016) gipsum dapat dihasilkan dari reaksi antara batu gamping dengan asam sulfat yang diaduk dalam waktu 60 menit kemudian disaring untuk mendapatkan gipsumnya [6]. Pembuatan gipsum dengan memanfaatkan LD slag yang berasal dari industri baja menggunakan metoda ASTM C471M-01 telah dipelajari dimana gipsum yang dihasilkan adalah yellow gipsum yang dapat digunakan sebagai pengganti gipsum alam dalam proses pembuatan semen [7]. Sebelumnya juga telah dilakukan proses *recovery* gas buang (SO₂) untuk menghasilkan gipsum dengan cara desulfurisasi gas buang dari hasil pembakaran batu bara dari PLTU Paiton [2].

Pada penelitian ini digunakan rancangan rangkaian alat yang sederhana dalam skala laboratorium untuk mendapatkan gipsum

dengan memanfaatkan gas buang pembakaran batu bara yang ditambahkan belerang dengan mevariasikan komposisinya yang mana pembakaran tersebut akan menghasilkan gas sulfur yang dialiri ke dalam larutan CaCl_2 sehingga dapat menghasilkan gipsum.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Alat yang digunakan adalah reaktor penangkap gas, raket nyamuk, kabel buaya, spritus, lumpang, alu, ayakan, neraca analitis (Kern Alj 220-4NM), pH meter (Hanna instrumen), kertas saring dan peralatan gelas laboratorium lainnya.

Bahan yang digunakan adalah HCl 2 N, akuades, CaCO_3 , belerang dan batu bara.

2.2 Prosedur penelitian

2.2.1 Pembuatan Larutan HCl 2 N

Larutan HCl 2N dibuat dengan cara mengambil 41,46 mL HCl 37% yang kemudian diencerkan dengan akuades sampai tanda batas pada labu ukur 250 mL. Larutan dikocok sebentar sampai homogen.

2.2.2 Pembuatan Larutan CaCl_2

Larutan CaCl_2 dibuat dengan cara diambil batu kapur (CaCO_3) 30 gram kemudian dimasukkan ke dalam gelas piala lalu ditambahkan dengan HCl 2N 40 mL. Larutan tersebut diencerkan sampai 200 mL dengan akuades, dikocok lalu didiamkan beberapa saat hingga terlihat bidang batas antara endapan dan filtrat kemudian disaring menggunakan kertas saring. Filtrat CaCl_2 yang didapatkan kemudian dibasakan hingga pH 10 dengan menambahkan NH_4OH encer tetes demi tetes.



2.2.3 Preparasi Sampel Batu Bara dan Belerang

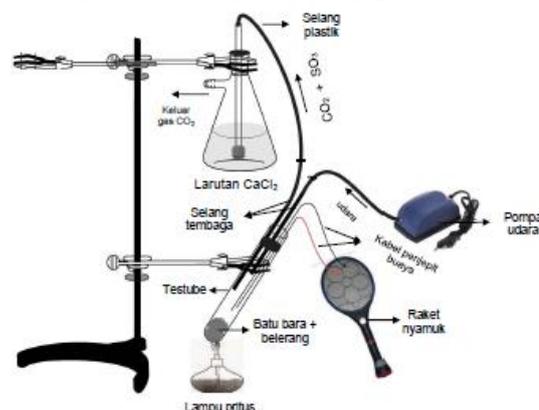
Sampel batu bara yang digunakan di ambil dari pertambangan batubara di Sawahlunto, sampel dihaluskan kemudian diayak.

Sampel belerang didapatkan dari toko rempah-rempah di Pasar Raya Padang yang kemudian dihaluskan menggunakan lumpang dan alu.

2.2.4 Rancangan Rangkaian Alat Pembuatan Gipsum

Rangkaian alat terdiri dari beberapa bagian, yaitu tempat sampel batu bara dan belerang, spritus, pompa udara, raket nyamuk yang dihubungkan dengan kabel buaya kepada alat, reaktor penangkap gas, dan larutan penampung/penyerap gas (Gambar 1). Alat ini

didesain dengan sederhana dengan skala laboratorium dimana gas hasil pembakaran akan mengalir melalui pipa dan akan masuk ke dalam larutan penyerap. Larutan penyerap yang digunakan adalah CaCl_2 (kalsium diklorida) yang akan bereaksi dengan gas SO_3 yang nantinya akan menghasilkan gipsum.



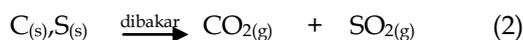
Gambar 1. Rancangan Rangkaian alat.

2.2.5 Proses Pembuatan gipsum Dari gas Hasil Pembakaran Batu Bara

Ditimbang sampel batu bara dan belerang yang telah dihaluskan dengan menvariasikan konsentrasi belerang yaitu 0,05 g; 0,1 g; 0,15 g; 0,2 g dari berat sampel total 5 gram sehingga didapatkan perbandingan massa 1%, 2%, 3% dan 4% dari campuran sampel. Campuran batubara dan belerang tersebut kemudian dimasukkan ke dalam wadah yang dilengkapi dengan reaktor penangkap gas. Campuran komposisi tersebut dimasukkan ke dalam testube yang digunakan sebagai wadah pembakaran yang akan dapat dialiri percikan menggunakan raket nyamuk melalui media kabel buaya. Untuk menyempurnakan pembakaran digunakan pompa udara untuk mengalirkan oksigen. Reaktor tersebut diberikan panas api menggunakan lampu spritus yang menghasilkan gas SO_3 yang akan mengalir ke dalam erlenmeyer yang telah berisi larutan penyerap CaCl_2 dengan menggunakan pipa saluran sebagai tempat aliran gas. Pembakaran dilakukan sempurna sampai tidak ada lagi terlihat ada gas berwarna putih. Erlenmeyer yang berisikan CaCl_2 yang mana apabila dialiris gas SO_3 akan langsung bereaksi sehingga dapat menghasilkan gipsum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$). Larutan dalam erlenmeyer didiamkan beberapa saat kemudian endapan yang didapatkan disaring menggunakan kertas saring, dicuci dengan air. Endapan yang didapatkan ialah endapan gipsum. Kemudian dilakukan penimbangan terhadap berat gipsum yang didapatkan.

III. Hasil dan Pembahasan

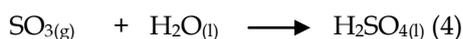
3.1 *Proses Pembuatan Gypsum Dengan Gas Sulfur*
 Rangkaian alat pembuatan gypsum dirancang sedemikian rupa seperti pada Gambar 2.3.4. Proses pembuatan gypsum dilakukan dengan pembakaran sampel batu bara dan belerang yang dilakukan dengan adanya panas api dari spritus. Percikan api didapatkan dengan cara menghubungkan arus dari raket nyamuk terhadap dua buah kawat yang didekatkan dengan media kabel buaya dan dengan dialiri udara dari pompa udara akan membantu proses pembakaran, dengan persamaan reaksi (2) seperti di bawah ini :



Adanya udara yang berasal dari pompa udara akan mengoksidasi gas SO_2 yang dihasilkan dari pembakaran menjadi gas SO_3 , seperti pada persamaan reaksi (3) di bawah ini :



Selama proses pembakaran percikan listrik yang berasal dari raket nyamuk harus dikontrol untuk tetap selalu menyala karena hal tersebut akan mempengaruhi gas SO_3 yang dihasilkan. Gas SO_3 termasuk gas berbahaya bagi lingkungan dan kesehatan disekitar. Gas hasil pembakaran selanjutnya akan mengalir ke dalam larutan penyerap menggunakan pipa yang telah terhubung pada alat, seperti persamaan reaksi (4) di bawah ini :



Setelah gas masuk ke dalam larutan penyerap akan terjadi reaksi antara gas SO_3 dan $CaCl_2$ yang mana hasil reaksi tersebut akan menghasilkan senyawa $CaSO_4$ atau yang lebih dikenal dengan gypsum, seperti persamaan reaksi (5):



Endapan gypsum yang didapatkan berwarna putih kekuningan. Hal ini disebabkan karenan gypsum yang didapatkan masih banyak kandungan sulfurnya yang dibuktikan dari data XRF (Tabel 2).

Pada penelitian ini dilakukan variasi komposisi terhadap belerang yang ditambahkan ke dalam batu bara. Jumlah total sampel yang dibakar pada satu kali pembakaran yaitu 5 gram dengan variasi komposisi belerangnya 1%, 2%, 3% dan 4% dan hasilnya dilaporkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Berat dan Rendemen Sampel Gypsum yang dihasilkan

Konsentrasi Belerang (%)	Berat Gypsum (g)	Rendemen (%)
1	0,0192	0,1265
2	0,0255	0,2500
3	0,0272	0,2667
4	0,0344	0,3373
6	0,0312	0,3059

Tabel di atas menyatakan berat gypsum yang didapatkan dari pembakaran dimana semakin besar konsentrasi belerang yang digunakan maka akan semakin berat gypsum yang didapatkan. Hal ini menandakan bahwa kandungan belerang yang terdapat dalam batu bara cukup sedikit sehingga dengan adanya penambahan belerang membuat gas sulfur yang dihasilkan semakin banyak dan gypsum yang dibentuk juga semakin banyak sampai optimal pada konsentrasi belerang 4% dengan berat gypsum yaitu 0,0344 gram. Pada konsentrasi belerang yang lebih tinggi, berat gypsum yang didapatkan menjadi kecil yaitu 0,0312 gram.

Dilihat dari rendemen yang didapatkan, jumlah gypsum yang dihasilkan masih sedikit karena jauh mendekati 100%. Untuk konsentrasi belerang 4% rendemen yang didapatkan yaitu 0,3373% sedangkan untuk konsentrasi belerang yang kecil yaitu 1% didapatkan rendemen 0,1265%, massa gypsum yang dihitung secara teori yaitu 10,2. Rendemen didapatkan sangat kecil disebabkan karena selama proses pembakaran tidak terjadi reaksi dengan sempurna sehingga jumlah gypsum yang dihasilkan menjadi kecil. Proses pembakaran yang tidak sempurna dilihat dari sampel batubara yang hanya sedikit mengalami perubahan warna dari hitam menjadi hitam keabu-abuan atau adanya senyawa lain yang terbentuk dari hasil pembakaran seperti terbentuknya $CaCO_3$ (kalsium karbonat) yang merupakan hasil samping dari proses pembakaran, dengan persamaan reaksi (6) di bawah ini :



Ksp $CaCO_3$ lebih kecil dibandingkan dengan Ksp $CaSO_4$ yaitu $4,47 \times 10^{-9}$ mol/L dan 3×10^{-5} mol/L sehingga pada saat endapan didapatkan dan dilakukan pencucian menggunakan akuades, maka yang paling banyak larut adalah $CaSO_4$ sehingga endapan gypsum yang didapatkan menjadi lebih sedikit.

Pada konsentrasi belerang yang lebih besar (6%) didapatkan berat gipsum menjadi lebih kecil yaitu 0,0312 gram dengan rendemen 0,3059%. Hasil ini dikarenakan semakin besar konsentrasi belerang yang digunakan akan menyebabkan gas SO₂ yang dihasilkan semakin banyak sehingga hasil akhir yang didapatkan dari proses pembakaran bukanlah kalsium sulfat (gipsum) melainkan Ca(HSO₄)₂ (kalsium hidrogen sulfat atau kalsium bisulfat), seperti persamaan reaksi (7) di bawah ini :



Hal ini terjadi karena banyaknya gas SO₂ yang dihasilkan tidak sebanding lagi untuk beraksi dengan ion Ca²⁺ sehingga pada endapan didapatkan massa SO₃ yang paling tinggi kandungannya. Produk lain yang terbentuk adalah Ca(HCO₃)₂ (kalsium hidrogen karbonat atau kalsium bikarbonat) yang merupakan produk yang dihasilkan karena kelebihan gas SO₂, seperti persamaan reaksi (8) di bawah ini :

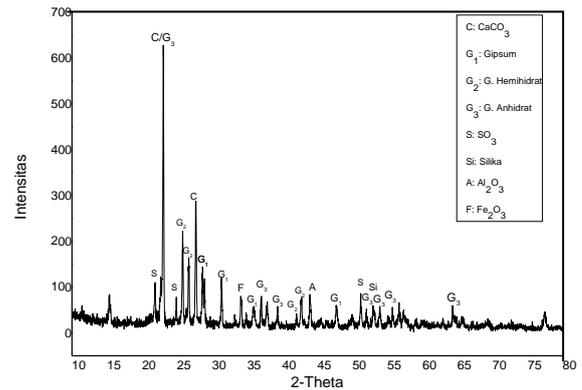


Pada penelitian ini warna gipsum yang didapat tidaklah berwarna putih melainkan berwarna kekuningan, hal ini disebabkan karena adanya belerang yang masuk ke dalam selang tempat mengalirnya gas CO₂ dan SO₃ menuju larutan penyerap sehingga saat gas mengalir belerang juga ikut terbawa dan membuat gipsum yang dihasilkan berwarna kekuningan. Beberapa penelitian melaporkan bahwa gipsum berbentuk massa yang padat bisa berwarna merah, abu-abu, dan coklat yang diakibatkan karena adanya zat lain seperti tanah liat, oksida besi, anhidrat, karbohidrat dan sedikit silika dan oksida lain [25].

Pada saat gas SO₃ masuk ke dalam larutan penyerap, Ca²⁺ yang berasal dari CaCl₂ tidak beraksi sempurna dengan yang masuk disebabkan karena ketika gas SO₃ masuk ke dalam larutan CaCl₂, adanya bantuan batu berongga untuk memecah gelembung pada saat di dalam larutan, dimana gelembung tersebut tidak semua bisa cepat bereaksi dengan larutan penyerap karena partikel pada larutan lebih besar sehingga waktu kontak gelembung udara ke larutan penyerap tidak efektif saat pencampuran sehingga gipsum yang dihasilkan sangat sedikit.

3.2 Karakterisasi Gipsum

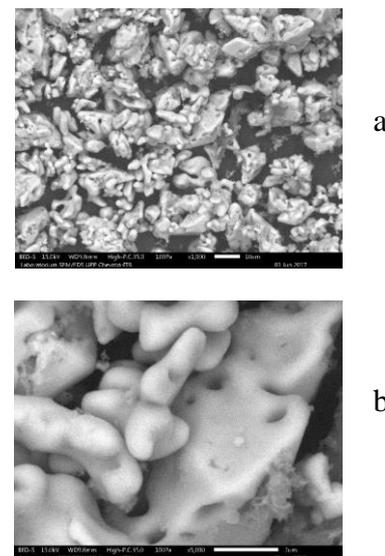
3.2.1 X-Ray Diffraction (XRD)



Gambar 2. Pola Difraksi XRD dari Sampel Gipsum

Pada intensitas puncak yang paling tinggi dengan $2\theta = 23,0685^\circ$, $25,8191^\circ$, dan $28,6583^\circ$ menandakan puncak gipsum anhidrat, gipsum hemihidrat dan gipsum. Sebelumnya juga pernah diuji oleh Telesca (2013) untuk puncak-puncak dari gipsum dan gipsum anhidrat dimana harga 2θ yang didapatkan sama untuk gipsum alami dan FGD gipsum. Untuk puncak senyawa SO₃, SiO₂, Al₂O₃ dan Fe₂O₃ pada pola difraksi XRD diperkuat dengan adanya data XRF. Untuk puncak CaCO₃ yang didapatkan menandakan bahwa masih ada CaCO₃ pada gipsum yang belum bereaksi sempurna pada saat pembuatan larutan sehingga pada pola difraksi XRD didapatkan puncak CaCO₃.

3.2.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)



Gambar 3. Morfologi permukaan gipsum dengan perbesaran (a) 1000x; (b) perbesaran 5000x

Gambar 3 merupakan hasil uji karakterisasi menggunakan alat *Scanning Electron Microscopy* (SEM) yang memperlihatkan bahwa morfologi gipsum yang didapat dari percobaan memiliki permukaan yang tidak merata dan mempunyai bentuk seperti gumpalan. Bentuk morfologi kristal di atas mendekati bentuk kristal gipsum yaitu lenticular dengan ciri-ciri berbentuk gumpalan dan memiliki permukaan yang tidak merata. Bentuk lain dari morfologi gipsum adalah fibrous, acicular yang berbentuk pipih memanjang [8].

3.2.3 X-Ray Fluorescence (XRF)

Tabel 2. Komposisi kimia sampel gipsum

Komponen	Massa %
CaO	0,06
SO ₃	89,57
MgO	0,05
Al ₂ O ₃	0,5
SiO ₂	0,5
P ₂ O ₅	0,11

Pada hasil analisis XRF Tabel 2 menunjukkan bahwa kandungan kimia pada gipsum tertinggi terdapat pada SO₃ dan terendah pada CaO. Dari hasil penelitian persen kandungan kimia yang dilakukan oleh Telesca (2013) menyatakan bahwa kandungan SO₃ dan CaO mempunyai massa yang cukup besar diantara komposisi kimia yang terdapat dalam gipsum dan massa yang dimiliki tidak terlalu jauh beda sehingga dapat membentuk gipsum. Dari hasil penelitian ini terlihat bahwa gas SO₃ yang dihasilkan cukup besar namun untuk pembentukan gipsum yang dihasilkan sedikit karena dilihat dari perbedaan massa CaO dengan massa SO₃ yang didapatkan tidak sebanding sehingga gipsum yang dihasilkan sedikit karena komponen utama dari gipsum adalah CaO dan SO₃. Jumlah massa SO₃ yang cukup tinggi menandakan bahwa pada percobaan ini berhasil menangkap gas SO₃ sesuai dengan tujuan penelitian yaitu untuk mengurangi gas sulfur yang dihasilkan dari pembakaran yang mana gas tersebut dapat merusak lingkungan dan kesehatan sekitar. Warna gipsum yang didapatkan yaitu putih kekuningan yang menandakan bahwa gipsum yang dihasilkan mengandung banyak massa SO₃ yaitu 89,57%.

IV. Kesimpulan

Gas hasil pembakaran batu bara dapat digunakan sebagai bahan dalam pembuatan gipsum (kalsium sulfat) memakai rangkaian alat yang dirancang sederhana dengan skala

laboratorium. Semakin tinggi konsentrasi belerang yang digunakan maka semakin tinggi berat gipsum yang dihasilkan. Berat gipsum yang paling besar didapatkan pada konsentrasi belerang 4% yaitu 0,0344 g dengan hasil rendemen yang dihasilkan 0,3373%. Pada pola difraksi XRD dapat dilihat puncak dari gipsum, gipsum hemihidrat, gipsum anhidrat pada harga $2\theta = 28,6583^\circ, 25,8191^\circ, \text{ dan } 23,0685^\circ$.

Hasil karakterisasi XRF didapatkan komposisi kimia utama dari gipsum yaitu SO₃ adalah 89,57 % dan CaO adalah 0,06 % yang menandakan bahwa gipsum yang terbentuk cukup sedikit karena proses pembakaran yang terjadi untuk menghasilkan gas SO₃ tidak sempurna.

Referensi

1. Permadi, Rendy.; Pulungan, Linda.; Solihin.: Analisis Batubara dalam Penentuan Kualitas Batubara Untuk Pembakaran Bahan Baku Semen di P.T. Indocement Tunggal Prakarsa, Tbk. Palimanan-Cirebon. Prosiding Teknik Pertambangan, 2015. Gel. 2, hal. 79-86. ISSN: 2460-6499
2. Lestari, Ajeng, Y. D.: Prarancangan Pabrik Gipsum dengan Proses Desulfurisasi Gas Buang PLTU dengan Kapasitas 2.500 Ton/tahun, *Skripsi*, Universitas Muhammaduyah Surakarta, 2013.
3. Maryuningsih, Yuyun.: Analisis Dampak Industri Stockpile Batu Bara Terhadap Lingkungan Dan Tingkat Kesehatan Masyarakat Desa Pesisir Rawaurip Kec. Pangenan Kab. Cirebon. *Scientiae Educatia* 2015, Vol. 5 No.2.
4. Nugrany, G.S.; Sudarno.; Cahyadi.: Upaya Penurunan Emisi SO₂ dari Bahan Bakar Batubara Kualitas Rendah (Tipe: *Subbitumious*) dengan Campuran Batu Kapur (*Limestone*) Pada Proses Pembakaran. *Jurnal Teknik Lingkungan Universitas Diponegoro* 2015.
5. Choure, Aayush.; Chandak, Dr. Rejeev.: Experimental Study On Concrete Containing Fly Ash. *International Journal of Engineering and Technology* 2017, vol. 4. ISSN 2395-0056.
6. Gloria, Yoanita.; Mappiratu.; Prismawiryanti.: Kajian Sintesis Gipsum dari Batu Gamping Asal Sulawesi Tengah (Study Synthesis of Gipsum from Limestone In Central Sulawesi). *Jurnal Riset Kimia Kovalen* 2016, 2(1): 39-47. ISSN: 2477-5398

7. Ashrit, Shrenivas.; Banerjee, Pradip, K.; Chatti, Ravikrishna, V.; Rayasam, Venugopa.; Nair, Udayabhanu, G.: Synthesis and Characterizayion of Yellow Gypsum from LD Slag Fines Generated In A Steel Plant. *Research Artikel* 2015, Vol. 109, No.4.
8. Hashemi, S. S.; Baghernejad, M.; Khademi, H.: Microphology of Gypsum Crystals in Southern Iranian Soils Under Different Moisture Regime. *J. Agr. Sci. Tech* 2011, Vol. 14:273-288

EKSTRAK KULIT JERUK SIAM (*Citrus microcarpa* Linn) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA DALAM MEDIUM ASAM KLORIDA

Maiyeni*, Yeni Stiadi, Emriadi

Laboratorium Foto/Elektrokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: maiyeni41@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA UNAND, Kampus Limau Manis, 25163

Abstrak: Siam orange peel extract is a natural inhibitor that can be used to inhibit the corrosion reaction rate. This study aims to determine the efficiency of inhibition and corrosion rate for mild steel in 1 N HCl solution using the extract of siam orange peel (*Citrus microcarpa* Linn) by weight loss method, potentiodynamic polarization and surface analysis. The results showed that the inhibition efficiency significantly increases with the increasing of inhibitor concentration, which means is reduction in the corrosion rate. The maximum inhibition efficiency is 93.80% in 1 N HCl solution containing 8 g/L siam orange peel extract at 30 °C. Extract adsorption on the steel surface follows the pattern of Langmuir adsorption isotherm. Potentiodynamic polarization analysis shows that type of inhibitor is anodic inhibitor. SEM analysis shows that there are some differences in the morphology of the mild steel surface, which is immersed in 1 N HCl medium with and without the addition of a siam orange peel extract.

Keywords : *Citrus microcarpa* Linn, Corrosion inhibitor, Weight loss, Potentiodynamic polarization, SEM.

I. Pendahuluan

Perkembangan teknologi, pertumbuhan ekonomi dan pembangunan dari tahun ke tahun mengakibatkan meningkatnya penggunaan berbagai material, seperti, besi, aluminium dan perak. Logam-logam ini digunakan diberbagai industri baik sebagai komponen utama maupun komponen tambahan, tetapi dalam kehidupan sehari-hari banyak faktor yang menyebabkan daya guna logam ini menurun. Salah satu penyebab hal tersebut adalah terjadinya korosi logam atau pengkaratan pada logam[1].

Proses pencegahan korosi dapat dilakukan diberbagai cara pertama pelapisan, aliansi logam dan penambahan inhibitor korosi[2]. Telah dilaporkan pada penelitian sebelumnya, ekstrak kulit rambutan, ekstrak daun jambu biji, daun pepaya dan kulit kakao efektif digunakan sebagai inhibitor organik bahan alam untuk menghambat korosi pada baja dalam lingkungan asam[3,4,5,6].

Inhibitor korosi merupakan suatu zat kimia yang bila ditambahkan ke dalam lingkungan korosif dapat menurunkan laju korosi[7]. Berdasarkan bahan dasarnya, inhibitor korosi terbagi menjadi dua, yaitu inhibitor dari senyawa organik dan dari senyawa anorganik[8]. Ada beberapa jenis inhibitor berdasarkan reaksi yang dihambat, yaitu

inhibitor katodik, inhibitor anodik, dan inhibitor campuran [9].

Kulit jeruk siam mengandung senyawa seperti minyak atsiri, minyak esensial, pigmen karotenoid, senyawa triterpen, senyawa selulosa, hemiselulosa, lignin, flavonoid, fenolik dan triterpenoid yang memiliki kandungan zat antioksidan yang tinggi sehingga bisa digunakan sebagai inhibitor korosi. Sampai sekarang kulit jeruk siam belum ada digunakan sebagai inhibitor korosi, sehingga pada penelitian ini digunakan sebagai inhibitor korosi[10-11].

Metode polarisasi potensiodinamik digunakan untuk menentukan sifat korosi logam berdasarkan hubungan potensial dan arus anodik atau katodik[14]. Arus korosi ini kemudian dapat dikonversi menjadi laju korosi. Potensiostat merupakan peralatan yang digunakan pada penelitian elektrokimia untuk mengamati proses korosi yang sedang berlangsung[15].

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah neraca analitik, jangka sorong, ampelas besi P150, gunting baja, kaca arloji, labu didih, termometer, alat gelas, oven, potensiostat (*eDAQ*), rotary evaporator, waterbath, hot plate, Fourier Transform Infra Red (FTIR) type :

TurboFT, Model 102, WinFT. dan *Scanning Electron Microscopy (SEM)* merk fei, type: INSPECT-S50.

Bahan yang digunakan adalah ekstrak kulit jeruk siam (*Citrus micrcarpa* Linn), plat baja, asam klorida (HCl 37%), metanol, akuades, aseton, kertas saring, kloroform, HCl, bubuk Mg, H₂SO₄ pekat, anhidrida asetat, kloroform-amonia, H₂SO₄, pereaksi meyer : HgCl₂ dan KI.

2.2 Prosedur Kerja

2.2.1 Persiapan spesimen baja

Baja plat dipotong dengan ukuran 3,0 cm x 1,5 cm, dibersihkan permukaannya dengan ampelas besi dan dibilas dengan akuades dan aseton, dikeringkan dalam oven suhu 60°C. Baja ditimbang sebagai berat awal (m₁).

2.2.2 Pembuatan ekstrak kulit jeruk siam

Kulit jeruk siam dikeringanginkan, dihaluskan dan ditimbang sebanyak 650 g. Dimaserasi dengan metanol sebanyak 1500 mL selama 3 hari lalu disaring dan diuapkan filtratnya dengan *rotary evaporator*.

2.2.3 Uji fitokimia kulit jeruk siam

Ekstrak pekat sebanyak 2 g dimaserasi dengan metanol selama 15 menit dalam tabung reaksi. Disaring dan dibiarkan metanol menguap. Lalu ditambahkan kloroform dan air dengan perbandingan 1:1 sebanyak 5 mL. Campuran dikocok, dibiarkan hingga terbentuk dua lapisan kloroform-air. Lapisan kloroform di bagian bawah digunakan untuk pemeriksaan senyawa triterpenoid dan steroid. Lapisan air digunakan untuk pemeriksaan senyawa fenolik dan flavonoid.

2.2.4 Pembuatan larutan induk HCl 5 N

Larutan induk HCl 5 N dibuat dengan cara memipet 103,6 mL HCl 37% dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

2.2.5 Pembuatan larutan induk ekstrak kulit jeruk siam

Ekstrak pekat kulit jeruk siam ditimbang sebanyak 2 g lalu diencerkan dengan akuades di dalam labu ukur 100 mL sehingga diperoleh konsentrasi larutan induk 20 g/L.

2.2.6 Pembuatan larutan medium korosif

Larutan induk kulit jeruk siam dipipet sebanyak 0; 2,5; 5; 10; 15; dan 20 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Kemudian dipipet HCl 5 N sebanyak 10 mL dan dicampurkan pada labu ukur 50 mL.

Selanjutnya diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

2.2.7 Pengukuran menggunakan metoda kehilangan berat dengan variasi suhu

Baja direndam dalam 50 mL larutan medium korosif HCl 1 N tanpa dan dengan adanya ekstrak kulit jeruk siam pada berbagai konsentrasi. Dilakukan variasi suhu yaitu 30, 40, 50 dan 60°C selama 7 jam menggunakan *waterbath*. Kemudian baja dibersihkan dengan *brush*, dibilas dan dikeringkan dalam oven. Setelah kering, baja ditimbang (m₂).

2.2.8 Pengukuran dengan menggunakan polarisasi potensiostatik

Baja digunakan sebagai elektroda kerja dengan luas permukaan 0,0214 cm². Elektroda Pt sebagai elektroda pembantu dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Ketiga elektroda dicelupkan ke dalam bejana berisi medium korosif tanpa dan dengan adanya inhibitor. Kemudian dihubungkan dengan potensiometer dan diukur potensial sehingga diperoleh kurva hubungan antara potensial (mV) dengan log arus (mA/cm²).

2.2.9 Pengukuran FTIR

Pengukuran FTIR dilakukan dengan mengambil ekstrak pekat kulit jeruk siam dan ekstrak yang menempel pada baja kemudian dianalisis dengan *Fourier Transform Infra Red (FTIR)*.

2.2.10 Analisis SEM

Baja direndam pada medium tanpa dan dengan adanya ekstrak kulit jeruk siam selama 6 hari. kemudian baja dikeringkan dan dianalisis dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy (SEM)*.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Uji Fitokimia Ekstrak Kulit Jeruk Siam

Uji fitokimia bertujuan untuk mengidentifikasi kandungan senyawa metabolit sekunder yang terkandung di dalam ekstrak kulit jeruk siam.

Tabel 1. Hasil uji fitokimia

Senyawa	Hasil uji
Flavonoid	+
Fenolik	+
Triterpenoid	+
Steroid	-
Saponin	-
Alkaloid	-

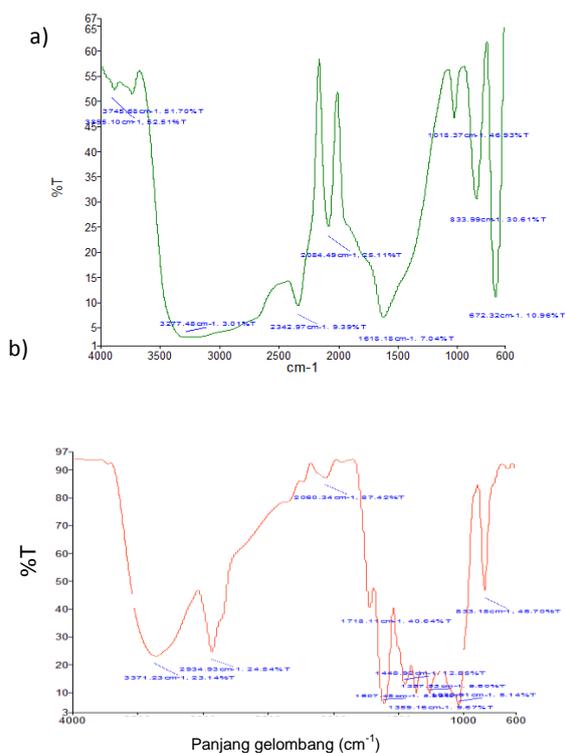
+ : Ada

- : Tidak ada

Dari Tabel 1. terlihat bahwa ekstrak kulit jeruk siam memiliki kandungan senyawa kimia seperti flavonoid, fenolik, triterpenoid yang dinyatakan dengan tanda positif (+). Sedangkan untuk steroid, saponin dan alkaloid tidak terdapat di dalam ekstrak dan dinyatakan dengan tanda negatif (-).

Berdasarkan hasil uji fitokimia diperoleh bahwa ekstrak kulit jeruk siam mengandung senyawa-senyawa metabolit sekunder, seperti flavonoid, fenolik dan triterpenoid. Adanya kandungan senyawa-senyawa ini mengindikasikan bahwa ekstrak kulit jeruk siam berpotensi dalam menghambat laju korosi baja dalam larutan HCl 1 N karena adanya heteroatom, gugus polar, ikatan π dan pasangan elektron bebas pada senyawa penyusun ekstrak[20].

3.2 Analisis FTIR



Gambar 1. Spektrum FTIR (a) Ekstrak kulit jeruk siam, (b) Lapisan korosi baja setelah perendaman dengan HCl 1 N yang mengandung ekstrak kulit jeruk siam

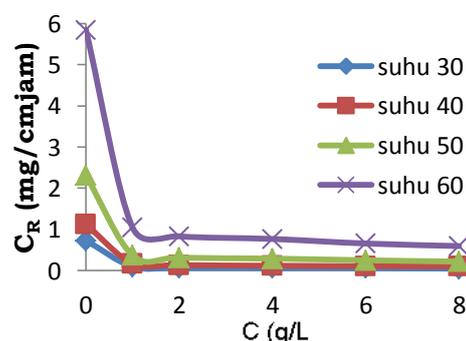
Senyawa yang berpotensi sebagai inhibitor korosi adalah senyawa yang memiliki gugus fungsi hidroksil (OH-), karboksil (-COOH), karbonil (=CO), -CO, amina (-C=N) dan gugus fungsi lainnya yang memiliki pasangan elektron[21].

Pada Gambar 1. Terlihat bahwa (a) gugus O-H (alkohol) pada angka gelombang 3371,23 cm^{-1} , gugus C-H pada angka gelombang 2934,93 cm^{-1} , gugus ester pada angka gelombang 2060,34 cm^{-1} dengan spektrum serapan yang lemah, gugus -CO- pada angka gelombang 1718,11 cm^{-1} , dan gugus eter pada angka gelombang 1257,53 cm^{-1} . Pada Gambar 1. terlihat bahwa (b) gugus -OH bergeser ke angka gelombang 3277,48 cm^{-1} dengan puncak lebih lebar dan gugus ester bergeser pada angka gelombang 2084,49 cm^{-1} dengan spektrum serapan yang tajam. Pergeseran angka gelombang yang ditunjukkan spektrum infra merah mengindikasikan bahwa terjadi interaksi antara senyawa yang terkandung di dalam ekstrak kulit jeruk siam (fenolik, flavonoid dan triterpenoid) dengan baja melalui adsorpsi ekstrak pada permukaan baja. Dengan demikian ekstrak kulit jeruk siam memiliki efek proteksi dan dapat menghambat laju korosi baja[21].

3.3 Analisis Weight Loss

Nilai laju korosi baja meningkat dengan naiknya suhu perendaman. Hal ini dikarenakan kenaikan suhu dapat meningkatkan energi kinetik antar partikel. Tumbukan antara ion logam dengan HCl pada permukaan baja akan menyebabkan timbulnya karat[22].

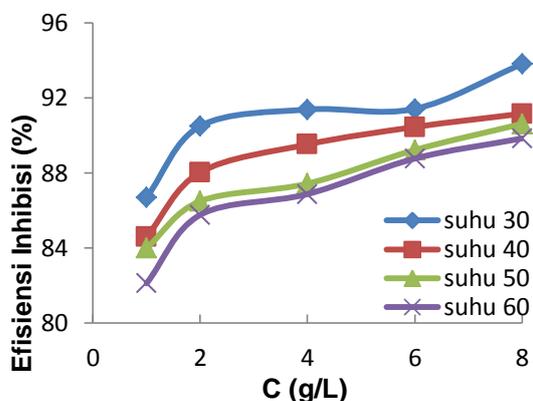
Berdasarkan variasi konsentrasi inhibitor yang diberikan terlihat adanya pengurangan laju korosi. Hal ini terjadi karena adanya adsorpsi inhibitor pada permukaan baja. Adsorpsi ini akan menjadi pembatas yang memisahkan permukaan baja dari medium korosif[22].



Gambar 2. Pengaruh konsentrasi inhibitor terhadap laju korosi baja dalam medium HCl 1 N tanpa dan dengan penambahan inhibitor

Terjadinya kenaikan yang signifikan antara efisiensi inhibisi dalam medium korosif tanpa dan dengan penambahan inhibitor menunjukkan kemampuan inhibitor dalam

menghambat korosi. Interaksi antara senyawa dalam ekstrak kulit jeruk siam dengan baja melalui mekanisme adsorpsi ekstrak dapat membentuk lapisan tipis pada permukaan baja. Dengan peningkatan daya adsorpsi ini, maka baja akan terlindungi dari serangan korosi dan nilai efisiensi inhibisinya juga meningkat[22].



Gambar 3. Pengaruh konsentrasi inhibitor terhadap efisiensi inhibisi korosi baja dalam larutan korosif HCl 1 N dengan penambahan inhibitor

Nilai efisiensi inhibisi dari ekstrak kulit jeruk siam semakin meningkat dengan meningkatnya konsentrasi yang diberikan dan menurun dengan meningkatnya suhu. Hal ini disebabkan karena pada suhu tinggi dapat merusak senyawa metabolit sekunder yang terdapat didalam ekstrak kulit jeruk siam. Pada suhu tinggi, energi kinetik antar partikel akan meningkat sehingga partikel akan bergerak acak yang dapat merusak lapisan tipis yang terbentuk pada permukaan baja. Terjadinya kenaikan efisiensi inhibisi tanpa dan dengan penambahan inhibitor dikarenakan kemampuan inhibitor dalam menghambat korosi[22].

3.4 Penentuan Isoterm Adsorpsi

Studi tentang isoterm adsorpsi telah dihitung menggunakan persamaan isoterm Langmuir dan Freundlich. Inhibisi korosi pada baja dengan menggunakan inhibitor ekstrak kulit jeruk siam mengikuti pola adsorpsi isoterm Langmuir karena nilai koefisien korelasi (R^2) yang diperoleh mendekati 1.

Tabel 2. Nilai koefisien korelasi (R^2) pada isoterm Langmuir

Suhu ($^{\circ}$ C)	K_{ads}	ΔG_{ads} (kJ/mol)
30	15,62	- 24,32
40	16,39	- 25,25
50	12,82	- 25,39
60	11,90	- 25,97

Nilai ΔG_{ads} yang negatif dan tingginya harga K_{ads} menandakan bahwa proses adsorpsi merupakan proses yang spontan dan kestabilan yang kuat antara lapisan yang diserap dengan permukaan baja. Nilai K_{ads} menurun dengan meningkatnya suhu. Hal ini menunjukkan bahwa dengan meningkatnya suhu kemampuan adsorpsi ekstrak kulit jeruk siam pada permukaan baja semakin rendah, begitu juga sebaliknya pada suhu tinggi terjadi tumbukan antar molekul pada baja dengan HCl yang semakin besar sehingga ekstrak semakin sulit teradsorpsi[23].

3.5 Penentuan E_a , ΔH^* dan ΔS^*

Persamaan Arrhenius menunjukkan hubungan antara $1/T$ dengan $\ln C_R$ (corrosion rate) dari baja yang direndam dalam medium HCl dengan dan tanpa penambahan inhibitor selama 7 jam waktu perendaman. Nilai slope dari persamaan garis lurus tersebut dapat digunakan untuk menentukan nilai energi aktivasi. Hasil dapat dilihat pada Tabel 3.

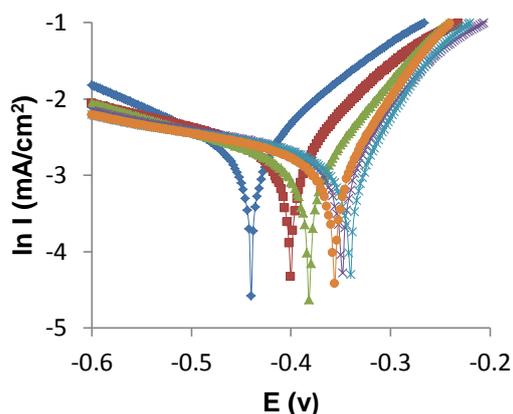
Tabel 3. Nilai energi aktivasi, entalpi dan entropi tanpa dan dengan penambahan ekstrak kulit jeruk siam (*Citrus microcarpa* Linn)

C (g/L)	Energi Aktivasi (kJ /mol)	ΔH^* (kJ /mol)	ΔS^* (J/mol)
0	32,91	55,24	-66,42
1	65,54	62,92	-57,69
2	68,92	66,31	-49,04
4	69,85	67,23	-46,96
6	65,58	62,96	-61,26
8	70,71	68,01	-46,46

Besarnya nilai energi aktivasi dan entalpi pada penambahan ekstrak disebabkan ekstrak telah teradsorpsi di permukaan baja. Nilai ΔH^* positif menandakan bahwa selama perendaman baja reaksi yang terjadi adalah endoterm. Semakin negatif nilai ΔS^* maka semakin spontan reaksi yang terjadi antara baja dengan medium korosif sehingga terjadi korosi[24].

3.6 Pengukuran Polarisation Potensiodinamik

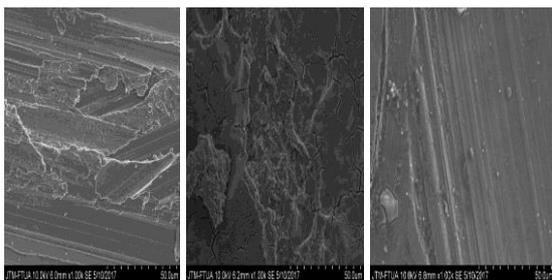
Pada aluran kurva dapat dilihat bahwa kurva ekstrak kulit jeruk siam terletak disebelah kanan dari kurva blanko atau HCl. Hal ini menandakan bahwa ekstrak merupakan inhibitor anodik dimana proses inhibisi korosi berlangsung dengan cara menekan reaksi oksidasi baja sehingga transfer elektron dapat terhambat[25].



Gambar 4. Kurva polarisasi potensio dinamik tanpa dan dengan penambahan ekstrak kulit jeruk siam dalam medium HCl 1 N

3.6 Analisis SEM

Analisis *scanning electron microscopy* (SEM) memberikan informasi tentang bentuk morfologi baja tanpa perlakuan, direndam dalam larutan HCl 1 N dan direndam dalam HCl 1 N dengan penambahan ekstrak.



Gambar 5. Hasil SEM permukaan baja dengan perbesaran 1000x (a) Tanpa perlakuan, (b) Pada larutan HCl 1 N (c) Pada larutan HCl 1 N + 8 g/L ekstrak kulit jeruk siam

Pada Gambar 5. Terlihat bahwa (a) permukaan baja tanpa perlakuan masih rata, tidak berpori dan belum mengalami korosi. Pada Gambar 5. Terlihat bahwa (b) permukaan baja setelah direndam dalam medium HCl 1 N terlihat mengalami korosi dan permukaannya tidak rata. Pada Gambar 5. Terlihat bahwa (c) permukaan baja yang direndam dalam HCl 1 N + 8 g/L ekstrak kulit jeruk siam terlihat lebih rata dan halus dibandingkan dengan baja yang direndam dalam HCl 1 N saja. Hal ini disebabkan ekstrak kulit jeruk siam teradsorpsi pada permukaan baja sehingga membentuk lapisan tipis[26].

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa ekstrak kulit jeruk siam dapat digunakan sebagai inhibitor

korosi dalam medium asam klorida 1 N. Nilai efisiensi inhibisi yang diperoleh dari metode kehilangan berat adalah 93,80 % dan metode polarisasi potensiodinamik adalah 96,25 %. Kurva polarisasi potensiodinamik menunjukkan bahwa ekstrak kulit jeruk siam bertindak sebagai inhibitor jenis anodik.

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih diberikan kepada Kepala laboratorium Foto/Elektrokimia Jurusan Kimia, FMIPA UNAND dan rekan-rekan yang telah membantu selama penelitian ini.

Referensi

1. Emriadi; Stiadi, Y.; Yolanda, I.: Mempelajari inhibisi korosi baja oleh tanin dalam air laut. *Jurnal Penelitian Andalas* 2000, 12, 17-24.
2. Kamal, C.; Sethuraman, M. G.: Spirulina platensis - A novel green inhibitor for acid corrosion of mild steel. *Arabian Journal of Chemistry* 2012, 5, 155-161.
3. Risandi, Y.; Emriadi; Stiadi, Y.: Ekstrak daun pepaya (*Carica papaya*) sebagai inhibitor korosi baja St-37 dalam medium asam sulfat. *Jurnal Kimia Unand* 2012, 1, 27-33.
4. Nidia, B.; Stiadi, Y.; Emriadi.: Inhibisi korosi baja oleh ekstrak kulit buah rambutan (*Nephelium lappaceum Linn*) dalam medium asam sulfat. *Jurnal Kimia Unand* 2013, 2, 133-143.
5. Yetri, Y.; Emriadi; Jamarun, N.; Gunawarman.: Corrosion inhibitor efficiency of mild steel in hydrochloric acid by adding theobroma cacao peel extract. *International Conference on Biological, Chemical and Environmental Sciences* 2014, 23, 14-15.
6. Sari, A. K. P.; Emriadi; Stiadi, Y.: Pemanfaatan ekstrak daun jambu biji (*Psidium guajava*) sebagai inhibitor korosi baja dalam medium asam klorida. *Jurnal Kimia Unand* 2013, 52, 17-24.
7. Ebadi, M.; Wen, J. B.; Asirun; Hamidi, K.; Hapipah, M. A.: Corrosion inhibitor properties of pyrazolyindolenine compound on copper surface in acidic media. *Arabian Journal of Chemistry* 2012, 6, 163.
8. Abiola, O. K.; James, A. O.: The effects of Aloe vera extract on corrosion and kinetics of corrosion of zinc in HCl solution. *Corrosion Science* 2009, 4, 69-77.
9. Emriadi; Stiadi, Y.; Djalois, M.: Inhibisi korosi baja oleh tanin dalam larutan asam sulfat. *Jurnal Kimia Andalas* 1999, 5, 66-70.
10. Oguzie, E. E.: Evaluation of the inhibitive effect of some plant extractson the acid

- corrosion of mild steel. *Corrosion Science* 2010, 43, 168-178
11. Patel, S. K.: Heat Treatment of low carbon steel. *Department of Mechanical Engineering National Institute of Technology* 2011, 65, 3-6.
 12. Ibrahim, T.; Alayan, H.; Mowaket, Y. A.: The effect of Thyme leaves extract on corrosion of mild steel in HCl. *Journal Progress in Organic Coatings* 2012, 75, 456-462.
 13. Fouda, A. S.; Dina, M.; Badr, A. H.: Extract of *Camellia sinensis* as green inhibitor for the corrosion of mild steel in aqueous solution. *Journal of the Korean Chemical Society* 2013, 4, 65-78.
 14. Lukmandaru, G.; Kristian, V.; Anisa, A. G.: Aktivitas antioksidan ekstrak metanol kayu *Mangifera indica* L., *Mangifera foetida* Lour, dan *Mangifera odorata* Griff. *Jurnal Ilmu Kehutanan* 2012, 6, 18-20.
 15. Odewunmi, N. A.; Umoren, S. A.; Gasem, Z. M.: Utilization of watermelon rind extract as a green corrosion inhibitor for mild steel in acidic media. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 2015, 21, 239-247.
 16. Singh, M.; Ramananda; Kaushal, G.: 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* 2015, 5, 467-474.
 17. Zhang, P.; Prakash, B.; Jeyaprabha, K.; Shankar.: Stigma sterol extracted from *Ficushispida* leaves as a green inhibitor for the mild steel corrosion in 1 m HCl solution. *Arabian Journal, Journal of Chemistry* 2015, 9, 1-12.
 18. Hamdani, E. R.; Fadil, M.; Tourabi, C.; Jama, F.; Bentiss.: Alkaloids extract of *Retamamono sperma (l.) boiss* seeds used as noveleco-friendly inhibitor for carbon steel corrosion in 1 M HCl solution electrochemical and surface studies. *Applied Surface Science* 2015, 4, 50-51.
 19. Boumhara, K.; Tabyaoui, M.: *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* 2015, 29, 146-155.
 20. Soltani, N.; Tavakkoli, N.; Kashani, M. K.; Mosavizadeh, A. E. E. O.; Jalali, M. R.: *Silibum marianum* extract as a natural source inhibitor for 304 stainless steel corrosion in 1 M HCl. *Journal of Industrial and Eengineering Chemistry* 2014, 8, 1-11.
 21. Helen, L. Y. S.; Saad, B.: *Aquilaria crassna* leaves extract as a green corrosion inhibitor for meel steel in 1 M HCl medium. *International Journal Electrochemical Science* 2014, 9, 830-846.
 22. Zakaria, K.; Hamdy, A. M. A.; Abbas, O. M.; Abo, E.: New organic compounds based on *Siloxanemoiety* as corrosion inhibitors for carbon steel in HCl solution: weight loss, electrochemical and surface studies. *Journal Of The Taiwan Institute of Chemical Engineers* 2016, 7, 1-14.
 23. Bhawsar; Jeetendra, P. K.; Jain, S.: Experimental and computational studies of *Nicotiana tabacum* leaves extract as greencorrosion inhibitor for mild steel in acidic medium. *Alexandria Engineering Journal* 2015, 54, 769-775.
 24. Mourya, P.; Banarjee, S.; Singh, M.: Corrosion Inhibition of Mild Steel in Acidic Solution by *Tagetes erecta (Marigold flower)* extract as a Green Inhibitor. *Corrosion Science* 2014, 85, 352-363.
 25. Gusti, D. R.; Emriadi; Alif, A.; Efdi, M.: Surface Characteristics on Mild Steel Using Aqueous Extract of Cassava (*Manihot esculenta*) Leaves as a Corrosion Inhibitor. *Der Pharma Chemica* 2016, 8, 113-118.
 26. Soltani, N.; Tavakkoli, N.; Kashani, M. K.; Mosavizadeh, A.E.E.O.; Jalali, M.R.: *Silibum marianum* extract as a natural source inhibitor for 304 stainless steel corrosion in 1 M HCl. *Journal of Industrial and Eengineering Chemistry* 2014, 9, 1-11.

PENGARUH PENAMBAHAN PUPUK KOMERSIAL PADA *Bold's Basal Medium* (BBM) TERHADAP PERTUMBUHAN *Spirulina platensis* DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN

Zulkarnain Chaidir, Elida Mardiah, Nur Fadillah Pulungan*

Laboratorium Biokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: nurfadilahpulungan@gmail.com
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstrak: Produktivitas dan kualitas dari *Spirulina platensis* ditentukan oleh medium kultur. Salah satu nutrisi yang bisa digunakan untuk pertumbuhan mikroalga *Spirulina platensis* adalah pupuk komersial seperti Urea, ZA dan TSP. Nitrogen yang terkandung dalam pupuk Urea dan ZA serta fosfat pada pupuk TSP dapat digunakan sebagai tambahan nutrisi kedalam medium kultur. Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimalkan medium kultur pertumbuhan *Spirulina platensis* dan uji aktivitas antioksidan. Uji aktivitas antioksidan dilakukan dengan menghitung IC_{50} secara spektrofotometri dengan metode *1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl* (DPPH). Hasil penelitian menunjukkan bahwa variasi pupuk pada perlakuan P1, P2, P3, P4, P5 dan P6 memberikan pertumbuhan yang optimum pada perlakuan P5 (40% Urea, 10% ZA dan 40% TSP). Pertumbuhan *Spirulina platensis* pada medium BBM, P5 dan BBM yang dikombinasikan dengan P5 memberikan kepadatan sel tertinggi pada hari yang berbeda-beda. Pertumbuhan tertinggi terdapat pada medium E (BBM 10% + P5 50%). Aktivitas antioksidan pada medium A, B, C, D dan E secara berturut-turut 82,009 mg/L, 107,786 mg/L, 69,103 mg/L, 76,432 mg/L, dan 82,950 mg/L.

Kata Kunci: *Spirulina platensis*, pupuk (Urea, ZA dan TSP), Antioksidan.

I. Pendahuluan

Radikal bebas (*free radical*) adalah suatu senyawa atau molekul yang mengandung satu atau lebih elektron tidak berpasangan pada orbital terluarnya. Adanya elektron tidak berpasangan menyebabkan senyawa tersebut sangat reaktif mencari pasangan dengan cara menyerang dan mengikat elektron molekul yang berada disekitarnya [1]. Reaksi ini akan terjadi secara terus menerus dalam tubuh apabila tidak dihentikan akan menimbulkan berbagai penyakit.

Radikal bebas yang diproduksi didalam tubuh akan dinetralisir oleh antioksidan yang ada didalam tubuh, bila kadar radikal terlalu tinggi maka antioksidan dalam tubuh tidak memadai untuk menetralsir radikal tersebut [1]. Untuk mencegah efek radikal bebas yang berlebih maka diperlukan suplemen tambahan kedalam tubuh yang mempunyai efek sebagai antioksidan [4].

Komposisi biokimia dan pertumbuhan mikroalga *Spirulina platensis* dipengaruhi oleh kandungan nutrisi pada medium kultur. Kondisi nutrisi yang optimum sangat penting untuk menentukan nilai produksi biomassa dan kandungan senyawa kimia mikroalga.

Dao-lun dan Zhu-cheng (2006) menyatakan bahwa material anorganik seperti nitrogen (N), fosfor (P), dan kalium (K) merupakan substansi yang baik bagi pertumbuhan *Spirulina platensis* [5]. Salah satu nutrisi yang bisa digunakan untuk pertumbuhan mikroalga adalah pupuk komersial seperti Urea, *Zwavelzuur Amonia* (ZA) dan *Triple Super Phosphate* (TSP). Urea memiliki kandungan nitrogen yang tinggi mencapai 46%, pupuk ZA mengandung 21% nitrogen dan 24% sulfur serta pupuk TSP mengandung 45% fosfat. Penelitian ini bertujuan untuk mengoptimalkan medium kultur dengan penambahan komposisi pupuk komersial (Urea, ZA dan TSP) terhadap *Bold's Basal Medium* (BBM), dan menentukan pengaruh komposisi medium terhadap kandungan antioksidan secara spektrofotometri dengan metode *1,1-diphenyl-2-pikrilhidrazil* (DPPH) sebagai radikal bebas.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Perlengkapan kultivasi (Pompa akuarium, selang akuarium, botol kaca 500 mL, karet, plastik). Peralatan gelas (erlenmeyer, gelas ukur, labu ukur, batang pengaduk, tabung reaksi, pipet mikro, pipet tetes). Botol vial,

spektrofotometer UV-Vis *Thermo Scientific Genesys 20*, sentrifugasi, sonikator, oven, autoclave, freezer, Mikroskop Cahaya, Hotplate, magnetik bar, Neraca analitis, Aluminium foil, Plastik wrap.

Spirulina platensis yang telah tersedia sebagai stock kultur di laboratorium Biokimia Universitas Andalas Padang, NaNO_3 , $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, K_2HPO_4 , KH_2PO_4 , NaCl , (*trace metal* (ZnSO_4 , MnCl_2 , CuSO_4 , $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), *EDTA solution* (EDTA-KOH), *Fe Solution* ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, H_2SO_4) dan H_3BO_3), pupuk Urea, pupuk ZA, pupuk TSP, Metanol, Asam Askorbat, *Difenil Pikril Hidrazil* (DPPH), akuades, kloroform, FeCl_3 , HCl , Bubuk Mg, anhidrat asetat, asam sulfat dan pereaksi mayer.

2.2 Pemilihan Dosis Pupuk (Urea, ZA dan TSP)

Pemilihan dosis pupuk mengacu pada Afriza, (2014)[7] yang telah dimodifikasi dengan memvariasikan konsentrasi dari pupuk Urea, ZA dan TSP. Komposisi masing-masing perlakuan sebagai berikut: P1 (0 mg/L Urea; 50 mg/L ZA; 40 mg/L TSP), P2 (10 mg/L Urea; 40 mg/L ZA; 40 mg/L TSP), P3 (20 mg/L Urea; 30 mg/L ZA; 40 mg/L TSP), P4 (30 mg/L Urea; 20 mg/L ZA; 40 mg/L TSP), P5 (40 mg/L Urea; 10 mg/L ZA; 40 mg/L TSP), P6 (50 mg/L Urea; 0 mg/L ZA; 40 mg/L TSP).

2.3 Medium Pertumbuhan *Spirulina platensis*

Kultivasi *Spirulina platensis* dilakukan dalam 5 medium yang terdiri dari medium BBM, medium pupuk dan medium BBM yang dikombinasikan dengan medium pupuk. Pembuatan medium kombinasi 1 L dengan melarutkan konsentrasi yang ditetapkan dengan akuades pada labu ukur 1000 mL. Komposisi masing-masing medium sebagai berikut:

- Medium A: BBM
- Medium B: P5
- Medium C: BBM 50% + P5 50%
- Medium D: BBM 50% + P5 10%
- Medium E: BBM 10% + P5 50%.

2.4 Kultivasi *Spirulina platensis*

Spirulina platensis diperoleh dari Laboratorium Biokimia Universitas Andalas Padang, dikultur pada medium A, B, C, D dan E. Diaerasi secara konstan pada suhu ruang (25-30°C) dan diberi pencahayaan ruangan selama

24 jam., nilai OD yang diperoleh setiap hari diplotkan ke dalam kurva pertumbuhan.

2.5 Ekstraksi Mikroalga *Spirulina platensis*.

Sebanyak 0,4 g biomassa kering masing-masing diekstrak dengan metanol, disonikasi pada gelombang 480 Hz selama 1 jam kemudian dimaserasi 1 x 24 jam. Larutan disentrifus dan supernatan diambil. Ekstraksi diulangi dengan perlakuan yang sama hingga larutan tidak berwarna. Supernatan digabung dan dikering anginkan sampai didapat ekstrak kering *Spirulina platensis*.

2.6 Uji Fitokimia (Analisis komponen Aktif)

Biomassa kering sebanyak 0,1 g dihaluskan, dimaserasi menggunakan metanol. Filtrat dipisahkan dan ditambahkan kloroform dan air suling dengan perbandingan 1:1 sebanyak 5 mL. Lapisan air ditambahkan asam klorida kurang lebih 0,5 mL dan serbuk Mg, terbentuk warna orange sampai merah mengindikasikan positif flavonoid. Lapisan air dikocok kuat-kuat, terbentuk busa yang tidak hilang selama 5 menit dengan penambahan beberapa tetes asam klorida pekat menunjukkan adanya saponin. Lapisan air dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan ditambahkan pereaksi besi (III) klorida, terbentuknya warna biru atau ungu menandakan adanya kandungan senyawa fenolik. Pemeriksaan steroid dan triterpenoid dilakukan dengan pereaksi *Lieberman-Burchard*. Lapisan kloroform diteteskan pada plat tetes dan biarkan kering, kemudian ditambahkan satu tetes asam asetat anhidrat, dan satu tetes asam sulfat pekat. Terbentuknya cincin hijau menandakan adanya steroid dan timbulnya cincin merah atau merah ungu menandakan adanya triterpenoid [8].

2.7 Uji Aktivitas Antioksidan

2.7.1 Pembuatan larutan DPPH 0,1 mM

Larutan DPPH dibuat dengan melarutkan 4 mg DPPH kedalam labu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan metanol sampai tanda batas. Larutan dihindari dari cahaya matahari dan diinkubasi dalam suasana gelap selama 30 menit pada suhu ruangan.

2.7.2 Pembuatan larutan kontrol positif

Sebanyak 10 mg asam askorbat dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 10 mL sampai tanda batas, didapatkan konsentrasinya 1000 mg/L. Kemudian dibuat 5 variasi konsentrasi 10; 20; 30; 40 dan 50 mg/L dengan metode pengenceran.

2.7.3 Pembuatan larutan Uji

Larutan uji dibuat dengan cara melarutkan 10 mg ekstrak murni dari masing-masing medium dengan metanol dalam labu ukur 10 mL sampai tanda batas, diperoleh konsentrasi larutan sebesar 1000 mg/L. Selanjutnya dibuat 5 variasi konsentrasi dari larutan uji dengan metode pengenceran. Variasi konsentrasi berturut-turut adalah 10; 20; 30; 40; dan 50 mg/L.

2.7.4 Uji Aktivitas Antioksidan Secara Kuantitatif

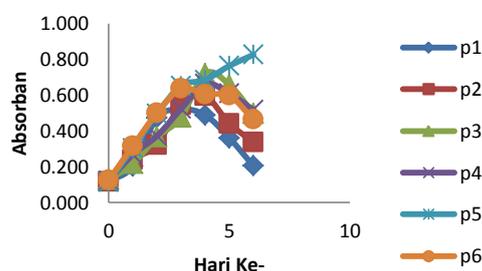
Masing-masing larutan uji dan kontrol positif diambil sebanyak 2 mL kemudian ditambahkan 3 mL larutan DPPH dan didiamkan selama 30 menit ditempat yang gelap. Sebagai kontrol negatif pada pengujian ini adalah 2 mL metanol ditambah 3 mL larutan DPPH dan sebagai blanko digunakan 5 mL metanol. Kemudian diukur absorban dari masing-masing konsentrasi larutan uji dan kontrol pada panjang gelombang 517 nm. Berdasarkan absorban yang didapat, % inhibisi dihitung dengan rumus :

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

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Pemilihan Dosis Pupuk

Pemilihan dosis pupuk yang dikombinasikan dengan medium BBM untuk pertumbuhan *Spirulina platensis* terlebih dahulu dikultur pada perlakuan P1, P2, P3, P4, P5 dan P6. Kurva pertumbuhan *Spirulina platensis* dalam perlakuan disajikan pada Gambar 1.

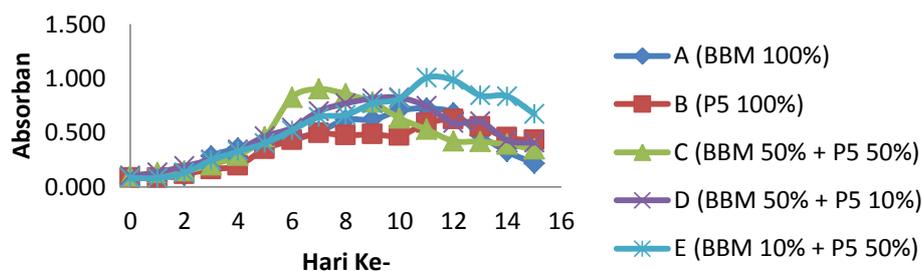


Gambar 1. Grafik kurva pertumbuhan *Spirulina platensis* dengan perlakuan berbagai variasi pupuk P1, P2, P3, P4, P5, P6.

Perlakuan P1 memiliki pertumbuhan yang singkat dikarenakan sumber nitrogen hanya berasal dari pupuk ZA, dan pupuk ZA dapat menurunkan pH medium kultur menjadi asam, sedangkan pertumbuhan mikroalga akan lebih baik pada rentang pH yang bersifat basa dibandingkan pH netral atau asam. P5 memiliki kelimpahan sel yang tinggi dari P2, P3, dan P4 karena memiliki kadar nitrogen cukup besar dari pupuk urea yang dan kadar pupuk ZA yang kecil sehingga dapat menyeimbangkan kondisi nutrisi dan pH pada medium kultur. Isnansetyo (1995) menyatakan unsur nitrogen (N) dan fosfor (P) merupakan makronutrien yang penting untuk pertumbuhan dan perkembangan mikroalga. Pupuk Urea dan ZA berperan sebagai penyumbang utama amonium kedalam medium kultur. Urea bertindak sebagai penyumbang ion amonium terbesar dalam medium pertumbuhan dibandingkan dengan pupuk ZA.

3.2 Kultivasi *Spirulina platensis* dalam medium yang dikombinasi

Kepadatan sel mikroalga *Spirulina platensis* secara visual dapat ditandai dengan bertambah pekatnya warna kultur. Kelimpahan sel *Spirulina platensis* dipengaruhi oleh faktor tumbuh dan faktor pendukung. Dimana faktor tumbuh dapat diklasifikasikan sebagai faktor sumber daya yang secara langsung dipergunakan oleh sel mikroalga untuk tumbuh seperti unsur hara, cahaya dan CO₂. Faktor pendukung terdiri dari faktor lingkungan yang mempengaruhi metabolisme dalam sel mikroalga, seperti suhu dan pH [11].



Gambar 2. Grafik kurva pertumbuhan *Spirulina platensis* dalam medium yang dikombinasikan

Perlakuan A merupakan medium BBM tanpa pemberian media pupuk, pertumbuhan *Spirulina platensis* pada medium ini dimulai dari fase lag (adaptasi) pada hari ke 1-2, kemudian fase logaritmik atau eksponensial pada hari ke 3-9 fase ini ditandai dengan tingginya laju pertumbuhan karena mikroalga sedang aktif berkembang biak. Fase selanjutnya adalah fase stasioner pada hari 9-11, pada fase ini pertumbuhan dengan laju yang lebih lambat seiring dengan berkurangnya nutrisi yang tersedia didalam kultur, sehingga terjadi perombakan metabolit primer dan pembentukan metabolit sekunder. Kemudian pada fase selanjutnya adalah fase kematian merupakan fase ketika terjadi penurunan jumlah sel mikroalga.

Perlakuan B merupakan dosis pupuk P5 (40 mg/L Urea; 10 mg/L ZA; 40 mg/L TSP) memberikan kelimpahan sel yang terkecil dibandingkan dengan perlakuan A (BBM) karena perlakuan B sumber nutrisinya berasal dari kombinasi pupuk Urea, ZA dan TSP. Sedangkan pada perlakuan A merupakan medium pertumbuhan mikroalga universal yang terdiri dari makronutrien dan mikronutrien yang sudah ditetapkan untuk pertumbuhan mikroalga.

Pada perlakuan C, D dan E merupakan medium kombinasi dari BBM dan P5, pertumbuhan *Spirulina* pada perlakuan ini memiliki pertumbuhan sel yang lebih tinggi dibandingkan perlakuan A dan B, karena medium tersebut memiliki kandungan nutrisi yang cukup untuk pertumbuhan *Spirulina*. Djarijah (1996) menyatakan, media pupuk berpengaruh terhadap laju pertumbuhan, karena laju pertumbuhan fotosintesis mikroalga dipengaruhi oleh faktor nutrisi yang terdapat dalam media kultur yang diberikan, hal yang diperlukan dalam pertumbuhan mikroalga seperti komposisi dan

konsentrasi unsur-unsur makro. Sumber nitrogen yang utama berupa ion nitrat dan dapat digantikan oleh ion ammonium yang berasal dari urea.

Nilai laju pertumbuhan dapat digunakan sebagai tolak ukur untuk mengetahui daya dukung media terhadap pertumbuhan *Spirulina platensis*. Semakin cepat laju pertumbuhan maka semakin baik daya dukung media terhadap laju pertumbuhan *Spirulina platensis*. Laju pertumbuhan tinggi berarti peningkatan jumlah populasi lebih cepat sehingga masa panen akan lebih cepat.

3.3 Pemanenan dan Pengeringan *Spirulina platensis*

Pemanenan *Spirulina platensis* dilakukan pada fasa stasioner sebelum terjadinya fasa penurunan pertumbuhan mikroalga. Pada fasa stasioner ini kepadatan sel kultur mulai mencapai masa jenuhnya sehingga warna yang ditimbulkan menjadi sangat pekat, sementara warna hijau yang terbentuk berasal dari pigmen hijau (klorofil) yang disintesis oleh mikroalga.

Tabel 1. Bobot biomassa *Spirulina platensis* yang dikultivasi dalam medium berbeda.

Medium	Bobot Biomassa (g/L)
A (BBM)	0,4401
B (P5)	0,3724
C (BBM 50% + P5 50%)	1,0632
D (BBM 50% + P5 10%)	0,6245
E (BBM 10% + P5 50%)	1,4068

Bobot biomassa *Spirulina platensis* yang dikultivasi dalam medium BBM yang dikombinasikan dengan medium pupuk lebih besar dibandingkan bobot biomassa pada medium BBM dan P5. Hal ini dipengaruhi oleh komposisi nutrisi dalam medium.

Sehingga penambahan dosis pupuk berpengaruh terhadap pertumbuhan sel mikroalga *Spirulina platensis*.

3.4 Senyawa Aktif *Spirulina platensis*

Identifikasi senyawa aktif dilakukan pada biomassa kering *Spirulina platensis* dengan cara uji fitokimia. Analisis fitokimia bertujuan untuk mengetahui adanya senyawa kimia yang bertindak sebagai sumber bahan alami sebagai antioksidan.

Tabel 2. Hasil uji fitokimia biomassa kering *Spirulina platensis*

Komponen Aktif	Pereaksi	Pengamatan	Hasil
Alkaloid	Meyer	Terbentuk endapan putih	+
Flavonoid	HCl + Mg	Larutan warna orange	-
Saponin	HCl	Terbentuknya busa	+
Fenolik	FeCl ₃	Larutan warna hijau kehitaman	+
Steroid	Liebermann-Burchard	Warna biru kehijauan	+
Triterpenoid	Liebermann-Burchard	Cincin merah	-

Keterangan: (+) Terdeteksi
 (-) Tidak Terdeteksi

Hasil penelitian menunjukkan bahwa biomassa kering *Spirulina* mengandung senyawa alkaloid, steroid, saponin dan fenolik. Alkaloid pada organisme memiliki potensi sebagai antibakteri, anti kanker. Peneliti terdahulu menyatakan bahwa alkaloid dan turunannya dapat menghambat pertumbuhan *Plasmodium* dengan IC₅₀ antara 0,031 hingga 3,4 µM.

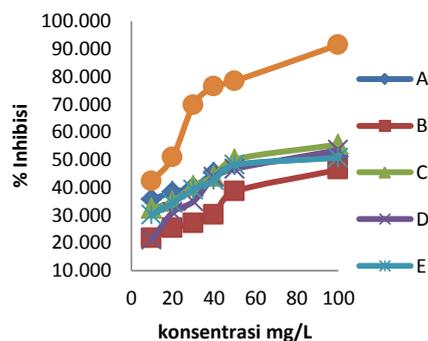
Senyawa flavonoid tidak terdeteksi pada biomassa *Spirulina*. Hasil ini sama dengan penelitian wulandari (2016) dimana, metabolit sekunder flavonoid tidak terdeteksi pada ekstrak kasar *Spirulina platensis*. Tidak adanya kandungan flavonoid pada *Spirulina* karena pengalihan biosintesis pentosa fosfat ke jalur kedua [12]. Senyawa fenolik merupakan metabolit sekunder terbesar pada tanaman, aktivitas senyawa fenolik meliputi antibakteri, antiinflamasi, antivirus, antikanker dan anti alergi. Aktivitas-aktivitas tersebut dapat dikaitkan dengan mekanisme kerjanya sebagai antioksidan yaitu melalui kemampuan gugus

fenol untuk berpasangan dengan radikal bebas dengan cara mendonorkan atom hidrogennya.

3.5 Hasil Pengujian Aktivitas Antioksidan

Uji aktivitas antioksidan *Spirulina* dilakukan dengan menggunakan metode penangkapan radikal bebas DPPH. Metode ini dipilih karena memerlukan sedikit sampel, sederhana, mudah, cepat dan peka untuk mengevaluasi aktivitas antioksidan dari senyawa bahan alam. Pada metode ini, DPPH bertindak sebagai radikal bebas yang akan berikatan dengan senyawa antioksidan. Suatu senyawa dikatakan memiliki aktivitas antioksidan apabila senyawa tersebut mampu mendonorkan atom hidrogennya pada radikal bebas DPPH yang ditandai dengan terjadinya perubahan warna ungu menjadi kuning pucat. DPPH memiliki serapan yang kuat pada panjang gelombang 517 nm dalam bentuk teroksidasi.

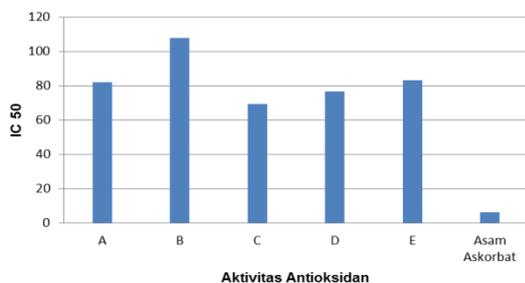
Pembandingan yang digunakan adalah asam askorbat, karena asam askorbat berfungsi sebagai antioksidan sekunder yaitu menangkap radikal bebas dan mencegah terjadinya reaksi berantai. Uji DPPH dilakukan untuk mengetahui nilai hambatan ekstrak yang berpotensi sebagai antioksidan. Hasil pengukuran antioksidan dapat dilihat pada Gambar 3.



Gambar 3. Persen Inhibisi dari mikroalga *Spirulina platensis* pada medium A (BBM 100%), B (P5 100%), C (BBM 50% + P5 50%), D (BBM 50% + P5 10%) dan E (BBM 10% + P5 50%).

Dari Gambar 3 terlihat bahwa semakin besar konsentrasi ekstrak *Spirulina* dan asam askorbat maka persen inhibisi juga semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin banyak terdapat senyawa aktif dalam larutan untuk menangkap radikal bebas pada DPPH

sehingga sisa radikal bebas semakin sedikit. Persen inhibisi tertinggi dari larutan uji terdapat pada medium C (BBM 50% + P5 50%) sebesar 55,456%, kemudian disusul oleh medium D (BBM 50% + P5 10%) sebesar 53,448%, medium A (BBM 100%) sebesar 50,984%, E (BBM 10% + P5 50%) sebesar 50,626% dan persen inhibisi yang terkecil adalah medium B (P5 100%) sebesar 46,333%, kemudian persen inhibisi dari asam askorbat sebesar 91,413%.



Gambar 4. IC_{50} *Spirulina platensis* yang ditumbuhkan di dalam medium A (BBM 100%), B (P5 100%), C (BBM 50% + P5 50%), D (BBM 50% + P5 10%) dan E (BBM 10% + P5 50%).

Aktivitas antioksidan digolongkan berdasarkan nilai IC_{50} . Jika nilai IC_{50} kurang dari 50 mg/L digolongkan sebagai antioksidan sangat kuat, IC_{50} 50-100 mg/L digolongkan antioksidan kuat, IC_{50} 101- 250 mg/L digolongkan antioksidan sedang, IC_{50} 251- 500 mg/L digolongkan antioksidan lemah, dan IC_{50} lebih besar dari 500 mg/L dikatakan tidak aktif sebagai antioksidan. Hasil pengukuran IC_{50} dapat dilihat pada gambar 3.4. IC_{50} *Spirulina* diamati dengan menghitung persen inhibisi pada tiap konsentrasi larutan uji, kemudian dihitung dengan menggunakan analisis regresi linier. Nilai IC_{50} adalah konsentrasi antioksidan ($\mu\text{g}/\text{mL}$) yang mampu meredam radikal bebas sebanyak 50% dibanding kontrol. Ekstrak dikatakan aktif sebagai antioksidan bila nilai IC_{50} kurang dari 200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ [14].

Sesuai klasifikasi nilai IC_{50} *Spirulina* yang tumbuhkan dalam medium BBM dan medium dimodifikasi (BBM + P5) memiliki potensi antioksidan kuat karena mempunyai IC_{50} antara 50-100 mg/L. Sedangkan antioksidan yang ditumbuhkan dalam medium pupuk merupakan antioksidan kategori sedang karena mempunyai nilai IC_{50} antara 101-150

mg/L dan Asam askorbat yang digunakan sebagai pembanding mempunyai aktivitas antioksidan sangat aktif, yaitu sebesar 6,340 mg/L. IC_{50} . Reduksi DPPH menjadi DPPH-H disebabkan adanya donor hidrogen dari ekstrak *Spirulina platensis* maupun pada asam askorbat. Aktivitas antioksidan yang kuat sangat dipengaruhi oleh banyaknya gugus hidroksil dan ikatan rangkap berkonjugasi yang terdapat pada senyawa. Seperti halnya pada asam askorbat yang memiliki aktivitas antioksidan sangat aktif disebabkan adanya beberapa gugus hidroksil yang dimilikinya untuk menangkap radikal bebas dengan membentuk radikal baru.

IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan dosis pupuk yang optimum untuk medium kultur *Spirulina platensis* pada perlakuan P5 (40 mg/L urea, 10 mg/L ZA dan 40 mg/L TSP). Kurva pertumbuhan *Spirulina platensis* pada medium BBM, P5 dan BBM yang dikombinasikan dengan P5 memberikan kepadatan sel tertinggi pada hari yang berbeda-beda. Medium A (BBM) pertumbuhan optimumnya pada hari ke-11 sebesar 0,723; medium B (P5) pertumbuhan optimum pada hari ke-12 sebesar 0,621; medium C (BBM 50% + P5 50%) pertumbuhan optimumnya pada hari ke-7 sebesar 0,901; medium D (BBM 50% + P5 10%) pada hari ke-10 sebesar 0,821 dan medium E (BBM 10% + P5 50%) memiliki pertumbuhan optimum pada hari ke-11 sebesar 1,005. Aktivitas antioksidan dengan menggunakan metode DPPH memberikan persen inhibisi tertinggi pada medium C sebesar 55,456%, dengan IC_{50} sebesar 69,103 mg/L, yang digolongkan sebagai antioksidan kuat.

V. Ucapan Terima Kasih

Terimakasih kepada dosen pembimbing bapak Prof. Dr. Zulkarnain Chaidir dan Ibu Elida Mardiah, MS. yang telah membimbing dan memberi arahan selama penelitian sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dengan baik.

Referensi

1. Fajriah, S.; Darmawan, A.; Sundowo, A.; Artanti, N.; Isolasi senyawa antioksidan dari ekstrak etil asetat dan benalu (*Dendrophloe pentandra* L. Miq) yang tumbuh pada inang Lobi-lobi, *Jurnal Kimia Indonesia* 2007.

2. Rohmatussolihat; Antioksidan penyelamat sel-sel tubuh manusia. *Bio Trend* 2009., Vol.4, No.1.
3. Yudiati, Ervia; Sri S.; Sunarsih; Rani A.; Aktivitas antioksidan dan toksisitas ekstrak metanol dan pigmen kasar *Spirulina sp.* Universitas Diponegoro, Semarang, 2011. Vol. 16(4) 187-192.
4. Kozlenko, R.; R.H. Henson; *Latest scientific research on spirulina: Effects on the AIDS, cancer and the immunes system*, 1998.
5. Dao-lun F.; Wu Zu-cheng; *Culture of Spirulina platensis in human urine for biomass production and O₂ evolution*. Journal of Zhejiang University, 2006. 7 (1): 34-37.
6. Rahman, M.; Andi S.; Pengujian kandungan protein mikroalga *Spirulina sp.* dalam media pupuk, Jurusan kimia, FMIPA Universitas Lampung, Bandar Lampung, 2014.
7. Afriza, Zafira; Gusti D.; Anna I. S. P; Pengaruh pemberian pupuk Urea (CH₄N₂O) dengan dosis berbeda terhadap kepadatan sel dan laju pertumbuhan *Porphyridium sp.* pada kultur fitoplankton skala laboratorium, Program Studi Ilmu Kelautan, FMIPA, Universitas Sriwijaya, Indonesia, 2014. 7(2):33-40.
8. Djamil, R., Anelia, T.; penapisan fitokimia dan uji antioksidan dari ekstrak metanol beberapa spesies *papilionacae*, *Jurnal Ilmu Farmasi Indonesia*, 2009. Vol. 7, No.2.
9. Prabowo, Danang A.; Optimasi pengembangan media untuk pertumbuhan *Chlorella sp.* pada skala laboratorium, *Skripsi*, Program Studi Ilmu dan Teknologi Kelautan, Fakultas perikanan dan Ilmu Kelautan, IPB, 2009.
10. Sirait, P. S.; Potensi *Spirulina platensis* sebagai Antihipertensi secara *in vitro*, *Skripsi*, Departemen Teknologi Hasil Perairan, Fakultas Perikanan dan Ilmu Kelautan, IPB: Bogor, 2014.
11. Chrismandha T.; Panggabean L.M.; Mardiaty Y.; Pengaruh konsentrasi nitrogen dan fosfor terhadap pertumbuhan, kandungan protein, karbohidrat, dan fikosianin pada kultur *Spirulina fusiformis*. *Berita Biologi*, 2006. 8(3):163-169.
12. Wulanddari, D. A.; Ekstraksi dan Aktivitas Inhibisi *Spirulina platensis* terhadap *Plasmodium falciparum* 3D7 penyebab malaria secara *In-Vitro*, *Tesis*, IPB, Bogor, 2016.
13. Shekhar, T. C., Anju, G.; *Antioxidant activity by DPPH Radical Scavenging Method of Agretum conyzoides Linn*. Leaves, *American Journal of Ethnomedicine* 2014, Vol 1, No.42
14. Murray, R.K.; Daryl K.G; Peter, A. M; Victor, W. R.; *Biokimia Harper*. Penerbit Buku Kedokteran: Jakarta. 2009. ISBN 978974489437.

EKSTRAK KULIT BUAH KUINI (*Mangifera odorata* Griff) SEBAGAI INHIBITOR KOROSI BAJA DALAM MEDIUM ASAM KLORIDA

Randa Kurniawan*, Yeni Stiadi, Emriadi

Laboratorium Foto/Elektrokimia Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: randakurniawan17@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA UNAND, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Mango peel extract is a natural inhibitor that can be used to inhibit the corrosion reaction rate. This study aims to determine the efficiency of inhibition and corrosion rate for mild steel in 1 N HCl solution using the extract of Mango peel (*Mangifera odorata* Griff) by weight loss method, potentiodynamic polarization and surface analysis. The results showed that the inhibition efficiency significantly increases with the increasing of inhibitor concentration, which means is reduction in the corrosion rate. The maximum inhibition efficiency is 84.22% in 1 N HCl solution containing 8 g/L Mango peel extract at 60 °C. Extract adsorption on the steel surface follows the pattern of Langmuir adsorption isotherm. Potentiodynamic polarization analysis shows that type of inhibitor is anodic inhibitor. SEM analysis shows that there are some differences in the morphology of the mild steel surface, which is immersed in 1 N HCl medium with and without the addition of a Mango peel extract.

Keywords: *Mangifera odorata* Griff, corrosion inhibitor, weight loss, potentiodynamic polarization, SEM.

I. Pendahuluan

Besi dan baja merupakan salah satu jenis logam yang mudah mengalami korosi, dimana terjadinya penurunan mutu logam akibat reaksi kimia antara logam dan lingkungan. Akibatnya, berpengaruh terhadap kehidupan manusia, baik dari segi ekonomi atau lingkungan[1,2,3]

Kulit buah Kuini (*Mangifera odorata* Griff) merupakan salah satu jenis buah-buahan yang banyak terdapat di Indonesia. Telah dilaporkan bahwa Kuini terdapat senyawa Fenolik, Flavonoid, dan Tanin, oleh karena itu Kuini merupakan antioksidan yang baik[4] Buah Kuini memiliki aroma khas dan penampilan warna yang menarik serta kandungan Vitamin A dan C[5].

Inhibitor korosi merupakan senyawa kimia yang bisa memperlambat laju korosi, dengan bekerja membentuk lapisan pasif berupa lapisan tipis atau film di permukaan material yang berfungsi sebagai penghalang antara logam dengan media yang korosif[6]. Umumnya inhibitor korosi berasal dari senyawa organik (N, S, O) dan anorganik (Cr, P, Mo)[7, 8]. Beberapa jenis inhibitor berdasarkan reaksi yang dihambat, yaitu inhibitor katodik, dan inhibitor anodik [9].

Ada beberapa jenis isotherm adsorpsi yang dapat digunakan sebagai referensi dalam

mempelajari mekanisme adsorpsi inhibitor korosi, diantaranya adsorpsi isotherm Langmuir dan adsorpsi isotherm Freundlich[6].

• Metode pengukuran Kehilangan Berat (*Weight Loss*)

a. Penentuan laju korosi

$$C_R = \frac{m_1 - m_2}{A \times t}$$

b. Penentuan efisiensi inhibisi

$$EI = \frac{C_{R1} - C_{R2}}{C_{R1}} \times 100\%$$

Dimana m_1 : berat sebelum perendaman (mg), m_2 : berat setelah perendaman (mg), A: luas permukaan (cm^2), t: waktu perendaman (jam), C_{R1} : laju korosi tanpa penambahan inhibitor ($\text{mgcm}^{-2}\text{jam}^{-1}$), C_{R2} : laju korosi setelah penambahan inhibitor ($\text{mgcm}^{-2}\text{jam}^{-1}$) dan EI : efisiensi inhibisi (%) [10].

• Metode polarisasi potensiodinamik merupakan metode yang digunakan untuk menentukan sifat korosi logam berdasarkan hubungan potensial dan arus anodik atau katodik[10].

• Derajat penutupan (θ)

$$\theta = \frac{C_{R1} - C_{R2}}{C_{R1}}$$

Dimana C_{R1} : laju korosi tanpa inhibitor ($\text{mgcm}^{-2}\text{jam}^{-1}$), C_{R2} : laju korosi setelah penambahan inhibitor ($\text{mgcm}^{-2}\text{jam}^{-1}$) [11].

• Penentuan Energi Aktivasi

$$C_R = A e^{-\frac{E_a}{RT}}$$

Dimana A: faktor frekuensi, E_a : energi aktivasi (kJmol^{-1}), R: konstanta molar gas ($8,314 \text{ Jmol}^{-1}$),

T: suhu (K), N: bilangan Avogadro ($6,023 \times 10^{23}$ molekul mol^{-1}), h: konstanta Planck ($6,63 \times 10^{-34}$ Js $^{-1}$), ΔH^* : p entalpi aktivasi (kJ mol^{-1}), ΔS^* : perubahan entropi aktifasi (J mol^{-1})[10].

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah neraca analitik, jangka sorong, ampelas besi P150, kaca arloji, labu didih, termometer, alat gelas, oven, *potensiosstat*, *rotary evaporator*, *waterbath*, *hot plate*, *Fourier Transform Infra Red* (FTIR) dan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

Bahan yang digunakan adalah ekstrak kulit buah Kuini (*Mangifera odorata* Griff), plat baja, asam klorida (HCl 37%), metanol, akuades, aseton, kertas saring, kloroform, FeCl₂, bubuk Mg, pereaksi meyer : HgCl₂ dan kertas saring.

2.2 Prosedur Kerja

2.2.1 Persiapan spesimen baja

Baja plat dipotong dengan ukuran 3,0 cm x 1,5 cm, dibersihkan permukaannya dengan ampelas besi dan dibilas dengan akuades dan aseton, dikeringkan dalam oven suhu 60°C. Baja ditimbang sebagai berat awal (m_1).

2.2.2 Pembuatan ekstrak kulit Buah Kuini

Kulit buah Kuini dikeringanginkan, dihaluskan dan ditimbang sebanyak 250 g. Dimaserasi dengan metanol sebanyak 750 mL selama 4 hari lalu disaring dan diuapkan filtratnya dengan *rotary evaporator*.

2.2.3 Uji fitokimia kulit Buah Kuini

Ekstrak pekat sebanyak 2 g dimaserasi dengan metanol selama 15 menit dalam tabung reaksi. Disaring dan dibiarkan metanol menguap. Lalu ditambahkan kloroform dan air dengan perbandingan 1:1 sebanyak 5 mL. Campuran dikocok, dibiarkan hingga terbentuk dua lapisan kloroform-air. Lapisan kloroform di bagian bawah digunakan untuk pemeriksaan senyawa triterpenoid dan steroid. Lapisan air digunakan untuk pemeriksaan senyawa fenolik dan flavonoid.

2.2.4 Pembuatan larutan induk HCl 5 N

Larutan induk HCl 5 N dibuat dengan cara memipet 103,6 mL HCl 37% dan dimasukkan ke dalam labu ukur 250 mL dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

2.2.5 Pembuatan larutan induk ekstrak kulit Buah Kuini

Ekstrak pekat kulit Buah Kuini ditimbang sebanyak 2 g lalu diencerkan dengan akuades

di dalam labu ukur 100 mL sehingga diperoleh konsentrasi larutan induk 20 g/L.

2.2.6 Pembuatan larutan medium korosif

Larutan induk kulit Buah Kuini dipipet sebanyak 0; 2,5; 5; 10; 15; dan 20 mL dimasukkan ke dalam labu ukur 50 mL. Kemudian dipipet HCl 5 N sebanyak 10 mL dan dicampurkan pada labu ukur 50 mL. Selanjutnya diencerkan dengan akuades sampai tanda batas.

2.2.7 Pengukuran menggunakan metoda kehilangan berat dengan variasi suhu

Baja direndam dalam 50 mL larutan medium korosif HCl 1 N tanpa dan dengan adanya ekstrak kulit Buah Kuini pada berbagai konsentrasi. Dilakukan variasi suhu yaitu 30, 40, 50 dan 60°C selama 7 jam menggunakan *waterbath*. Kemudian baja dibersihkan dengan *brush*, dibilas dan dikeringkan dalam oven. Setelah kering, baja ditimbang (m_2).

2.2.8 Pengukuran dengan menggunakan polarisasi potensiodinamik

Baja digunakan sebagai elektroda kerja dengan ukuran 1 mm x 2 mm. Elektroda Pt sebagai elektroda pembantu dan Ag/AgCl sebagai elektroda pembanding. Ketiga elektroda dicelupkan ke dalam bejana berisi medium korosif tanpa dan dengan adanya inhibitor. Kemudian dihubungkan dengan potensiometer dan diukur potensial sehingga diperoleh kurva hubungan antara potensial (mV) dengan log arus (mA/cm²).

2.2.9 Pengukuran FTIR

Pengukuran FTIR dilakukan dengan mengambil ekstrak pekat kulit Buah Kuini dan ekstrak yang menempel pada baja kemudian dianalisis dengan *Fourier Transform Infra Red* (FTIR)

2.2.10 Analisis SEM

Baja direndam pada medium tanpa dan dengan adanya ekstrak kulit Buah Kuini selama 6 hari. kemudian baja dikeringkan dan dianalisis dengan menggunakan *Scanning Electron Microscopy* (SEM).

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Hasil Uji Fitokimia Ekstrak Kulit Buah Kuini

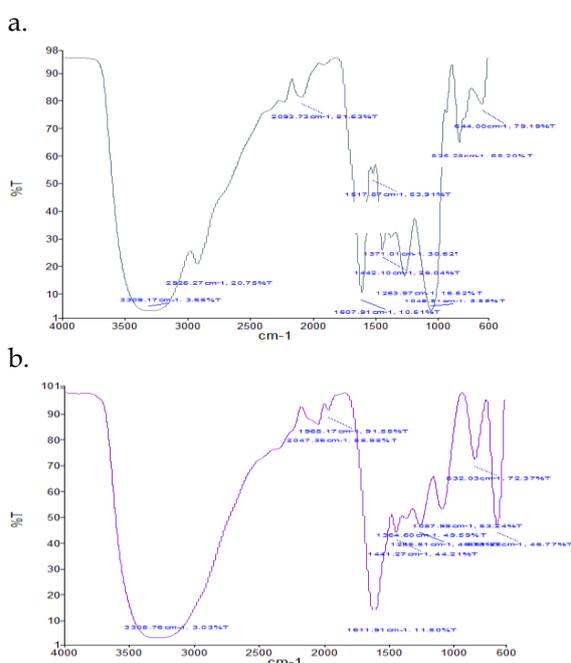
Uji fitokimia bertujuan untuk mengidentifikasi kandungan senyawa metabolit sekunder yang terkandung di dalam ekstrak kulit Buah Kuini.

Tabel 1. Hasil uji fitokimia

Senyawa	Hasil uji
Flavonoid	+
Fenolik	+
Steroid	+
Triterpenoid	-
Alkaloid	-
Saponin	-
+ : Ada	- : Tidak ada

Dari Tabel 1 ekstrak kulit buah Kuini positif mengandung Fenolik, Flavonoid, dan Steroid, yang berperan sebagai inhibitor korosi. Senyawa-senyawa ini nantinya berinteraksi dengan ion logam, dan terbentuk senyawa kompleks yang akan teradsorpsi sebagai lapisan tipis dipermukaan baja.

3.2 Analisis FTIR



Gambar 1. Spektrum FTIR (a) Ekstrak kulit Buah Kuini, (b) Lapisan korosi baja setelah perendaman dengan HCl 1 N yang mengandung ekstrak kulit Buah Kuini

Senyawa yang memiliki gugus fungsi seperti 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 bebas yang dapat membentuk kompleks dengan permukaan baja sehingga akan menghambat laju korosi[12].

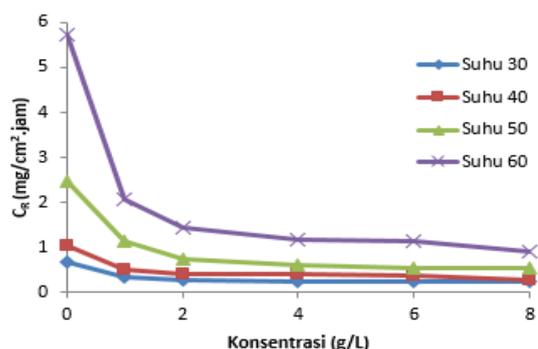
Pada Gambar 1. Terlihat bahwa (a) gugus O-H (alkohol) pada angka gelombang 3309.17 cm⁻¹, gugus C-H alifatik pada angka gelombang

2926.27 cm⁻¹, gugus -C=C- pada angka gelombang 1371.01 cm⁻¹, gugus C=O pada angka gelombang 1607.91 cm⁻¹, dan gugus C-H pada angka gelombang 1442.10 cm⁻¹. Sedangkan pada gambar (b) gugus -OH bergeser ke angka gelombang 3308.76 cm⁻¹, gugus C-H bergeser ke angka gelombang 2047.36 cm⁻¹, gugus C=C ke angka gelombang 1364.60 cm⁻¹, dan gugus C=O ke angka gelombang 1611.91 cm⁻¹. Pergeseran angka gelombang yang ditunjukkan spektrum infra merah mengindikasikan bahwa terjadi interaksi antara senyawa yang terkandung di dalam ekstrak kulit Buah Kuini (fenolik, flavonoid dan steroid) dengan baja melalui adsorpsi ekstrak pada permukaan baja. Dengan demikian ekstrak kulit Buah Kuini memiliki efek proteksi dan dapat menghambat laju korosi baja[13].

3.3 Analisis Weight Loss

Nilai laju korosi baja meningkat dengan naiknya suhu perendaman. Hal ini dikarenakan kenaikan suhu dapat meningkatkan energi kinetik antar partikel. Tumbukan antara ion logam dengan HCl pada permukaan baja akan menyebabkan timbulnya karat[14].

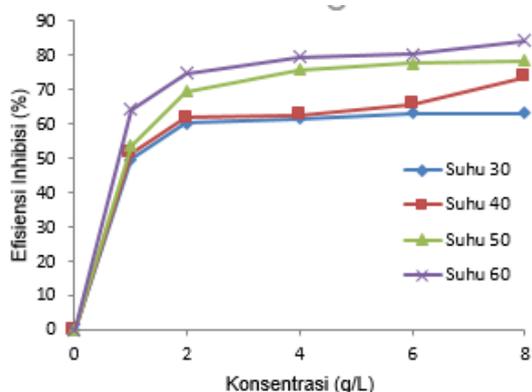
Berdasarkan variasi konsentrasi inhibitor yang diberikan terlihat adanya pengurangan laju korosi. Hal ini terjadi karena adanya adsorpsi inhibitor pada permukaan baja. Adsorpsi ini akan menjadi pembatas yang memisahkan permukaan baja dari medium korosif[14].



Gambar 2. Pengaruh konsentrasi inhibitor terhadap laju korosi baja dalam medium HCl 1 N tanpa dan dengan penambahan inhibitor

Pada Gambar 2, dijelaskan bahwa nilai laju korosi pada suhu 60°C mengalami penurunan, disebabkan bahwa ekstrak kulit buah Kuini berinteraksi secara cepat dengan baja dan medium asam sehingga ekstrak kulit buah Kuini mampu menurunkan laju korosi yang signifikan.

Adanya penurunan nilai laju korosi terhadap variasi inhibitor yang diberikan menunjukkan bahwa ekstrak kulit buah Kuini baik digunakan sebagai inhibitor[15].



Gambar 3. Pengaruh konsentrasi inhibitor terhadap efisiensi inhibisi korosi baja dalam larutan korosif HCl 1 N dengan penambahan inhibitor

Pada Gambar 3, terlihat bahwa naiknya konsentrasi kulit buah Kuini semakin besar pula persen efisiensi inhibisi korosi baja. Ekstrak kulit buah Kuini berinteraksi dengan permukaan baja membentuk lapisan pelindung yang menghalangi reaksi korosi oleh larutan asam, sehingga semakin banyak ekstrak yang ditambahkan, semakin besar pula nilai efisiensi yang dihasilkan[16-17]

Seperti yang telah dijelaskan, bahwa penggunaan konsentrasi inhibitor berpengaruh terhadap laju korosi dan efisiensi inhibisi. Semakin bertambah konsentrasi ekstrak, maka akan semakin kecil laju korosi dan semakin besar efisiensi inhibisi.

3.4 Penentuan Isoterm Adsorpsi

Adsorpsi berhubungan dengan penyerapan inhibitor pada permukaan baha dalam medium korosi. Studi tentang isoterm adsorpsi telah dihitung menggunakan persamaan isoterm Langmuir dan Freundlich. Inhibisi korosi pada baja dengan menggunakan inhibitor ekstrak kulit Buah Kuini mengikuti pola adsorpsi isoterm Langmuir karena nilai koefisien korelasi (R^2) yang diperoleh mendekati 1[16].

Tabel 2. Nilai koefisien korelasi (R^2) pada isoterm Langmuir

Suhu ($^{\circ}$ C)	K_{ads}	ΔG_{ads} (kJ/mol)
30	4.53	- 21.71
40	2.17	- 19.99
50	3.14	- 21.62
60	4.07	- 23.01

Nilai K_{ads} berkaitan dengan kemampuan adsorpsi ekstrak di permukaan baha. Semakin besar nilai K_{ads} , mengindikasikan bahwa ekstrak teradsorpsi dengan baik pada permukaan baja.

Nilai K_{ads} naik dengan meningkatnya suhu, dikarenakan kemampuan adsorpsi ekstrak kulit buah Kuini pada permukaan baha semakin kuat[18].

Pada suhu tinggi terjadi tumbukan antara ion logam dengan Ekstrak yang semakin besar sehingga ekstrak semakin mudah teradsorpsi. Nilai ΔG_{ads} negatif menunjukkan bahwa isotherm adsorpsi fisika[19].

3.5 Penentuan E_a , ΔH^* dan ΔS^*

Persamaan Arrhenius menunjukkan hubungan antara $1/T$ dengan $\ln C_R$ (*corrosion rate*) dari baja yang direndam dalam medium HCl dengan dan tanpa penambahan inhibitor selama 7 jam waktu perendaman. Nilai slope dari persamaan garis lurus tersebut dapat digunakan untuk menentukan nilai energi aktivasi. Hasil dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Nilai energi aktivasi, dan entalpi tanpa dan dengan penambahan ekstrak kulit Buah Kuini (*Mangifera odorata* Griff)

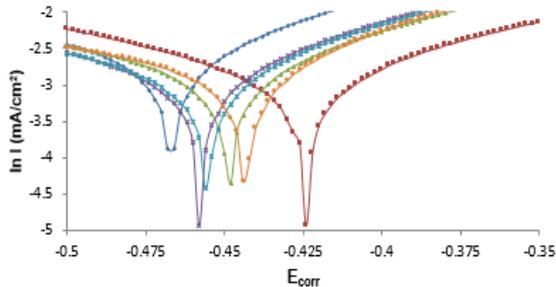
C (g/L)	Energi Aktivasi (kJ/mol)	ΔH^* (kJ/mol)	ΔS^* (J/mol)
0	60.72	58.11	-57.59
1	51.91	49.26	-92.04
2	47.48	44.86	-108.56
4	41.50	38.89	-128.40
6	41.62	39.01	-128.54
8	38.02	93.82	-141.00

Besarnya nilai energi aktivasi dan entalpi pada penambahan ekstrak disebabkan ekstrak telah teradsorpsi di permukaan baja. Nilai ΔH^* positif menandakan bahwa selama perendaman baja reaksi yang terjadi adalah endoterm. Semakin negatif nilai ΔS^* maka semakin spontan reaksi yang terjadi antara baja dengan medium korosif sehingga terjadi korosi[20].

3.6 Pengukuran Polarisasi Potensiodinamik

Pada aluran kurva dapat dilihat bahwa potensial korosi (E_{Corr}) blanko lebih negatif dibandingkan dengan penambahan ekstrak kulit buah Kuini. Nilai arus Korosi (I_{Corr}) menurun seiring dengan meningkatnya konsentrasi ekstrak kulit buah Kuini. Nilai

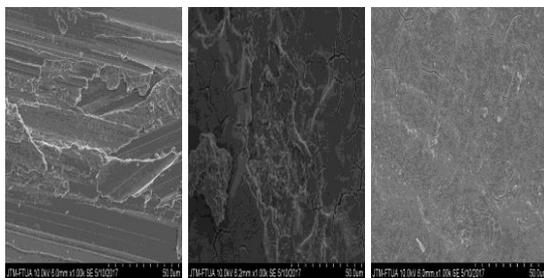
efisiensi yang terukur menggunakan metode polarisasi potensiodinamik meningkat seiring bertambahnya konsentrasi ekstrak kulit buah Kuini. Ekstrak kulit buah Kuini mengandung senyawa Organik bahan alam yang efektif digunakan sebagai inhibitor korosi baja[21].



Gambar 4. Kurva polarisasi potensiodinamik tanpa dan dengan penambahan ekstrak kulit Buah Kuini dalam medium HCl 1 N

3.6 Analisis SEM

Analisis *scanning electron microscopy* (SEM) memberikan informasi tentang bentuk morfologi baja tanpa perlakuan direndam dalam larutan HCl 1 N disbanding dengan perlakuan direndam dalam HCl 1 N dengan penambahan ekstrak.



Gambar 5. Hasil SEM permukaan baja dengan perbesaran 1000x (a) Blanko, (b) Perendaman dalam larutan HCl 1 N (7 hari) (c) Perendaman dalam larutan HCl 1 N + 10.0 g/L ekstrak kulit Buah Kuini (7 hari)

Pada Gambar 5. Terlihat bahwa (a) baja tanpa perlakuan menunjukkan permukaan baja yang terlihat bekas amplas, bersih, tidak berpori, belum ada lubang-lubang dan belum mengalami korosi. Sementara pada (b) permukaan baja setelah direndam di dalam medium korosif HCl 1 N selama 7 hari. Terlihat jelas bahwa baja tersebut telah mengalami korosi ditandai dengan bekas amplas pada permukaan baja yang hilang dan terdapat lubang-lubang kecil pada permukaan baja. Dan pada (c) menunjukkan permukaan baja yang direndam dalam HCl 1 N + 8,0 g/L ekstrak kulit buah kuini, terlihat morfologi permukaan

baja lebih rata, halus dan tidak terdapat lubang dibandingkan dengan baja yang direndam dalam HCl 1 N saja. Hal ini disebabkan ekstrak ku lit Buah Kuini teradsorpsi pada permukaan baja sehingga membentuk lapisan tipis[26].

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa ekstrak kulit Buah Kuini dapat digunakan sebagai inhibitor korosi dalam medium HCl 1 N. Nilai efisiensi inhibisi yang diperoleh dari metode kehilangan berat adalah 84.22 % dan metode polarisasi potensiodinamik adalah 90,77 %. Kurva polarisasi potensiodinamik menunjukkan bahwa ekstrak kulit Buah Kuini jenis inhibitor anodik.

V. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih diberikan kepada Kepala laboratorium Foto/Elektrokimia Jurusan Kimia, FMIPA UNAND dan rekan-rekan yang telah membantu selama penelitian ini.

Referensi

1. Emriadi; Stiadi, Y.: adsorpsi dan Inhibisi Korosi dari Ekstrak Kulit Buah Theobroma cacao pada Baja Lunak dalam Medium Asam Sulfat. *Prosiding Semirata 2014 Bidang MIPA BKS-PTN-Barat 2014*, 347-354.
2. Abiola, O.K.; James, A.O.: The Effects of Aloe vera extract on Corrosion and Kinetics of Corrosion of Zinc in HCl Solution. *Corrosion Science* 2009, 4, 69-77.
3. Ebadi, M.; Basirun, W.J.; Khaledi, H.; Hapipah, M.A.: Corrosion Inhibiton Properties of Pyrazolyindolenine Compound on Copper Surface in Acidic Media. 6, 16.
4. Lukamndaru, G.; Kristian, V.; Anisa, A.G.: Aktivitas Antioksidan ekstrak Metanol Kayu *Mangifera indica* L, *Mangifera foetida* Lour, dan *Mangifera odorata* Griff. *Jurnal Teknik Bahan Makanan* 2015, 2(1), 18-20.
5. Iriani, E. S.; Gumbira, A. S.; Ani, S.; Setyadjit: Pengaruh Konsentrasi Penambahan Pektinase dan Kondisi Inkubasi Terhadap Rendemen dan Mutu Jus Mangga Kuini (*Mangifera odorata* Griff). *Jurnal Teknik Bahan Makanan* 2015, 2(1), 11-15.
6. Yetri, Y.; Emriadi; Jamarun, N.; Gunawarman.: Corrosion inhibitor efficiency of mild steel in hydrochloric acid by adding theobroma cacao peel extract. *International Conference on Biological,*

- Chemical and Environmental Sciences* 2014, 23, 14-15.
- Singh, A.; Lin, Y.; Ebenso, E.E.; Liu, W.; Pan, J.; Huang, B.: *Gingko biloba* fruit extract as an eco-friendly corrosion inhibitor for j55 steel in CO₂ saturated 3.5% NaCl Solution. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 2015, 24, 219-228.
 - Umoren, S.A.; Eduok, U.M.; Solomon, M.M.; Udoh, A.P.: Corrosion Inhibition by Leaves and Stem Extracts of *Sida acuta* for Mild Steel in 1 M H₂SO₄ Solutions Investigated by Chemical and Spectroscopic Techniques. *Arabian Journal of Chemistry* 2016, 6, S209-S224.
 - Noonshabadi, M. S.; ghandchi, M. S.: *Santolina chrmacyparissus* Extracts as a Natural Source Inhibitor for 304 Stainless Corrosion in 3,5% NaCl. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 2015, 31, 231-237.
 - Patel, N. S.; Hedlicka, J.; Beranek, M.: Extract of *Phyllanthus fraternus* Leaves as Corrosion Inhibitor for mild steel in H₂SO₄ Solution. *International Journal of Electrochemical Science* 2015, 9, 2805-2815.
 - Emriadi; Adlis, S.; Yeni, S.: Adsorptive and Thermodynamic Properties of methanol Extract of *Toona sinensis* Leaves for the Corrosion of Mild Steel in HCl Medium. *Der Pharma Chemica* 2016, 8(18), 266-273.
 - Carey, F. A.: *Organic Chemistry* 4th Edition. Mc. Graw-Hill Higher Companies, Inc New York 2000, p:24.
 - Soltani, N.; Tavakkoli, N.; Kashani, M. K.; Mosavizadeh, A. E. E. O.; Jalali, M. R.: *Silibum marianum* extract as a natural source inhibitor for 304 stainless steel corrosion in 1 M HCl. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 2014, 8, 1-11.
 - Helen, L. Y. S.; Saad, B.: *Aquilaria crassna* leaves extract as a green corrosion inhibitor for meel steel in 1 M HCl medium. *International Journal Electrochemical Science* 2014, 9, 830-846.
 - Singh, M.; Ramananda; Kaushal, G.: 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* 2015, 5, 467-474.
 - Kamal, C.; Sethuraman, M. G.: *Spirulina platenis* A novel green inhibitor for acid corrosion of mild steel. *Arabian Journal, Journal of Chemistry* 2015, 9, 155-161.
 - Dewi, I.: Inhibisi Korosi Baja oleh Ekstrak Daun kakao dalam Medium Asam Sulfat. *Skripsi Sarjana Kimia, Universitas Andalas* 2011.
 - Muthukrishnan, P.; Prakash, P.; Jeyaprabha, B.; Shankar, K.: Stigmasterol Extracted from *Ficus hispida* leaves as a green inhibitor for the mild steel corrosion in 1 M HCl Solution. *Arabian Journal of Chemistry* 2015, 4, 1-12.
 - Atkins, P. W.: *Kimia Fisika* edisi 4. Erlangga, 226.
 - Bhawsar; Jeetendra, P. K.; jain, S.: Experimental and Computational Studies of *Nicotiana tabacum* leaves Extract as Greencorrosion Inhibitor for Mild Steel Corrosion Acidic Medium. *Alexandria Engineering Journal* 2015, 54, 769-775.
 - Soltani, N.; Tavakkoli, N.; Kashani, M. K.; Mosavizadeh, A.E.E.O.; Jalali, M.R.: *Silibum marianum* extract as a natural source inhibitor for 304 stainless steel corrosion in 1 M HCl. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry* 2014, 9, 1-11.

ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID DARI KULIT BATANG JARAK KEPYAR (*Ricinus communis* L.) SERTA UJI SITOTOKSISITAS

Hasnirwan, Bustanul Arifin, Tiara Dianita

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

*E-mail: hasnirwan@fmipa.unand.ac.id

Jurusan Kimia FMIPA UNAND, Kampus Limau Manis, 25163

Abstrak: Telah dilakukan isolasi dan karakterisasi senyawa metabolit sekunder triterpenoid dari kulit batang jarak kepyar (*Ricinus communis* L.). Isolasi dilakukan dengan metode kromatografi kolom menggunakan silika gel sebagai fasa diam dan n-heksan, etil asetat, dan metanol sebagai fasa gerak dengan metode SGP (*Step Gradient Polarity*). Senyawa hasil isolasi yang didapatkan berupa padatan putih yang memiliki titik leleh 88°C - 90°C, pada plat KLT menghasilkan noda berwarna ungu setelah ditambahkan dengan pereaksi Liebermann-Burchard dan pereaksi H₂SO₄ 2 N. Berdasarkan spektrum UV menunjukkan adanya ikatan rangkap pada λ_{\max} 203,20 nm, sedangkan pada spektrum IR menunjukkan adanya serapan C-H alifatik 2925,91 cm⁻¹, C=O pada 1728,47 cm⁻¹, C-O pada 1230,75 cm⁻¹, dan pada 1372 cm⁻¹ menunjukkan gugus geminal dimetil yang menandakan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa triterpenoid. Dan uji sitotoksitas menghasilkan nilai LC₅₀ pada ekstrak etil asetat sebesar 12.203,94 mg/L dan senyawa triterpenoid sebesar 1.958,39 mg/L, ini menunjukkan bahwa ekstrak etil asetat dan senyawa triterpenoid tidak aktif sebagai sitotoksik.

Kata Kunci: *Ricinus communis* L. Triterpenoid, Sitotoksitas

I. Pendahuluan

Indonesia merupakan salah satu Negara tropis yang memiliki berbagai jenis tanaman. Tanaman-tanaman di Indonesia biasanya dapat digunakan sebagai obat tradisional. Salah satu jenis tanaman yang dapat digunakan sebagai obat tradisional adalah jarak kepyar (*Ricinus communis* L). Jarak kepyar termasuk keluarga *Euphorbiaceae* dan umumnya tumbuh didaerah tropis dan subtropis.

Di India bagian dari tanaman ini seperti daun, akar, dan minyak biji dari jarak kepyar dapat digunakan sebagai perawatan antiradang, penyakit hati dan menurut penelitian sebelumnya tanaman ini dapat digunakan sebagai hepatoprotektif, hipoglikemik, dan antibakteri¹. Minyak dari daun jarak kepyar menunjukkan aktifitas antimikroba dan sitotoksik yang kuat². Berdasarkan aktifitas farmakologikal dan fitokimia tentang jarak kepyar pada ekstrak daun dan akar mengandung alkaloid, flavonoid, steroid, triterpenoid, kumarin, dan saponin. Pada ekstrak biji jarak kepyar mengandung alkaloid, triterpenoid,

saponin, dan steroid. Dan pada batang mengandung alkaloid, triterpenoid, dan steroid³.

Triterpenoid merupakan senyawa metabolit sekunder yang kerangka karbonnya berasal dari enam satuan isoprene dan diturunkan dari hidrokarbon C 30 asiklik⁴. Senyawa-senyawa golongan triterpenoid diketahui dapat digunakan sebagai senyawa sitotoksik⁵. Ekstrak kulit batang jarak kepyar juga berpotensi sebagai antimikroba, antioksidan, insektisida, dan antikanker³.

Salah satu metode yang digunakan untuk mengamati sitotoksitas senyawa dan merupakan metode penapisan untuk aktifitas antikanker senyawa kimia dalam ekstrak tanaman adalah *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)⁶. Metode BSLT banyak digunakan karena mudah, murah, dan cepat. Senyawa dengan LC₅₀ kurang dari 1000 ppm dapat berpotensi sebagai antikanker⁷.

Oleh sebab itu, masih sedikitnya penelitian tentang senyawa triterpenoid yang diisolasi dari tanaman kulit batang jarak kepyar, sehingga peneliti tertarik untuk melakukan

isolasi senyawa triterpenoid dari ekstrak etil asetat kulit batang jarak kepyar serta uji sitotoksitas dengan metode BSLT.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

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, alumunium foil, chamber besar untuk KLT (Kromatografi Lapis Tipis) preparatif, plat KLT, kolom kromatografi, Stuart SMP10 untuk mengukur *Melting Point*, 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.

Sampel yang digunakan pada penelitian ini adalah kulit batang jarak kepyar (*Ricinus communis* L.) Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah n-heksan (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 2 N (Merck), akuades, anhidrida asetat (Merck), plat kromatografi lapis tipis, asam sulfat 2N (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).

2.2 Prosedur Penelitian

2.2.1 Uji profil fitokimia sampel kulit batang jarak kepyar

Kulit batang jarak kepyar diambil secukupnya kemudian dipotong kecil, dimasukkan kedalam tabung reaksi dan diekstrak dengan metanol. Setelah itu ditambahkan kloroform dan akuades dengan perbandingan 1:1 dan diaduk

dengan baik lalu dibiarkan sejenak hingga terbentuk dua lapisan yaitu lapisan kloroform dan lapisan akuades. Lapisan atas (akuades) digunakan untuk pemeriksaan flavonoid dengan metode shinoda test, saponin dengan penambahan asam klorida dan fenolik dengan penambahan besi (III) klorida. Lapisan bawah (kloroform) digunakan untuk pemeriksaan senyawa triterpenoid dan steroid dengan metode Liebermann-Burchard. Uji kandungan alkaloid dilakukan berdasarkan metode Culvenor-Fitzgerald dengan menggunakan pereaksi Meyer dan uji kumarin dengan metode kromatografi lapis tipis dan NaOH 1% sebagai penampak noda.

2.2.2 Maserasi Kulit Batang Jarak Kepyar

Sampel kulit batang jarak kepyar yang sudah halus dimaserasi dengan etil asetat lebih kurang 1,5 L satu kali maserasi. Setelah dimaserasi selama 2 hari, dilakukan penyaringan terhadap sampel dan dilanjutkan dengan proses penguapan pelarut dengan *rotary evaporator* sampai diperoleh larutan kental. Hal seperti ini dilakukan berulang-ulang sampai filtrat hasil maserasi mengalami perubahan warna menjadi tidak berwarna lagi.

2.2.3 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 175 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%, etil asetat 100% dan metanol 100%. Hasil elusi dari kolom ditampung dengan vial yang kemudian di KLT kembali untuk mengetahui pola pemisahan nodanya. Noda dan nilai Rf yang sama dari hasil elusi digabung sehingga didapatkan beberapa fraksi. Fraksi yang diambil untuk selanjutnya dimurnikan dan dikarakterisasi adalah fraksi yang menunjukkan adanya senyawa triterpeneoid.

2.2.4 Uji Kemurnian dan Karakterisasi Senyawa Hasil Isolasi

Senyawa hasil isolasi dilakukan uji kemurnian dengan menggunakan beberapa perbandingan eluen. Identifikasi golongan senyawa dilakukan dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan menggunakan lampu UV λ 254 nm dan λ 365 nm, pereaksi Liebermann-Burchard, dan H₂SO₄ 2N, serta karakterisasi senyawa isolat dengan menggunakan spektroskopi UV dan IR.

2.2.5 Uji Aktifitas Sitotoksitas

Uji aktivitas toksisitas dilakukan mengikuti metode BSLT (Brine Shimp Lethal Test) dengan menggunakan larva udang *Artemia salina* sebagai hewan uji. Larva udang *Artemia salina* dimasukkan kedalam wadah pembiakan pada bagian gelap yang telah berisi air laut steril dan dibiarkan selama 48 jam hingga terbentuk larva dan akan berpindah

kebagian yang terang. Uji aktivitas sitotoksik dilakukan terhadap masing-masing ekstrak. Konsentrasi larutan induk tiap ekstrak dibuat dalam 1000 mg/L, kemudian dilakukan pengenceran bertingkat dengan variasi konsentrasi 500; 250; 125; 62,5; dan 31,25 mg/L sebagai larutan uji. Masing-masing larutan uji diambil sebanyak 5 mL dan dimasukkan kedalam botol vial dan diuapkan pelarutnya. Setelah menguap, ditambahkan 50 μ L DMSO dan 2 mL air laut kemasing-masing botol vial. Sebanyak 10 ekor larva udang dimasukkan kedalam larutan uji dan volume air laut dicukupkan hingga 5 mL. Pengerjaan yang sama juga dilakukan untuk larutan kontrol, kemudian jumlah larva yang mati dihitung setelah 24 jam. Jumlah udang yang mati pada masing-masing konsentrasi larutan uji digunakan untuk menghitung nilai LC₅₀ (Lethal Concentration 50) melalui analisis probit dan persamaan regresi. Sifat sitotoksik dari masing-masing larutan uji diketahui melalui nilai LC₅₀. Semakin kecil nilai LC₅₀, maka akan semakin bersifat toksik, begitu sebaliknya.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Uji Profil Fitokimia Sampel Kulit Batang Jarak Kepyar

Hasil profil fitokimia sampel kulit batang jarak kepyar dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Hasil Uji Fitokimia

No.	Kandungan Kimia	Pereaksi	Pengamatan	Hasil
1.	Alkaloid	Mayer	Terbentuk endapan putih	+
2.	Fenolik	FeCl ₃ 5%	Terbentuk warna biru	+
3.	Flavonoid	Sianidin Test (HCl/Mg)	Terbentuk warna orange	-
4.	Kumarin	NaOH 1%, lampu UV 365 nm	Fluoresensi semakin terang	+
5.	Triterpeneoid	Liebermann-Burchard	Terbentuk warna merah	+
6.	Steroid	Liebermann-Burchard	Terbentuk warna hijau	+
7.	Saponin	H ₂ O	Tidak terbentuk busa	-

Keterangan:

+ (mengandung metabolit sekunder)

- (tidak mengandung metabolit sekunder)

Dari data pada tabel di atas dapat diketahui bahwa kulit batang dari tumbuhan jarak kepyar menunjukkan adanya beberapa kandungan senyawa metabolit sekunder yaitu senyawa alkaloid, fenolik, kumarin, triterpenoid dan steroid. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Paulo R. Ribeiro dari ekstrak tanaman jarak kepyar mengandung senyawa metabolit sekunder seperti alkaloid, steroid, triterpenoid, kumarin, flavonoid, dan saponin³.

3.2 Maserasi Kulit Batang Jarak Kepyar

Metode ekstraksi yang digunakan pada penelitian ini adalah maserasi. Pemilihan metode ini ditinjau dari hasil yang didapatkan, dimana dilakukan perendaman sampel dengan menggunakan

suatu pelarut yang dilakukan secara berulang-ulang. Sebanyak 700 g sampel jarak kepyar yang sudah halus dimaserasi dengan pelarut etil asetat dan hasil ekstraksi diperoleh ekstrak pekat sebanyak 12,42 g.

3.3 Isolasi dengan Kromatografi Kolom

Hasil dari kromatografi kolom diperoleh hasil sebanyak 278 vial. Setelah dikelompokkan berdasarkan pola noda yang sama pada plat KLT didapatkan 5 fraksi yaitu fraksi A sampai E. Fraksi yang dipilih dimurnikan lebih lanjut yaitu fraksi B dengan kromatografi kolom. Hasil analisis kromatografi lapis tipis dari hasil kromatografi kolom dengan penampak noda UV 365 nm dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Hasil analisis kromatografi lapis tipis dari hasil kromatografi kolom dengan penampak noda UV 365 nm

No.	Fraksi	Nomor vial	Jumlah noda	Nilai Rf
1.	A	18-22	-	-
2.	B	23-70	Lima noda	0,6; 0,67; 0,72; 0,78; 0,84
3.	C	71-172	Empat noda	0,2; 0,33; 0,4; 0,51
4.	D	173-205	Satu noda	0,11
5.	E	206-278	Tiga noda	0,08; 0,18; 0,64

Fraksi B memberikan lima 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 rekolom dengan silika gel sebagai fasa diam dan dielusikan dengan perbandingan eluen heksan : etil asetat.

Hasil kromatografi kolom dari fraksi B diperoleh hasil sebanyak 181 vial. Setiap vial dimonitor dengan KLT dan digabungkan berdasarkan pola, warna dan Rf yang sama, sehingga didapatkan senyawa triterpenoid yang berada pada fraksi keempat. Fraksi keempat dibilas berkali-kali dengan n-heksana untuk membersihkan kristal yang didapatkan dari pengotor sehingga diperoleh senyawa

triterpenoid yang larut dalam pelarut n-heksan. 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 H₂SO₄ dan dipanaskan menghasilkan noda berwarna ungu. Ini membuktikan bahwa noda ungu tersebut (Rf 0,4) merupakan senyawa triterpenoid. Kemudian dilanjutkan uji kemurnian dan karakterisasi senyawa tersebut.

3.4 Uji Kemurnian

Untuk membuktikan bahwa senyawa telah murni, senyawa dielusikan dengan beberapa perbandingan eluen serta penambahan penampak noda dan dapat dilihat pada Tabel 3.

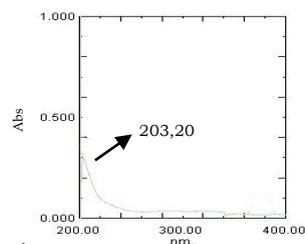
Tabel 3. Uji kemurnian senyawa dengan beberapa penampak noda

No.	Penampak Noda	Eluen		Rf	Hasil
		n-heksana	Etil Asetat		
1.	UV 254 nm	9	1	-	Tidak ada noda
		7	3		
		5	5		
2.	UV 365 nm	9	1	-	Tidak ada noda
		7	3		
		5	5		
3.	Asam sulfat 2 N	9	1	0,40	1 noda, ungu
		7	3	0,54	
		5	5	0,64	
4.	<i>Libermann-Burchard</i> (LB)	9	1	0,40	1 noda, ungu
		7	3	0,54	
		5	5	0,64	

Berdasarkan Tabel 3 menunjukkan bahwa dengan penambahan H₂SO₄ 2 N dan pereaksi LB menunjukkan warna ungu. Ini menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi tersebut adalah senyawa triterpenoid. Dilihat dari Rf senyawa hasil isolasi yang dielusi dengan berbagai perbandingan eluen menunjukkan noda tunggal. Hal ini mengindikasikan bahwa senyawa hasil isolasi tersebut telah murni.

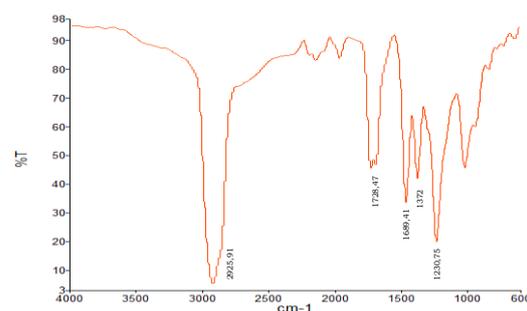
3.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Isolasi

Berdasarkan pengujian titik leleh, senyawa hasil isolasi titik lelehnya berada pada rentang 88 °C - 90 °C. Berdasarkan hasil pengukuran spektrum UV senyawa hasil isolasi dapat dilihat pada Gambar 1 menunjukkan adanya serapan maksimum pada $\lambda_{max} = 203,20$ 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 rangkap⁸



Gambar 1. Spektrum UV senyawa hasil isolasi

Hasil pengukuran dengan spektroskopi IR didapatkan spektrum seperti pada Gambar 2.



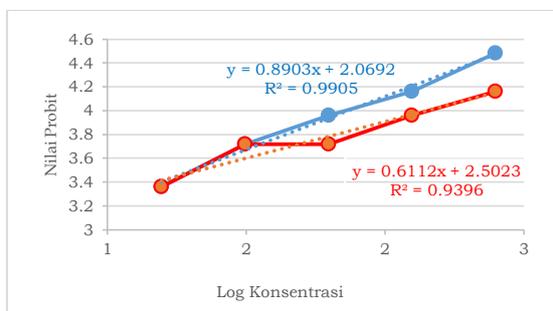
Gambar 2. Spektrum IR senyawa hasil isolasi

Spektrum inframerah senyawa hasil isolasi semakin mendukung senyawa hasil isolasi merupakan senyawa triterpenoid dengan memberikan indikasi beberapa pita serapan, yaitu pada bilangan gelombang 2925,91 cm⁻¹ menunjukkan pita serapan C-H alifatis, dan spektrum yang mengindikasikan adanya inti aromatik C=O *stretching* pada bilangan gelombang

1728,47 cm^{-1} , pita serapan pada bilangan gelombang 1689,41 cm^{-1} mengindikasikan adanya gugus C=C, pita serapan 1230,75 menunjukkan serapan C-O⁹, dan pada bilangan gelombang, 1372 cm^{-1} merupakan serapan dari geminal dimetil yang merupakan ciri khas senyawa triterpenoid yang mendukung data spektroskopi ultra violet⁸.

3.6 Uji Sitotoksitas

Pengujian aktivitas sitotoksik dilakukan terhadap masing-masing ekstrak etil asetat kulit batang jarak kepyar dan senyawa hasil isolasi. Hasil yang diperoleh menunjukkan bahwa konsentrasi larutan sebanding dengan jumlah larva udang yang mati. Hal ini diperkuat oleh data pada kurva regresi penentuan nilai LC₅₀ dibawah ini. Kurva ini memperlihatkan hubungan antara nilai probit dengan log konsentrasi.



Gambar 3. Kurva Log Konsentrasi vs Nilai Probit

Dari hasil kuva regresi penentuan nilai LC₅₀ diperoleh nilai LC₅₀ untuk masing-masing ekstrak etil asetat kulit batang jarak kepyar dan senyawa hasil isolasi. Ekstrak kulit batang jarak kepyar (kurva merah) memiliki nilai LC₅₀ sebesar 12.203,94 mg/L dan senyawa hasil isolasi yaitu senyawa triterpenoid memiliki nilai LC₅₀ sebesar 1.958,39 mg/L. Ini menunjukkan bahwa ekstrak etil asetat dan senyawa isolat memiliki daya aktif sitotoksik yang sangat lemah terhadap hewan uji *Artemia salina* karena memiliki nilai LC₅₀ lebih dari 1000 mg/L. Suatu senyawa metabolit sekunder dapat dikatakan aktif terhadap uji sitotoksik jika nilai LC₅₀ kecil dari 1000 mg/L¹⁰, sedangkan nilai LC₅₀ dari ekstrak etil asetat dan senyawa isolat jauh melebihi

1000 mg/L dan dapat dikatakan bahwa ekstrak etil asetat dan senyawa isolat tidak aktif terhadap uji sitotoksik.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi dari ekstrak etil asetat kulit batang jarak kepyar adalah golongan triterpenoid yang berbentuk kristal dan berwarna putih yang memiliki titik leleh sebesar 88 °C - 90 °C. Hasil karakterisasi dengan Spektroskopi UV menunjukkan adanya ikatan rangkap tidak berkonjugasi pada λ_{max} 203,20 nm, sedangkan pada Spektroskopi IR menunjukkan adanya gugus geminal dimetil yang menandakan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa triterpenoid. Hasil uji sitotoksik menunjukkan nilai LC₅₀ dari ekstrak etil asetat sebesar 12.203,94 mg/L dan senyawa triterpenoid sebesar 1.958,39 mg/L tidak aktif sebagai zat sitotoksik.

V. Ucapan Terima Kasih

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Hasnirwan, M.Si dan Bustanul Arifin, M.Si sebagai dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan petunjuk dalam menyelesaikan penelitian dan jurnal ilmiah ini. Selanjutnya penulis juga mengucapkan terima kasih kepada rekan-rekan di Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam serta analisnya yang telah memberikan bantuan dan fasilitas dalam penyelesaian penelitian dan penulisan jurnal ilmiah ini.

Referensi

1. Ilavarasna, Raju., M. Mallika., S. Venkataraman, **2006**, Anti-inflammatory and free radical scavenging activity of *Ricinus comunis* root extract, *Journal of Ethnopharmacology*, 478-480.
2. Zarai, Zied., I. B. Chobba., R. B. Mansour., A. Bekir., N. Gharshallah., A. Kadri, **2012**, Essential oil of the leaves of *Ricinus communis* L.: In vitro cytotoxicity and antimicrobial properties, *Journal of Lipids Ind Health and Disease*, 95-102.
3. Ribeiro, R Paulo., R. D. De Castro., L. G. Fernandez, **2016**, Chemical constituents of the oilseed crop *Ricinus*

- communis* and their pharmacological activities: A review, *Journal Industrial Crops and Products*, 358-376.
4. Widiyati, Eni, **2006**, Penentuan adanya senyawa Triterpenoid dan uji aktifitas biologis pada beberapa spesies tanaman obat tradisional masyarakat pedesaan Bengkulu, *Jurnal Gradien*, 116-122.
 5. Abubakar, F, N, Andi., S. S. Achmadi., I. H. Suparto, **2017**, Triterpenoid of avocado (*Persea americana*) seed and its cytotoxic activity toward breast MCF-7 and liver HepG2 cancer cells, *Asian Pacific Journal of Tropical Biomedicine*, 397-400.
 6. Whendy, A. U, **2013**, Isolasi Senyawa Triterpenoid dari Fraksi Aktif Kulit Batang Kecapi dan Uji Bioaktifitas "Brine Shrimps Lethality Bioassay".*Skripsi.*, FMIPA. UNAND. Padang.
 7. Lisdawati, Vivi., Sumali . W., L. B. S. Kardono, **2006**, Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) dari berbagai fraksi ekstrak daging buah dan kulit biji mahkota dewa (*Phaleria macrocarpa*), *Jurnal Farmasi Universitas Indonesia*, 111-118.
 8. Suhando, **2013**, AKDP: Isolasi Triterpenoid Dan Uji Antioksidan Ekstrak Kulit Batang Sirsak (*Annona Muricata* Linn.). *Jurnal Kimia Unand*, 2.
 9. Pavia, D. L., Lampman., G. M., Kriz, G. S., Vyvyan, J. R, **2001**, Introduction to Spectroscopy Fourth Edition, Brooks/Cole Cengage Learning, United State.
 10. Rahayu, M. R., dkk, **2013**, Uji Toksisitas dan Identifikasi Ekstrak Etanol Spons *Callyspongia aerizusa* terhadap Larva *Artemia salina* L., *Cakra Kimia (Indonesian E-Journal of Applied Chemistry)* 1, 1-7.

PENJERNIHAN AIR GAMBUT DENGAN HIDROKSIAPATIT YANG DISINTESIS DARI LIMBAH CANGKANG LANGKITANG (*Faunus Ater*)

Matlal Fajri Alif^a, Syukri Arief^b, Yunita^{a*}

^aLaboratorium Kimia Lingkungan Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

^bLaboratorium Kimia Anorganik Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail: yunitasep25@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstrak: Luas lahan rawa gambut di Indonesia diperkirakan 20,6 juta hektar atau sekitar 10,8 persen dari luas daratan Indonesia dan sekitar 7,2 juta hektar atau 35% nya terdapat di Pulau Sumatera. Pada penelitian ini dilakukan penjernihan air gambut dengan metoda adsorpsi menggunakan hidroksiapatit (HAp) yang disintesis dari cangkang langkitang (*Faunus Ater*) yang dilakukan dengan metoda hidrotermal pada suhu kalsinasi 900°C dan 1000 °C. Kondisi optimum penjernihan air gambut dengan HAp Langkitang 900 dan HAp Langkitang 1000 pada waktu kontak 1 jam dan 0,5 jam, massa adsorben 1 gram, dan pH air gambut 3 dan 2 untuk masing-masingnya. HAp dikarakterisasi dengan XRF, FTIR dan SEM. Analisis XRF dari HAp 900 dan HAp 1000 menunjukkan rasio molar Ca/P 2,59 dan Ca/P 1,67. Spektrum FTIR menunjukkan HAp yang disintesis memiliki gugus fosfat, gugus karbonat. HAp yang disintesis dari cangkang langkitang mampu menjernihkan air gambut yang berwarna coklat menjadi jernih. Hasil SEM menunjukkan bahwa setelah penjernihan, permukaan HAp ditutupi oleh senyawa organik.

Kata kunci : Hidroksiapatit, Cangkang Langkitang (*Faunus Ater*), Penjernihan Air Gambut

I. Pendahuluan

Penduduk yang tinggal di daerah rawa dan daerah pantai umumnya kesulitan dalam memperoleh air bersih terutama pada musim kemarau. Rata-rata kebutuhan air di Indonesia adalah 60 liter perkapita perhari, yang meliputi untuk kebutuhan mandi sebesar 30 liter, mencuci 15 liter, masak 5 liter, kemudian untuk kebutuhan minum 5 liter dan lain-lain 5 liter, keadaan tersebut dipengaruhi oleh adanya musim, karena pada musim kemarau dimungkinkan kebutuhan menurun seiring menurunnya persediaan air yang ada[1]. Salah satu sumber air bersih bagi masyarakat yang tinggal di daerah rawa dan daerah pantai adalah air gambut yang merupakan air permukaan yang sangat dipengaruhi oleh kondisi tanah gambut dibawahnya. Luas lahan rawa gambut di Indonesia diperkirakan 20,6 juta hektar atau sekitar 10,8 persen dari luas daratan Indonesia. Dari luasan tersebut sekitar 7,2 juta hektar atau 35% nya terdapat di Pulau Sumatera[2]. Air gambut merupakan air permukaan dari tanah gambut yang berwarna merah kecoklatan, bersifat asam, berbau dan kandungan zat organik yang tinggi[3]. Air gambut mempunyai derajat keasaman tinggi (pH antara 3-5), kandungan partikel tersuspensi rendah, dan intensitas warna tinggi berwarna merah kecoklatan dengan kandungan zat organiknya yang tinggi[3]. Senyawa utama di dalam air gambut adalah asam humat, asam fulvat, dan humin yang merupakan zat pewarna di dalam air

gambut. Dengan adanya kandungan zat organik di dalam air, maka akan menyebabkan kualitas air menurun atau bahkan tidak bisa digunakan masyarakat untuk keperluan sehari-hari, seperti: air minum, mencuci, memasak, mandi dan untuk keperluan lainnya[4].

Upaya menghilangkan warna dan zat organik air gambut telah banyak dilakukan oleh beberapa peneliti diantaranya dengan metode koagulasi-flokulasi suasana basa⁴, dan penyerapan logam berat dalam air gambut dengan hidroksiapatit. Sintesis hidroksiapatit banyak dilakukan oleh beberapa peneliti diantaranya dengan metode basah-pengendapan[5]. metode hidrotermal suhu rendah[6]. Berbagai teknik untuk mensintesis hidroksiapatit telah dikembangkan diantaranya ialah metoda kalsinasi[6], metoda hidrotermal[7], perlakuan pemanasan alkalin[8], metoda presipitasi[9], dan lain-lain. Pada penelitian ini hidroksiapatit disintesis dari cangkang langkitang dengan metoda hidrotermal suhu rendah. Proses hidrotermal dapat menghasilkan partikel dengan kristalinitas yang baik dan tidak mengalami aglomerasi, ukuran, bentuk dan komposisi yang homogen pada temperatur yang rendah[2].

Dalam penelitian ini hidroksiapatit yang digunakan sebagai adsorben disintesis dari limbah cangkang langkitang dengan menggunakan metoda hidrotermal. Langkitang merupakan hewan siput air, yang umum

ditemukan secara melimpah di daerah Sumatra Barat. Langkitang hidup di danau, sungai, hingga muara. Cangkangnya hitam dan memanjang, sebesar kelingking. Langkitang banyak dijadikan bahan makanan oleh masyarakat setempat. Cangkang hasil olahan dibiarkan begitu saja[10]. Untuk mengurangi limbah dari cangkang langkitang adalah mengolahnya menjadi hidroksiapatit. Penanganan limbah cangkang langkitang sangat diperlukan sehingga dapat menambah nilai jual, mengurangi limbah padat dan pemanfaatan bahan alami sebagai hidroksiapatit. Sintesis hidroksiapatit dari bahan alami lebih baik dikarenakan bahan tersebut dapat meningkatkan sifat bioaktif dan biokompatibel[11]. Sifat hidroksiapatit ini bisa digunakan untuk pemurnian air untuk logam berat dan radionuklida[11]. Hidroksiapatit alami ditemukan di tulang, cangkang, kerang, mineral dan sisik ikan[7].

II. Metodologi Penelitian

2.1 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah beberapa peralatan gelas, lumpang beserta alu, neraca analitis (Kern & Sohn GmbH), rotary shaker (Edmun Buhler 7400 Tubingen), Oven (Mommert), pH meter (PH-009(I)A), FTIR (Unican Mattson Mod 7000 FTIR), XRF (PAnalytical EPSILON-3), Spektrofotometer UV-Vis (Thermo Scientific GENESYS 10S Series), ayakan no 0,032 mm, yang digunakan ialah Spektrofotometer Serapan Atom Varian, FTIR (Subtech Spectrum ACII PEDS 4.00), SEM, hot plate dan stirrer, magnetik bar.

Bahan yang digunakan pada penelitian ini cangkang langkitang dari Pantai Ulakan Tapakis, Sumatera Barat, Air Gambut dari Dumai (Riau), HNO_3 p.a. (Merck), $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ (Wako Pure Chemical), kertas saring Whatman No. 42, dan akuades.

2.2 Preparasi Cangkang Langkitang

Limbah cangkang langkitang direndam dan dicuci secara menyeluruh dengan akuades untuk menghilangkan garam dan pengotor. Cangkang langkitang kemudian dikeringanginkan. Cangkang langkitang dicuci dengan 0,1 M HNO_3 lalu dicuci beberapa kali dengan air akuades, kemudian dikeringkan dengan oven pada suhu 120°C selama 5 jam. Selanjutnya diayak dengan ayakan yang berukuran 0,032 mm. Cangkang langkitang yang telah diayak difurnace pada suhu 900°C dan 1000°C untuk variasi pembuatan HAp

2.3 Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit

Hasil furnace suhu 900°C dan 1000°C ditimbang masing-masing sebanyak 10 gram dicampur dengan ammonium dihydrogen phosphate akuades dengan perbandingan 10:6. Campuran dimasukkan ke dalam gelas kimia 600 mL dan dipanaskan di atas *hotplate* pada suhu 90°C sambil diaduk menggunakan *stirrer* selama 6 jam. Hasil sintesis berupa *slurry* selanjutnya dikeringkan dalam oven pada suhu 120°C selama 5 jam. Sampel yang sudah kering dikalsinasi pada suhu 600°C selama 2 jam.

Hidroksiapatit yang telah disintesis dari cangkang langkitang yang dikalsinasi 900°C (HAp langkitang 900) dan 1000°C (HAp langkitang 1000). Hidroksiapatit dianalisis dengan Fourier Transform Infrared (FTIR). Perbandingan Molar Ca/P HAp langkitang 900 dan HAp langkitang 1000 dianalisis dengan X-Ray Fluorescence (XRF).

2.4 Pengaruh Massa Hidroksiapatit terhadap Penjernihan Air Gambut

Dimasukkan HAp langkitang 900 dan HAp langkitang 1000 dengan variasi massa 0,1; 0,5; 1; 1,5 dan 2 gram ke dalam erlenmeyer, lalu ditambahkan 10 mL air gambut. Pengadukan dilakukan dengan waktu kontak optimum dengan kecepatan 250 rpm. Campuran disaring dan filtratnya dianalisis dengan Spektrofotometer UV-Vis pada λ 220-400 nm.

2.5 Pengaruh pH Air Gambut terhadap Penjenihan Air Gambut

Dimasukkan HAp langkitang 900 dan HAp langkitang 1000 dengan massa optimum ke dalam erlenmeyer, lalu ditambahkan 10 mL air gambut dengan pH awal 3,8. Air Gambut dibuat dengan variasi pH 2, 3, 4, 5 dan 6. Larutan NaOH 0,1 M dan HNO_3 0,1 M digunakan untuk mengatur pH. Pengadukan dilakukan pada waktu optimum dengan kecepatan 250 rpm. Campuran disaring dan filtratnya dianalisis dengan Spektrofotometer UV-Vis pada λ 220-400 nm.

III. Hasil dan Pembahasan

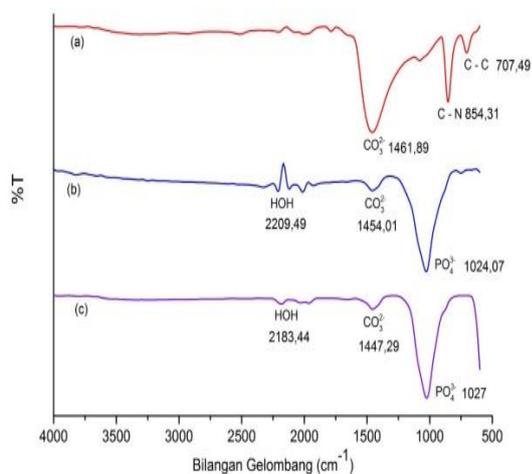
3.1 Analisis XRF Hidroksiapatit yang Disintesis dari Limbah Cangkang Langkitang

Tabel 1. Analisis XRF dari bubuk HAp Cangkang langkitang

Sampel	Kandungan Ca	Kandungan P	Ca/P
HAp langkitang 900	66,782 %	25,739 %	2,59
HAp langkitang 1000	57,976 %	34,814 %	1,67

Dari Tabel 1 hasil XRF HAp langkitang 900 memiliki ratio molar Ca/P yang tinggi dengan teoritis. karena kadar Ca lebih tinggi dibandingkan dengan P dan tingginya impuritas sehingga menghasilkan ratio molar Ca/P yang menjauhi nilai teoritis. Tingginya ratio molar Ca/P karena adanya fasa pengotor pada sampel[12], yang mengindikasikan adanya campuran fasa yang dihasilkan yaitu tetrakalsium fosfat (TTCP) berdasarkan hasil XRD dalam partikel dengan perbedaan morfologi[12]. Dari hasil XRF HAp langkitang 1000 memiliki ratio molar Ca/P yang sesuai dengan teoritis.

3.2 Analisis FTIR Hidroksiapatit yang Disintesis dari Limbah Cangkang Langkitang



Gambar 1. Spektrum FTIR (a) Cangkang langkitang, (b) HAp langkitang 900 dan (c) HAp langkitang 1000.

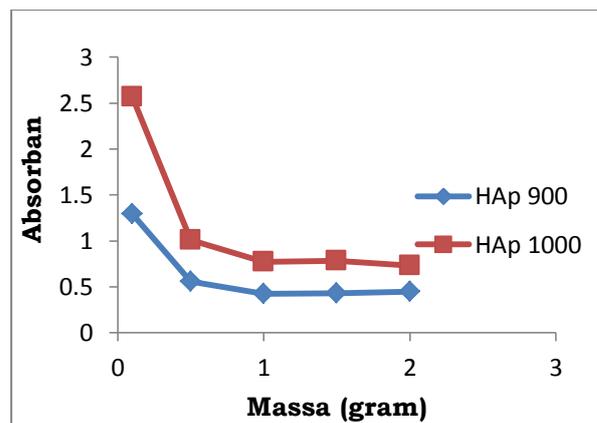
Berdasarkan Gambar 2(a) menunjukkan adanya serapan dengan puncak kuat pada 1461,89 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus karbonat (CO_3), substitusi ion karbonat diidentifikasi oleh puncak ion karbonat sekitar 1434 cm^{-1} [13]. Puncak

serapan yang muncul adalah puncak dari gugus C-N (854,31 cm^{-1}) dan C-C (707,49 cm^{-1}) menunjukkan bahwa cangkang langkitang mengandung gugus hidroksil, amina dan karbonat[14].

Spektrum HAp langkitang 900 dan 1000 pada Gambar 2(b) dan(c) menunjukkan gugus fosfat pada 1024,07 cm^{-1} dan 1027 cm^{-1} masing-masingnya dengan puncak yang tajam. Puncak di 1036,2 cm^{-1} berhubungan dengan peregangan obligasi P-O dari HAP[14,15]. Gugus karbonat pada 1454,01 cm^{-1} pada HAp langkitang 900 dan 1447,29 cm^{-1} pada HAp langkitang 1000 cm^{-1} . Puncak HAp langkitang 900 dan 1000 pada 2209,49 cm^{-1} dan 2183,44 cm^{-1} menunjukkan serapan HOH[2]. Hasil analisis FTIR menunjukkan HAp yang disintesis tidaklah murni dengan adanya gugus karbonat yang masuk ke kisi kristal HAp. Pada HAp 900 dan HAp 1000 gugus amina hilang, hal ini mungkin saja disebabkan pada proses pembentukan pada suhu 900°C dan 1000°C gugus aminanya menguap.

3.3 Pengaruh Variasi Massa terhadap Penjernihan Air Gambut

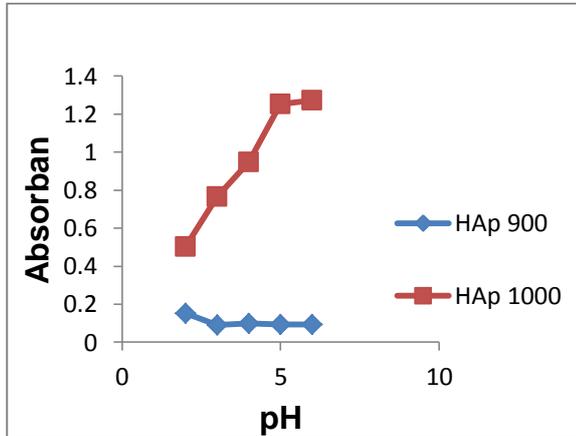
Pengamatan variasi massa terhadap penjernihan air gambut dilakukan untuk mengetahui massa optimum yang dibutuhkan HAp dari cangkang langkitang dalam penjernihan air gambut. Massa yang digunakan 0,1; 0,5; 1; 1,5; dan 2 gram dengan waktu optimum 1 jam untuk HAp cangkang langkitang 900°C dan 0,5 untuk HAp cangkang langkitang 1000 °C dengan kecepatan pengadukan 250 rpm. Untuk mengetahui pengurangan asam humat yang terdapat dalam air gambut dilakukan dengan membandingkan absorbansi pada λ 280 nm. Penurunan absorbansi air gambut terdapat pada Gambar 2.



Gambar 2. Pengaruh massa terhadap penurunan absorbansi air gambut pada λ 280 nm.

Adanya penyerapan oleh HAp. Penurunan absorbansi air gambut semakin meningkat dengan meningkatnya massa HAp. Hal ini dikarenakan HAp sebagai material pengabsorpsi tersedia dalam jumlah banyak. Intensitas warna air gambut berkurang setelah dikontakkan dengan HAp. Karena senyawa organik pada air gambut mengalami pengurangan karena senyawa organik pada air gambut diserap oleh HAp.

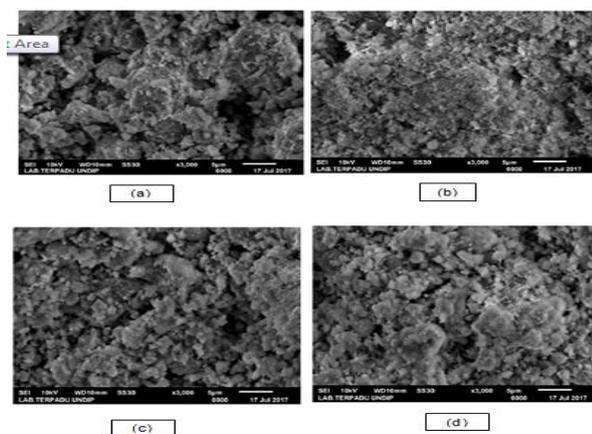
3.4 Pengaruh Variasi pH terhadap Penjernihan Air Gambut



Gambar 3. Pengaruh pH terhadap penurunan absorbansi air gambut pada λ 280 nm.

Pada Gambar 3 dapat dilihat bahwa adanya penyerapan oleh HAp. Absorbansi meningkat dengan meningkatnya pH pada HAp 1000. Sedangkan pada pH HAp 900 absorbansi menurun dengan meningkatnya pH, hal ini disebabkan oleh adsorpsi jenuh selama proses adsorpsi [16].

3.5 Analisis SEM Hidroksiapatit Sebelum dan Setelah Penjernihan Air Gambut



Gambar 4. Sem HAp Langkitang (a) HAp 900 sebelum penjernihandengan perbesaran 3000x (b) HAp 900 setelah penjernihan dengan perbesaran 3000x (c) HAp 1000 sebelum penjernihandengan perbesaran 3000x (d) HAp 1000 setelah penjernihandengan perbesaran 3000x

IV. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan intensitas warna air gambut berkurang setelah dilakukan penjernihan dengan Hidroksiapatit.

V. Ucapan Terima Kasih

Terima kasih untuk pihak-pihak yang membantu dalam penelitian ini.

Referensi

1. Eram Tunggal, P.: Pengelolaan Sumber Air Di Desa Jawesari Kecamatan Limbangan, Kabupaten Kendal. *Jurnal Kesehatan Masyarakat* 2012, 8, 1, 17-22.
2. Suryadi.: Sintesis dan Karakterisasi Biomaterial Hidroksiapatit dengan Pengendapan Kimia Basah. *Skripsi*. Teknik Metalurgi dan Material. Universitas Indonesia, Depok, 2011.
3. Eka Christie, Yuliane.: Penggunaan ZnO / Kayu Akasia (*Acacia mangilum*) sebagai Reaktor Fotokatalitik dalam Proses Penjernihan Air Gambut. *Skripsi*. Kimia, Universitas Andalas, Padang, 2016.
4. Dadan, S.; Nyoman, S.: Menghilangkan Warna dan Zat Organik Air Gambut dengan Metode Koagulasi-Flokulasi Suasana Basa. *Jurnal Riset Geologi dan Pertambangan* 2013, 23, 22, 127-139.
5. Muhara, I; Ahmad, F.; Fajril, A.: Sintesis Hidroksiapatit dari Kulit Kerang Darah dengan Metode Hidrotermal Suhu Rendah. *Jom FTEKNIK* 2015, 2, 1, 15.
6. Wei, W.; Lei, Y.; Wenhui, Z.; Jing, C.; Zhenggui, W.: Poorly Crystalline Hydroxyapatite: A Novel Adsorbent for Enhanced Fulvic Acid Removal from Aqueous Solution. *Applied Surface Science* 2015, 328-339.
7. Tomoyo, G.; Keiko, S.: Synthesis of Morphologically Controlled Hydroxyapatite from Fish Bone by Urea-Assisted Hydrothermal Treatment and its Sr²⁺ Sorption Capacity. *Powder Technology* 2016, 292, 314-322.
8. Kongsri, S., K. Janpradit, K. Buapa, S. Techawongstien, dan S. Chanthai. 2012. Nanocrystalline Hydroxyapatite from Fish Scale Waste: Preparation, Characterization and Application for Selenium Adsorption in Aqueous Solution. *Chemical Engineering Journal* :522-532
9. Pon-On, W., P. Suntornsaratoon, N. Charoenphandhu, J. Thongbunchoo, N. Krishnamra, dan I. Ming Tang. 2016. Hydroxyapatite from Fish Scale for Potential

- use as Bone Scaffold or Regenerative Material. *Materials Science and Engineering* :183-189
10. Intan, P.: Penamfaatan Cangkang Langkitang (*Faunus ater*) Sebagai Biosorben Ion Logam Cd(II) dan Cr(VI). *Skripsi*. Kimia, Universitas Andalas, Padang, 2016.
 11. Balgies.: Sintesis dan Karakterisasi Hidroksiapatit dari Cangkang Kerang Ranga. *Skripsi*. Fisika, Institut Pertanian Bogor, Bogor, 2011.
 12. Dahlan, K.: Potensi Kerang Ranga sebagai Sumber Kalsium dalam Sintesis Biomaterial Substitusi Tulang. *Prosiding Semirata FMIPA Universitas Lampung*, 2013.
 13. *Komite Bersama untuk Powder Difraksi Standar (JCPS ICDD CARD # 9-432)*
 14. Sargin Y, Kizilyalli M, Telli C and Guler H 1997 *J. Eur. Ceram.Soc.* 17 963
 15. Ramanan S R and Ramannan V 2004 *Mater. Lett.* 58 3320
 16. Herawaty, L.; Eti, R.; Charlena; Sulistioso, G.S.: Synthesis of Hydroxyapatite Nanoparticle from Tutut (*Bellamyia javanica*) Shells by using Precipitation Method for Artificial Bone Engineering. *Advanced Materials Research* 2014, 896, 284-287.

MEMPELAJARI CARA PENENTUAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN FLAVONOID DAN Fisetin TERSUBSTITUSI GUGUS PENARIK ELEKTRON DAN GUGUS PENOLAK ELEKTRON BERDASARKAN METODE SEMIEMPIRIS AUSTIN MODEL 1 (AM1)

Yani Meutia Hanifa*, Emdeniz, Imelda

Laboratorium Kimia Komputasi Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas

*E-mail : yghanifa50@gmail.com

Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

Abstract: Measurement of flavonoid activity from antioxidant has been studied, it is based on average of the bond dissociation enthalpy (BDE), single electron transfer-proton transfer (SET-PT), proton affinity (PA), and electron transfer enthalpy (ETE). These study used AM1 semi-empiric methods. The result showed that the antioxidant activity of flavonoid could be determine by simple and double linear of regression equation such as $Y = 41,897 + 0,002 BDE_{rt} + 0,017 PA_{rt} + 0,355 ETE_{rt}$, $Y = 41,077 + 0,358 SET-PT_{rt} - 0,340 PA_{rt}$, $Y = 41,301 + 0,342 ETE_{rt}$. The results of linear multiple regression equation of correlation and simple 3, 2, and 1 variables, each of variables have a value of R^2 of 0.923; 0.923; 0.916. From the results, it can be concluded that the use of the HKSA is to calculate the value of antioxidant activity predictively gave results that were good enough. On a electron withdrawing group substituted fisetin C5' and C6' position showed an increase in the value of antioxidant activity. Whereas for the electron donating group substituted fisetin C5' and C6' position are generally increase the value of antioxidant activity.

Keywords: Flavonoids, Fisetin, Semiempirical AM1, HKSA

I. Pendahuluan

Flavonoid dalam tubuh manusia berfungsi sebagai antioksidan yang dapat menghambat pertumbuhan radikal bebas. Senyawa ini merupakan salah satu kelompok senyawa metabolit sekunder yang paling banyak ditemukan didalam jaringan tanaman. Senyawa fenolik ini yang dimiliki oleh sebagian besar tumbuhan hijau dan biasanya terkonsentrasinya pada biji, buah, kulit buah, kulit kayu, daun, dan bunga¹. Fisetin (3,7,3',4'-tetrahydroxyflavone) merupakan senyawa flavonol. Fisetin banyak terkandung didalam buah-buahan dan sayur-sayuran seperti strawberry, apel, anggur, mentimun, kesemek, dan bawang. Di Negara Jepang, masyarakatnya selalu mengkonsumsi makanan yang mengandung fisetin sebanyak 0,4 mg per hari untuk program diet².

Oksidasi menyebabkan kerusakan *irreversible* pada sistem biologis. Radikal bebas yang paling penting terbentuk selama reaksi oksidasi diantaranya radikal hidroksil (HO•), alkoksil (RO•) dan peroksil (ROO•). Antioksidan adalah senyawa kimia yang

dapat menghambat radikal bebas diatas selama proses oksidasi. Hal tersebut dapat diketahui bahwa senyawa fenolik bertindak sebagai antioksidan primer. Aktivitas antioksidan dipengaruhi oleh mudah atau sulitnya membentuk radikal dan kestabilan radikal yang terbentuk dari gugus O-H polifenol³. Stanislaw Burda dan Wieslaw Oleszek telah melakukan penelitian terhadap aktivitas antioksidan beberapa senyawa flavonoid dengan menggunakan metode DPPH⁴. Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan oleh Huda S. Kareem, aktivitas antioksidan dari suatu senyawa juga dapat dipengaruhi oleh gugus penolak elektron (EDG/*Electron Donating Groups*) dan gugus penarik elektron (EWG/*Electron Withdrawing Groups*). Pada gugus penolak elektron akan cenderung meningkatkan aktivitas antioksidan pada posisi para dan bisa juga pada posisi ortho, sedangkan untuk gugus penarik elektron cenderung menurunkan aktivitas antioksidan pada posisi meta⁵.

Nita Susanti Puspitasari telah melakukan penelitian representasi struktur kimia

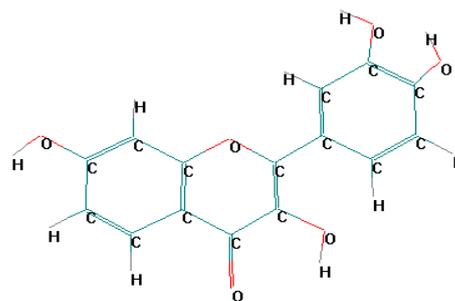
berupa deskriptor meliputi muatan bersih atom dan momen dipol dari senyawa antioksidan turunan flavon/flavonol yang diperoleh dari hasil perhitungan dengan menggunakan metoda semiempiris AM1⁶. Iqmal Tahir melakukan analisis QSAR senyawa turunan flavon/flavonol dengan menggunakan pendekatan analisis Hansch yang menerapkan kajian aktivitas antiradikal sebagai fungsi dari variabel-variabel sterik, hidrofobik, dan elektronik⁷. Chakshu Vats melakukan penelitian menggunakan analisis QSAR terhadap 27 turunan flavonoid yang di inhibitor oleh aktivitas enzim Acetyl cholinesterase (AChE)⁸.

Pada penelitian ini akan dicari metoda sederhana secara teoritis untuk penentuan aktivitas antioksidan dari flavonoid, terutama fisetin tersubstitusi gugus penolak elektron (*Electron Donating Group*) dan gugus penarik elektron (*Electron Withdrawing Group*). Metoda tersebut merupakan kajian hubungan *Quantitative Structure-Activity Relationship* (QSAR) yang berdasarkan nilai BDE rata-rata, SET-PT rata-rata, PA rata-rata, dan ETE rata-rata senyawa fisetin dan fisetin tersubstitusi dari yang diperoleh dari hasil optimasi dengan metode AM1 didapatkan ΔH ArOH, ΔH ArO \cdot , ΔH ArO $^-$ untuk masing-masing posisi OH pada fisetin.

II. Metodologi Penelitian

2.1 Peralatan dan Struktur yang diamati

Seperangkat computer dengan prosesor AMD E1 Essential, RAM 2 Gb, software *HyperchemTM for Windows* versi 7.00, dan software *SPSS for Windows* versi 22.00. Molekul yang diamati dalam penelitian ini adalah 7 senyawa flavonoid (kaempferol, galangin, robinetin, quersetin, fisetin, 3-hidroksi flavon, dan morin). Selanjutnya molekul fisetin dibuat dengan 10 bentuk substituen gugus penarik elektron (CN, NO, NO₂, Cl, F) dan gugus penolak elektron (CH₃, NHCH₃, N(CH₃)₂, OCH₃, NH₂) pada posisi C5' dan C6'. Struktur yang akan dipelajari dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Struktur Fisetin

2.2 Optimasi Senyawa

Struktur 7 senyawa flavonoid dan fisetin tersubstitusi dioptimasi menggunakan *Hyperchem 7,0* dengan metoda AM1.

2.3 Uji Statistik dengan SPSS

Tahap selanjutnya adalah menentukan korelasi 7 senyawa flavonoid menggunakan *SPSS Windows 22.0* sehingga didapatkan persamaan regresi berganda dan sederhana.

III. Hasil dan Pembahasan

3.1 Optimasi Geometri Senyawa Flavonoid

Optimasi geometri 7 molekul (kaempferol, robinetin, galangin, quersetin, fisetin, 3-hidroksi flavon, morin) dilakukan untuk mendapatkan struktur geometri yang stabil (optimasi) dari suatu molekul atau senyawa tertentu. Berdasarkan optimasi geometri 7 molekul, diperoleh hasil untuk nilai BDE_{rt}, SET-PT_{rt}, PA_{rt} dan ETE_{rt}. Untuk nilai BDE, SET-PT, PA, dan ETE dari 7 senyawa flavonoid dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Nilai BDE rata-rata, SET-PT rata-rata, PA rata-rata, dan ETE rata-rata

Senyawa	BDE _{rt} (kkal/ mol)	SET-PT _{rt} (kkal/ mol)	PA _{rt} (kkal/ mol)	ETE _{rt} (kkal/ mol)
Kaempferol	-285,814	30,109	-36,727	66,836
Galangin	-300,906	15,016	-56,377	71,393
Quercetin	-306,934	8,988	-55,557	64,545
Robinetin	-330,739	24,928	-34,612	59,540
Fisetin	-310,956	4,966	-54,526	59,492
3-hidroksi flavon	-293,862	22,060	-31,754	53,814
Morin	-286,306	29,617	-36,083	65,700

Berdasarkan Tabel 1 digunakan untuk menghitung persamaan regresi linier berganda sederhana menggunakan 3 variabel (BDE rata-rata, PA rata-rata, dan ETE rata-rata), 2 variabel (SET-PT rata-rata, dan PA rata-rata), 1 variabel (ETE rata-rata)

dalam menentukan aktivitas antioksidan prediksi sehingga didapatkan persamaan regresi linier sederhana (1 variabel), persamaan regresi berganda (3,2 variabel), dan R², dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Nilai R² ketiga variasi persamaan regresi linier berganda dan sederhana

Persamaan regresi linier berganda dan sederhana	R ²
$Y = 41,897 + 0,002 \text{ BDE}_{rt} + 0,017 \text{ PA}_{rt} + 0,355 \text{ ETE}_{rt}$	0,923
$Y = 41,077 + 0,358 \text{ SET-PT}_{rt} - 0,340 \text{ PA}_{rt}$	0,923
$Y = 41,301 + 0,342 \text{ ETE}_{rt}$	0,916

Apabila R² = 0,81-0,99 maka dapat dikatakan bahwa persamaan berganda yang diperoleh sangat baik dan dapat dipercaya. Untuk persamaan 3, 2, 1 variabel didapatkan nilai R² = 0,923 ; 0,923 ; 0,916 sehingga ketiga variasi persamaan regresi linier berganda dan sederhana tersebut sangat baik dan dapat digunakan untuk menentukan aktivitas antioksidan 7 senyawa flavonoid secara prediksi dan analisis regresi linier berganda dan sederhana senyawa fisetin tersubstitusi. Nilai AA prediksi 7 senyawa flavonoid dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Aktivitas Antioksidan Eksperimen dengan Aktivitas Antioksidan Prediksi

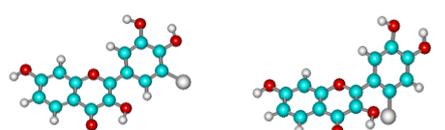
Senyawa	AA Eksp (%)	AA Pred 3 Variabel (%)	AA Pred 2 variabel (%)	AA Pred 1 variabel (%)
Kaempferol	65,3	64,428	64,343	64,159
Galangin	64,9	65,681	65,621	65,717
Quercetin	63,6	63,252	63,184	63,375
Robinetin	61,7	61,783	61,769	61,663
Fisetin	61,6	61,468	61,393	61,647
3-hidroksi flavon	59,4	59,873	59,771	59,705
Morin	63,5	64,034	63,948	63,770
R ²		0,923	0,923	0,916

Dari persamaan 3, 2, dan 1 variabel, nilai aktivitas antioksidan secara prediksi dapat diterima dengan mendekati nilai aktivitas antioksidan secara eksperimen, dan untuk uji R² dari masing-masing variasi > 0,80 sehingga hasil yang didapatkan dapat diterima sebagai pertimbangan dalam melakukan suatu eksperimen dan F hitung lebih besar dari F tabel yang menunjukkan hasil perhitungan aktivitas antioksidan untuk molekul flavonoid ini tidak berbeda

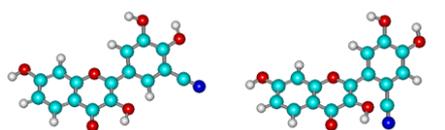
nyata dengan aktivitas antioksidan secara eksperimen.

3.2 Optimasi Fisetin Tersubstitusi pada Posisi C5' dan C6'

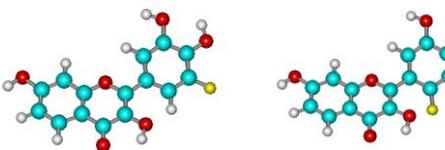
Optimasi molekul fisetin tersubstitusi juga dilakukan pada masing-masing substituen EWG dan EDG posisi C5' dan C6' untuk mendapatkan struktur geometri yang stabil dari suatu molekul. Pada EWG substituenya adalah Cl, CN, F, NO, dan NO₂, sedangkan pada EDG substituenya adalah CH₃, NH₂, N(CH₃)₂, NHCH₃, dan OCH₃. Hasil optimasi dapat dilihat pada gambar dibawah ini.



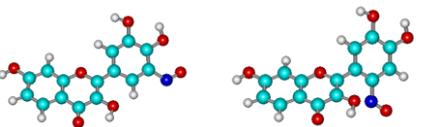
Fisetin tersubstitusi Cl posisi C5' dan C6'



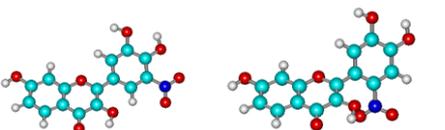
Fisetin tersubstitusi CN posisi C5' dan C6'



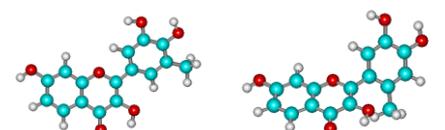
Fisetin tersubstitusi F posisi C5' dan C6'



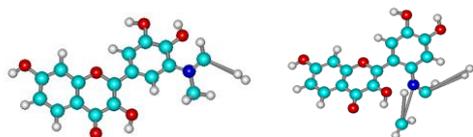
Fisetin tersubstitusi NO posisi C5' dan C6'



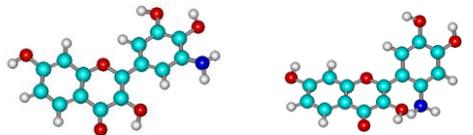
Fisetin tersubstitusi NO₂ posisi C5' dan C6'



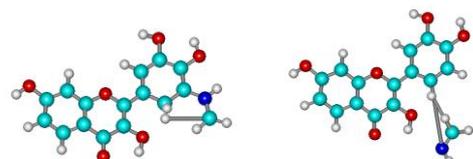
Fisetin tersubstitusi CH₃ posisi C5' dan C6'



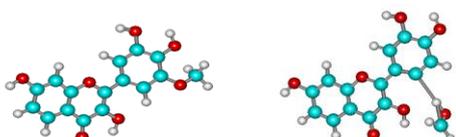
Fisetin tersubstitusi $N(CH_3)_2$ posisi $C5'$ dan $C6'$



Fisetin tersubstitusi NH_2 posisi $C5'$ dan $C6'$



Fisetin tersubstitusi $NHCH_3$ posisi $C5'$ dan $C6'$



Fisetin tersubstitusi OCH_3 posisi $C5'$ dan $C6'$

Optimasi geometri molekul fisetin tersubstitusi pada posisi $C5'$ dan $C6'$ menghasilkan ΔH_{ArOH} , ΔH_{ArO} , $\Delta H_{ArO} \cdot$, H_{ArO} pada masing-masing posisi OH fisetin tersubstitusi untuk nilai BDE rata-rata, SET-PT rata-rata, PA rata-rata dan ETE rata-rata. Nilai BDE rata-rata, SET-PT rata-rata, PA rata-rata dan ETE rata-rata untuk masing-masing gugus EWG dan EDG posisi $C5'$ dan $C6'$ dapat dilihat pada Tabel 4 dan 5

Tabel 4. Nilai BDE rata-rata, SET-PT rata-rata, PA rata-rata, dan ETE rata-rata fisetin tersubstitusi pada posisi $C5'$

Substituen	BDE _{rt} (kkal/mol)	SET-PT _{rt} (kkal/mol)	PA _{rt} (kkal/mol)	ETE _{rt} (kkal/mol)
Cl	-291,487	24,435	-38,060	62,496
CN	-290,489	25,434	-41,973	67,407
F	-291,803	24,120	-38,191	62,311
NO	-290,160	25,762	-40,353	66,116
NO ₂	-289,114	26,808	-45,780	72,588
CH ₃	-291,406	24,516	-34,170	58,687
NH ₂	-290,989	24,933	-34,198	59,132
NHCH ₃	-292,977	22,945	-30,051	52,997
N(CH ₃) ₂	-328,384	-12,462	-77,237	64,776
OCH ₃	-293,818	22,104	-38,386	60,491

Tabel 5. Nilai BDE rata-rata, SET-PT rata-rata, PA rata-rata, dan ETE rata-rata fisetin tersubstitusi pada posisi $C6'$

Substituen	BDE _{rt} (kkal/mol)	SET-PT _{rt} (kkal/mol)	PA _{rt} (kkal/mol)	ETE _{rt} (kkal/mol)
Cl	-288,843	27,080	-37,859	64,939
CN	-288,811	27,111	-40,090	67,202
F	-290,607	25,315	-37,344	62,660
NO	-288,893	27,029	-39,575	66,605
NO ₂	-288,301	27,621	-44,553	72,175
CH ₃	-289,206	26,716	-32,772	59,488
NH ₂	-289,328	26,594	-33,112	59,707
NHCH ₃	-290,998	24,924	-38,349	63,273
N(CH ₃) ₂	-292,375	23,548	-39,949	63,497
OCH ₃	-342,256	-26,33	-75,859	49,525

Persamaan regresi linier berganda 2 variabel dan 1 variabel juga diterapkan pada perhitungan aktivitas antioksidan kaempferol tersubstitusi dapat dilihat pada Tabel 6, 7, dan 8

Tabel 6. Aktivitas antioksidan prediksi fisetin tersubstitusi pada posisi $C5'$ dan posisi $C6'$ persamaan regresi linier berganda 3 variabel

Substituen	AA Posisi $C5'$ (%)	Δ AA (%)	AA Posisi $C6'$ (%)	Δ AA (%)
H	61,468		61,468	
Cl	62,853	1,385	63,729	2,261
CN	64,532	3,064	64,494	3,026
F	62,784	1,316	62,925	1,457
NO	64,102	2,633	64,291	2,823
NO ₂	66,309	4,841	66,185	4,717
CH ₃	61,567	0,099	61,879	0,411
NH ₂	61,725	0,257	61,951	0,483
NHCH ₃	59,614	-1,85	63,125	1,657
N(CH ₃) ₂	62,922	1,454	63,174	1,706
OCH ₃	62,131	0,663	57,504	-3,96

Tabel 7. Aktivitas antioksidan prediksi fisetintersubstitusi pada posisi C5' dan posisi C6' persamaan regresi linier berganda 2 variabel

Substituen	AA	Δ AA (%)	AA	Δ AA (%)
	Posisi C5' (%)		Posisi C6' (%)	
H	61,393		61,393	
Cl	62,765	1,371	63,643	2,249
CN	64,453	3,059	64,413	3,019
F	62,697	1,303	62,837	1,443
NO	64,020	2,626	64,209	2,815
NO ₂	66,239	4,845	66,114	4,720
CH ₃	61,471	0,077	61,784	0,390
NH ₂	61,630	0,236	61,856	0,462
NHCH ₃	59,509	-1,884	63,038	1,644
N(CH ₃) ₂	62,876	1,482	63,090	1,696
OCH ₃	62,041	0,647	57,441	-3,952

Tabel 8. Aktivitas antioksidan prediksi fisetin tersubstitusi pada posisi C5' dan posisi C6' persamaan regresi linier sederhana 1 variabel

Substituen	AA	Δ AA (%)	AA	Δ AA (%)
	Posisi C5' (%)		Posisi C6' (%)	
H	61,647		61,647	
Cl	62,674	1,027	63,510	1,862
CN	64,354	2,706	64,284	2,636
F	62,611	0,964	62,730	1,083
NO	63,912	2,265	64,080	2,432
NO ₂	66,126	4,478	65,985	4,337
CH ₃	61,372	-0,275	61,646	-0,001
NH ₂	61,524	-0,123	61,720	0,073
NHCH ₃	59,426	-2,221	62,940	1,293
N(CH ₃) ₂	63,454	1,806	63,017	1,369
OCH ₃	61,989	0,341	58,238	-3,408

Penambahan gugus penarik elektron (F, Cl, NO, NO₂, CN) pada fisetin tersubstitusi posisi C5' dan C6' menunjukkan peningkatan nilai aktivitas antioksidan, sedangkan untuk gugus penolak elektron (CH₃, NH₂, NHCH₃, N(CH₃)₂, OCH₃) umumnya meningkatkan nilai aktivitas antioksidan.

IV. Kesimpulan

Berdasarkan analisis hasil yang diperoleh dari penelitian dapat disimpulkan bahwa nilai BDE rata-rata, SET-PT rata-rata, PA rata-rata, dan ETE rata-rata pada senyawa flavonoid dapat ditentukan secara teoritis dengan menggunakan metoda semiempiris *Austin Model 1* (AM1). Aktivitas antioksidan flavonoid (kaempferol, galangin, quersetin,

robinetin, fisetin, 3-hidroksiflavan, morin) dan fisetin tersubstitusigugus penarik elektron dan gugus pendonor elektron dapat dihitung dengan menggunakan persamaan regresi linier berganda dan sederhana sebagai berikut :

$$Y = 41,897 + 0,002 \text{ BDE}_{rt} + 0,017 \text{ PA}_{rt} + 0,355 \text{ ETE}_{rt}$$

$$Y = 41,077 + 0,358 \text{ SET-PT}_{rt} - 0,340 \text{ PA}_{rt}$$

$$Y = 41,301 + 0,342 \text{ ETE}_{rt}$$

Hasil uji persamaan nilai aktivitas antioksidan prediksi dengan eksperimen menghasilkan korelasi yang cukup baik yaitu 0,923 ; 0,923 ; 0,916. Penambahan gugus penarik elektron (F, Cl, NO, NO₂, CN) pada fisetin tersubstitusi posisi C5' dan C6' menunjukkan peningkatan nilai aktivitas antioksidan, sedangkan untuk gugus penolak elektron (CH₃, NH₂, NHCH₃, N(CH₃)₂, OCH₃) umumnya meningkatkan nilai aktivitas antioksidan.

V. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Kepala Laboratorium Komputasi Jurusan Kimia, dosen pengajar, tim dosen penguji, dan teman-teman yang telah memberikan saran-saran, bimbingan serta arahan dalam menjalankan penelitian ini.

Referensi

1. Abdallah, H.H; Janez, M: Chemical Reaction of Soybean Flavonoids with DNA: A Computational Study Using the Implicit Solvent Model. *International Journal of Molecular Sciences* 2012, 1269-1283.
2. Rengarajan, T; Yaacob, S: The Flavonoid Fisetin as an Anticancer Agent Targeting the Growth Signaling Pathways. *European Journal of Pharmacology, Malaysia* 2016, 8-16.
3. Vaganek, A; Rimarcik, J; Lukes, V: DFT/B3LYP Study of the Enthalpies of Homolytic and Heterolytic O-H Bond Dissociation in Sterically Hindered Phenols. *Acta Chimica Slovaca* 2011, 4, 55-57.
4. Burda, S; Wieslaw, O: Antioxidant and Antiradical Activities of Flavonoids. *J.Agric. Food Chem* 2001. 49. 2774-2779.
5. Kareem. S.H; Azhar, A: Correlation of Antioxidant Activities with Theoretical Studies for New Hydrazone Compounds Bearing a 3,4,5- trimethoxy

- benzyl moiety. *European Journal Medicinal Chemistry* 2015, 103, 497-505.
6. Puspitasari, S; Tahir, I : Aplikasi *Principal Component Regresion* untuk Analisis QSAR Senyawa Antioksidan Turunan Flavon/Flavonol menggunakan Deskriptor Elektronik Hasil Perhitungan Metode AM1. *Berkala MIPA*, Yogyakarta, 16(3), September 2006.
 7. Tahir, I; Karna, W: QSAR Study of Flavone/Flavonol Analogues as the Antiradical Compounds based on Hansch Analysis. *Indonesian Journal of Chemistry* 2003, 3(!), 48-54.
 8. Vats, C; Jasper, K.D: Computational Design of novel Flavonoid Analogues as Potential AChE Inhibitors: analysis using group-based QSAR, molecular docking and molecular dynamics simulations. *Struct Chem*, New York, 2014