

# **JURNAL KIMIA UNAND**

**ISSN No. 2303-3401**

**Volume 7 Nomor 4**

**November, 2018**

*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](http://www.jurnalsain-unand.com)  
Corresponding E-mail: [salim\\_emil17@yahoo.com](mailto:salim_emil17@yahoo.com)  
[syukri@fmipa.unand.ac.id](mailto:syukri@fmipa.unand.ac.id)

## DAFTAR ISI

JUDUL ARTIKEL	Halaman
1. UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN PENENTUAN KANDUNGAN FENOLIK TOTAL DARI DAUN LENGKENG ( <i>Dimocarpus longan</i> Lour) Bustanul Arifin, Suryati, Anisa Putri	1-7
2. PENGGUNAAN PERLIT UNTUK MENINGKATKAN KUALITAS AIR SUMUR KOTOR MENJADI AIR BERSIH DENGAN METODE KOLOM Rahmiana Zein, Delfina Witri dan Refilda	8-13
3. PROFIL KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS HASIL KROMATOGRAFI KOLOM EKSTRAK ETIL ASETAT DAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN EKSTRAK DAUN ASHOKA ( <i>Polyalthia longifolia</i> (Sonn.)Thwaites) Bustanul Arifin, Afrizal, Alfajri Sardinal Putra	14-20
4. PRODUKSI BIOMASSA DAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN EKSTRAK KASAR METANOL MIKROALGA <i>Spirulina platensis</i> YANG DIKULTIVASI PADA MEDIA YANG BERBEDA  Prayoga Wibhawa Nu Tursedhi, Elida Mardiah, Zulkarnain Chaidir	21-26
5. MODIFIKASI SILIKA MESOPORI DENGAN ANILIN SEBAGAI SUPPORT KATALIS TEMBAGA(II); SINTESIS DAN KARAKTERISASINYA Admi, Putri Yani, Syukri	27-38
6. PEMANFAATAN LIMBAH INDUSTRI <i>Virgin Coconut Oil</i> (VCO) di PADANG SUMATERA BARAT SEBAGAI BAHAN BAKU MAKANAN KESEHATAN Mitra Oktaviyanti Putri Gulo, Sumaryati Syukur, Zulkarnain Chaidir	39-46
7. ISOLASI, KARAKTERISASI DAN UJI TOKSISITAS SENYAWA TRITERPNOID DARI EKSTRAK ETIL ASETAT KULIT BATANG SURIAN ( <i>Toona sinensis</i> ) Adlis Santoni, Emil Salim, Mhd. Fadhli Setiawan	47-53

8. **PENENTUAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN, KANDUNGAN FENOLIK TOTAL DAN UJI TOKSISITAS DAUN JARAK MERAH (*Jatropha gossypifolia* (L.) Norman Ferdinal, Adlis Santoni, Cynthia Mayasari Wijaya 54-58**
9. **PENENTUAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN, KANDUNGAN FENOLIK TOTAL DAN UJI SITOTOKSIK DARI EKSTRAK DAUN JARAK MERAH (*Jatropha gossypifolia* Linn) Norman Ferdinal, Adlis Santoni, Yongki Vernando 59-64**

# UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN PENENTUAN KANDUNGAN FENOLIK TOTAL DARI DAUN LENGKENG (*Dimocarpus longan* Lour)

Bustanul Arifin\*, Suryati, Anisa Putri

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

\*E-mail: ba\_arifin@yahoo.co.id

**Abstrak:** Tanaman lengkeng (*Dimocarpus longan* Lour) adalah salah satu tanaman berbuah yang tergolong family *Sapindaceae*. Daun tumbuhan ini secara tradisional digunakan untuk membantu metabolisme dalam darah dan menyembuhkan insomnia. Pada penelitian ini telah dilakukan uji aktivitas antioksidan dan penentuan kandungan fenolik total dari ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air. Ekstraksi daun lengkeng dilakukan menggunakan metode maserasi langsung menggunakan pelarut metanol dan dilanjutkan dengan fraksinasi menggunakan pelarut heksana, etil asetat dan butanol. Pada penelitian ini uji aktivitas antioksidan dilakukan dengan metode DPPH (*1,1 diphenyl-2-picrylhydrazyl*) penentuan kandungan fenolik total dilakukan dengan metode *Folin Ciocalteu*. Aktivitas antioksidan pada ekstrak metanol, fraksi etil asetat, butanol dan air tergolong sangat kuat dengan nilai  $IC_{50}$  berturut-turut 12,244; 10,072; 9,336 dan 12,784 mg/L, namun pada fraksi heksana tergolong kuat dengan  $IC_{50}$  80,150 mg/L. Nilai kandungan fenolik total dari ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air yang diperoleh berturut-turut adalah 0,249; 0,087; 0,402; 0,401 and 0,232 mg GAE/mg ekstrak.

**Kata Kunci :** Tanaman lengkeng, *Dimocarpus longan* Lour, antioksidan, dan fenolik total

## 1. Pendahuluan

Indonesia merupakan negara kepulauan yang sangat luas, mempunyai kurang lebih 35.000 pulau besar dan kecil dengan keanekaragaman jenis flora dan fauna yang tinggi[1]. Keanekaragaman tumbuhan di dunia yang melimpah sangat berpotensi untuk dikaji mengenai potensi tumbuhan obat. Dewasa ini penggunaan tumbuhan obat sebagai bahan obat meningkat karena dirasa murah dan tidak menimbulkan efek samping berlebih [2].

Salah satu keanekaragaman hayati yang terdapat di Indonesia adalah tanaman lengkeng. Tanaman lengkeng ini memiliki nama latin *Dimocarpus longan* Lour dari famili *Sapindaceae* [3]. Tanaman ini tumbuh di wilayah bagian selatan China, India dan Asia Tenggara. Beberapa tahun ini, produksi dan konsumsi dari buah lengkeng khususnya di Negara China meningkat dikarenakan perkembangan dari teknologi dalam penanaman buah dan improvisasi dari manajemen bidang pertanian [3].

Berdasarkan literatur, kulit dan biji lengkeng diketahui memiliki berbagai

senyawa kimia yaitu asam galat, glikosida flavon, dan hidroksinamat dengan kandungan utama flavon berupa kuersetin dan kaemferol. Fraksi eter, kloroform, dan etil asetat daun dan cabang kelengkeng mempunyai aktivitas sebagai antibakteri dan antioksidan [4].

Berdasarkan penggunaan secara tradisional untuk membantu metabolisme dalam darah dan adanya kandungan senyawa kuersetin pada daun lengkeng maka pada penelitian ini dilakukan pengujian aktivitas antioksidan dan kandungan fenolik total dari daun lengkeng.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Alat

Pada proses ekstraksi digunakan botol reagen (maserator), alat distilasi, *rotary evaporator*, peralatan gelas. Uji bioaktivitas antioksidan dan total fenolik menggunakan spektrofotometer UV-Vis.

### 2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah sampel daun lengkeng, pelarut teknis yang telah didistilasi yaitu n-

heksana, etil asetat, metanol dan butanol. Bahan yang digunakan untuk uji fitokimia yaitu pereaksi *Mayer* untuk identifikasi alkaloid, pereaksi *Liebermann-Burchard* (anhidrida asetat dan asam sulfat pekat) untuk identifikasi triterpenoid dan steroid, sianidin test (bubuk magnesium dan asam klorida pekat) untuk identifikasi flavonoid, besi (III) klorida untuk identifikasi fenolik, ammonia dan natrium hidroksida untuk identifikasi kumarin. Bahan yang digunakan untuk bioaktivitas yaitu senyawa DPPH, asam askorbat, reagen *Folin-Ciocalteu*, Natrium Karbonat dan asam galat.

### 2.3 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, meliputi:

#### 2.3.1 Identifikasi Sampel Daun Lengkek

Tumbuhan lengkek diperoleh dari daerah Tabin Kota Padang. Sampel diambil secara terstruktur daun dan ranting, lalu diidentifikasi di Herbarium Universitas Andalas (ANDA) jurusan Biologi FMIPA Universitas Andalas Padang.

#### 2.3.2 Persiapan Sampel Daun Lengkek

Sampel daun segar ditimbang lalu dipotong-potong kemudian dikering anginkan pada udara terbuka yang tidak terkena cahaya matahari langsung. Setelah sampel tersebut kering, selanjutnya dijadikan bubuk dengan menggunakan grinder kemudian ditimbang. Sampel yang telah berupa bubuk digunakan untuk tahapan selanjutnya.

#### 2.3.3 Ekstraksi Daun Lengkek

Bubuk daun lengkek kering angin sebanyak  $\pm 1100$  gram diekstraksi dengan cara maserasi menggunakan pelarut metanol. Sampel dimasukkan kedalam botol reagen, kemudian dimasukkan pelarut kedalam botol hingga ketinggian permukaan pelarut lebih kurang 2 cm di atas permukaan sampel. Penggantian pelarut dilakukan setiap 3 hari sekali hingga diperoleh filtrat hasil maserasi yang tidak berwarna. Filtrat hasil maserasi dikumpulkan, kemudian dipekatkan

dengan rotari evaporator pada suhu 40 °C sehingga didapatkan ekstrak metanol pekat dan ditimbang.

#### 2.3.4 Fraksinasi Ekstrak Metanol Daun Lengkek

Ekstrak pekat metanol di fraksinasi menggunakan pelarut heksana, etil asetat, dan butanol. Sebanyak kira-kira 5 gram ekstrak metanol dimasukkan ke dalam gelas piala 250 mL lalu dilarutkan dengan akuades dan ditambahkan heksana 25 mL. Kemudian dimasukkan ke dalam corong pisah dan dilakukan pengocokan. Setelah pengocokan, campuran didiamkan hingga terbentuk dua lapisan yaitu lapisan fraksi heksana dan lapisan air. Pisahkan lapisan atas yang merupakan lapisan fraksi heksana dari lapisan air. Fraksinasi dengan heksan dilakukan sebanyak 4 kali.

Setelah fraksinasi menggunakan heksana selesai, dilanjutkan fraksinasi menggunakan pelarut etil asetat dan butanol, dengan pengerjaan sama seperti fraksinasi menggunakan heksana. Dari proses fraksinasi ini diperoleh empat fraksi yaitu fraksi heksana, fraksi etil asetat, fraksi butanol, dan fraksi metanol. Masing-masing fraksi diuapkan menggunakan *rotary evaporator*. Setelah kering, ditimbang massa masing-masing fraksi dan digunakan untuk pengujian biokaktivitas.

#### 2.3.5 Uji profil fitokimia ekstrak metanol dan fraksi daun lengkek

Uji Fitokimia dilakukan dengan mengekstrak sampel dengan menggunakan pelarut metanol yang kemudian difraksinasi dan dilakukan identifikasi kandungan senyawa metabolit sekunder yang terdapat didalam ekstrak metanol dan masing-masing fraksi dari daun lengkek.

#### 2.3.6 Uji Aktivitas Antioksidan

##### 1. Pembuatan larutan DPPH

Ditimbang 4 mg DPPH kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan menggunakan metanol hingga tanda batas dan didapatkan larutan DPPH 0,1 mM

##### 2. Pembuatan larutan kontrol negatif

Metanol 2 mL dipipet dan ditambahkan 3 mL larutan DPPH 0,1 mM dimasukkan kedalam vial. Didiamkan selama 30 menit setelah penambahan DPPH 0,1 mM. Larutan dimasukkan kedalam kuvet dan diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 517 nm. Dilakukan pengerjaan di tempat yang gelap dan tidak terkena cahaya matahari.

### 3. Pembuatan Larutan asam askorbat (Kontrol positif)

Ditimbang 10 mg asam askorbat dan dilarutkan dalam labu 10 mL dengan metanol sehingga diperoleh konsentrasi 1000 mg/L. Dari larutan induk 1000 mg/L diencerkan hingga diperoleh konsentrasi 10 mg/L. Dibuat variasi konsentrasi asam askorbat yaitu 6,25; 3,125; 1,562; 0,781; dan 0,391 mg/L. Setiap variasi larutan asam askorbat diambil 2 mL dan ditambahkan dengan 3 mL larutan DPPH 0,1 mM ke dalam vial. Didiamkan selama 30 menit setelah penambahan DPPH 0,1 mM. Larutan dimasukkan kedalam kuvet dan diukur absorbansi menggunakan spektrofotometer dengan panjang gelombang 517 nm.

### 4. Pembuatan larutan sampel

Masing-masing ekstrak ditimbang 100 mg kemudian dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 100 mL sehingga didapatkan larutan sampel masing-masing ekstrak dengan konsentrasi 1000 mg/L. Larutan uji dibuat dengan variasi konsentrasi masing-masing ekstrak dan fraksi. Konsentrasi ekstrak metanol yang digunakan 25; 12,5; 6,25; 3,125; dan 1,562 mg/L. Konsentrasi fraksi heksana yang digunakan 100; 50; 25; 12,5; dan 6,25 mg/L. konsentrasi Fraksi etil asetat, butanol dan air yang digunakan 12,5; 6,25; 3,125; 1,562; dan 0,781; mg/L.

### 5. Penentuan aktivitas antioksidan

Penentuan aktivitas antioksidan dilakukan dengan cara menambahkan 3 mL DPPH 0,1 mM ke dalam 2 mL masing-masing larutan ekstrak dengan berbagai konsentrasi di atas. Sebagai kontrol digunakan campuran 3 mL DPPH dengan 2 mL metanol.

Campuran didiamkan selama 30 menit, kemudian diukur absorbansinya pada panjang gelombang 517 nm.

### 2.3.7 Uji Kandungan Fenolik Total

1. *Pembuatan larutan standar asam galat*  
Larutan standar dibuat dengan melarutkan 10 mg asam galat dalam 10 mL metanol dalam labu ukur 10 mL dan didapatkan konsentrasi 1000 mg/L. Larutan induk konsentrasi 1000 mg/L diencerkan menjadi 100 mg/L. Lalu dibuat variasi konsentrasi larutan standar yaitu 80; 60; 40; 20 dan 10mg/L. Diambil 0,5 mL sampel ditambahkan dengan 0,5 mL reagen Folin-Ciocalteu dan didiamkan selama 5 menit. Kemudian ditambahkan 1 mL larutan natrium karbonat 20% dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Campuran didiamkan selama dua jam. Kemudian diukur absorbansi pada panjang gelombang 765 nm. Berdasarkan nilai absorbansi yang didapatkan, dibuat kurva kalibrasi dan didapatkan persamaan regresi dari larutan standar.

### 2. *Pembuatan larutan uji*

Masing-masing ekstrak ditimbang sebanyak 100 mg dan dilarutkan dengan metanol menjadi 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi sebesar 1000 mg/L. Larutan sampel 1000 mg/L diencerkan menjadi konsentrasi 200 mg/L. Kemudian larutan induk 200 mg/L diambil sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL. Kedalam labu ukur ditambahkan 0,5 mL reagen Folin-Ciocalteu dan didiamkan selama 5 menit. Kemudian ditambahkan 1 mL larutan natrium karbonat 20% dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Campuran didiamkan selama dua jam. Selanjutnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang 765 nm. Kandungan fenolik total masing-masing larutan uji ditentukan dari persamaan regresi kurva larutan standar. Kandungan fenolik total dinyatakan dalam *Galic Acid Equivalent* (GAE).

## 3. Hasil dan Diskusi

### 3.1 Hasil Identifikasi Tanaman Lengkeng

Berdasarkan hasil identifikasi tumbuhan di Herbarium Universitas Andalas (ANDA) melalui surat Nomor 242/K-ID/ANDA/VI/2018 diketahui bahwa sampel yang digunakan termasuk kedalam famili *Sapindaceae*, spesies *Dimocarpus longan* Lour.

**3.2 Hasil Preparasi Sampel Daun Lengkeng**  
 Dari preparasi sampel diperoleh sebanyak 1100 g sampel daun lengkung kering. Proses pengeringan bertujuan untuk mengurangi kandungan air yang terdapat pada sampel agar proses ekstraksi dan penguapan pelarut menjadi lebih mudah. Hal ini disebabkan karena dalam proses ekstraksi tidak digunakan temperatur yang tinggi karena dapat merusak kandungan metabolit sekunder yang terdapat pada sampel.

**3.3 Hasil Ekstraksi Sampel Daun Lengkeng**  
 Ekstraksi sampel bubuk daun lengkung (1100 g) dilakukan dengan metoda maserasi menggunakan pelarut metanol. Dipilih metoda maserasi karena metoda ini memungkinkan banyaknya senyawa yang terekstrak karena lamanya proses perendaman dan metoda ini tidak menggunakan pemanasan sehingga tidak merusak senyawa yang terkandung di dalam sampel [5]. Maserasi menggunakan metanol dikarenakan metanol dapat melarutkan semua senyawa metabolit sekunder dalam sampel. Ekstrak metanol yang diperoleh sebanyak 121,730 g (11,1%).

**3.4 Hasil Fraksinasi Ekstrak Metanol Daun Lengkeng**

Dari fraksinasi ekstrak metanol yang dilakukan menggunakan pelarut heksana, etil asetat dan butanol diperoleh hasil fraksinasi yang tertera pada Tabel 4.1. Tabel 4.1 Hasil fraksinasi ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air

Fraksi	Persen (%)
Heksana	42,89
Etil Asetat	24,04
Butanol	2,05

Air 7,46

Berdasarkan tabel 4.1 diketahui bahwa fraksi yang paling banyak diperoleh adalah fraksi heksana. Hal ini menunjukkan bahwa pada daun lengkung banyak terdapat senyawa-senyawa yang bersifat non polar, kemudian diikuti oleh fraksi etil asetat, air dan butanol.

**3.5 Hasil Uji Metabolit Sekunder Ekstrak Metanol, Fraksi Heksana, Etil Asetat, Butanol dan Air Dari Daun Lengkeng**

Penentuan metabolit sekunder dilakukan melalui uji profil fitokimia pada ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air. Hasil pengujian dicatumkan pada Tabel 4.2.

Tabel 4.2. Hasil uji metabolit sekunder pada ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air dari daun lengkung

No	Senyawa Metabolit Sekunder (Pereaksi)	Pengamatan	Hasil pengamatan				
			Ekstrak Metanol	Fraksi			
				Heksana	Etil Asetat	Butanol	Air
1	Flavonoid (Shinoda Test)	Terbentuk larutan berwarna orange-merah	+	-	+	+	+
2	Fenolik (FeCl <sub>3</sub> )	Terbentuk larutan berwarna biru atau ungu hitam	+	+	+	+	+
3	Saponin (HCl pekat)	Terbentuk busa yang tidak hilang dengan penambahan HCl pekat	-	-	-	-	-
4	Triterpenoid (LB)	Terbentuk cincin merah atau ungu	+	+	+	-	+
5	Steroid (LB)	Terbentuk cincin hijau/hijau biru	+	+	+	-	-
6	Alkaloid (Mayer)	Terbentuk larutan keruh atau endapan putih	+	-	-	-	-
7	Kumarin (NaOH 1%)	Adanya fluoresensi biru terang setelah disemprot NaOH	-	-	-	+	-

Keterangan :

+ : Mengandung metabolit sekunder

- : Tidak mengandung metabolit sekunder

Pada ekstrak metanol lengkung terdapat beberapa senyawa metabolit sekunder yaitu flavonoid, fenolik, steroid, triterpenoid

dan alkaloid. Pada fraksi heksana terdapat senyawa metabolit sekunder yaitu fenolik, triterpenoid dan steroid. Pada fraksi etil asetat daun lengkung terkandung senyawa flavonoid, fenolik, triterpenoid dan steroid. Pada fraksi butanol terkandung senyawa flavonoid, fenolik dan kumarin. Sedangkan fraksi air mengandung senyawa flavonoid, fenolik dan triterpenoid.

Berdasarkan hasil uji kandungan metabolit sekunder diatas, ekstrak metanol memiliki jenis metabolit sekunder lebih banyak dibandingkan masing-masing fraksi. Hal tersebut disebabkan karena pelarut metanol dapat melarutkan senyawa yang bersifat polar dan non polar, sedangkan pada masing-masing fraksi senyawa yang terlarut dipengaruhi oleh kepolaran dari pelarut masing-masing.

### 3.6 Hasil Pengujian Aktivitas Antioksidan Ekstrak Metanol, Fraksi Heksana, Etil Asetat, Butanol Dan Air Dari Daun Lengkeng

Pada pengujian aktivitas antioksidan, kontrol positif yang digunakan adalah larutan standar asam askorbat dengan variasi konsentrasi 6,250; 3,125; 1,562; 0,781; dan 0,391 mg/L. Kontrol negatif yang digunakan adalah larutan DPPH 0,1 mM. Hasil pengukuran aktivitas antioksidan terhadap ekstrak metanol dan masing-masing fraksi dapat dilihat pada Tabel 4.3.

Tabel 4.3 Penentuan nilai IC<sub>50</sub> ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air dari daun lengkung pada ( $\lambda = 517 \text{ nm}$ )

	Konsentrasi (mg/L)	Absorban	% inhibisi	IC <sub>50</sub> (mg/L)
Kontrol Negatif (DPPH)	-	0,791	-	-
Ekstrak Metanol	25,00	0,156	80,341	12,244
	12,50	0,310	60,872	
	6,250	0,541	31,606	
	3,125	0,598	24,336	
	1,562	0,643	18,710	
Fraksi Heksana	100,0	0,302	61,820	80,150
	50,00	0,536	32,174	
	25,00	0,662	16,372	
	12,50	0,743	6,068	
	6,250	0,767	3,034	
Fraksi Etil Asetat	12,50	0,298	62,263	10,072
	6,250	0,544	31,226	
	3,125	0,684	13,464	
	1,562	0,762	3,729	
	0,781	0,774	2,086	
Fraksi Butanol	12,50	0,262	66,877	9,336
	6,250	0,520	34,324	
	3,125	0,671	15,171	
	1,562	0,726	8,154	
	0,781	0,764	3,350	

Fraksi Air	12,50	0,408	48,483	12,784
	6,250	0,586	25,853	
	3,125	0,687	13,148	
	1,562	0,740	6,511	
	0,781	0,761	3,793	
Kontrol Positif (Asam Askorbat)	6,250	0,106	86,536	3,664
	3,125	0,484	38,875	
	1,562	0,633	19,975	
	0,781	0,673	14,918	
	0,391	0,767	3,034	

Besarnya kemampuan aktivitas antioksidan suatu ekstrak ditandai dengan nilai IC<sub>50</sub>, yaitu konsentrasi larutan ekstrak yang dibutuhkan untuk menghambat 50% radikal bebas DPPH [10]. Uji aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH terhadap ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air dengan variasi konsentrasi berbeda untuk ekstrak dan masing-masing fraksi. Konsentrasi ekstrak metanol yang digunakan 25; 12,5; 6,25; 3,125; dan 1,562 mg/L. Konsentrasi fraksi heksana yang digunakan 100; 50; 25; 12,5; dan 6,25 mg/L. konsentrasi Fraksi etil asetat, butanol dan air yang digunakan 12,5; 6,25; 3,125; 1,562; dan 0,781 mg/L.

Berdasarkan hubungan antara konsentrasi dan absorban, didapatkan kurva kalibrasi dengan persamaan regresi. Dari penelitian yang telah dilakukan diperoleh nilai IC<sub>50</sub> ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air berturut-turut sebesar 12,244; 80,150; 10,072; 9,336 dan 12,784 mg/L. Berdasarkan nilai IC<sub>50</sub> diperoleh kekuatan antioksidan dari yang terkuat yaitu fraksi butanol, etil asetat, ekstrak metanol, fraksi air dan heksana.

Hasil tersebut menunjukkan bahwa ekstrak metanol, fraksi etil asetat, butanol dan air memiliki aktivitas antioksidan yang sangat kuat. Akan tetapi, pada fraksi heksana, aktivitas antioksidannya tergolong kuat. Berdasarkan literatur tentang rentang nilai kekuatan antioksidan, senyawa dengan nilai IC<sub>50</sub> kurang dari 50 mg/L memiliki aktivitas antioksidan yang sangat kuat, nilai IC<sub>50</sub> antara 50 - 100 mg/L memiliki aktivitas antioksidan yang kuat, nilai IC<sub>50</sub> antara 101 - 150 mg/L memiliki aktivitas antioksidan yang sedang dan nilai IC<sub>50</sub> besar dari 150 mg/L memiliki aktivitas antioksidan yang lemah [9].

Pada ekstrak metanol, fraksi etil asetat, butanol dan air diperoleh nilai IC<sub>50</sub>

yang lebih kecil dibandingkan fraksi heksana. Hal tersebut disebabkan karena kemampuan senyawa antioksidan dipengaruhi oleh kandungan senyawa-senyawa fenolik yang terdapat pada senyawa antioksidan tersebut. Senyawa-senyawa fenolik cenderung lebih banyak terkandung pada ekstrak dan fraksi yang bersifat semi polar dan polar dibandingkan dengan fraksi yang non polar.

**3.7 Hasil Pengujian Kandungan Fenolik Total Ekstrak Metanol, Fraksi Heksana, Etil Asetat, Butanol dan Air Dari Daun Lengkek**  
 Uji kandungan fenolik total dilakukan dengan menggunakan metode Folin-Ciocalteu dengan tujuan untuk mengetahui jumlah fenol yang terkandung dalam sampel uji. Metode ini merupakan metode yang prosesnya sederhana sehingga umum digunakan dan reagen *Folin-Ciocalteu* dapat bereaksi dengan senyawa fenolik membentuk suatu larutan yang dapat diukur nilai absorbansinya [21].

Asam galat merupakan turunan asam hidrosibenzoat yang tergolong asam fenolik yang sederhana. Reaksi antara asam galat dengan reagen *Folin Ciocalteu* menghasilkan warna kuning yang menandakan bahwa adanya kandungan senyawa fenolik [6]. Selanjutnya, ditambahkan  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  sebagai pemberi suasana basa. Gugus hidroksil yang berasal dari senyawa fenolik bereaksi dengan pereaksi *Folin Ciocalteu* membentuk kompleks molybdenum-tungsten yang berwarna biru. Seiring dengan meningkatnya konsentrasi ion fenolat warna biru akan semakin pekat karena semakin banyak ion fenolat yang mereduksi asam heteropoli (fosfomolibdat-fosfotungstat) membentuk kompleks molybdenum-tungsten [7].

Pada penentuan kandungan fenolik total, digunakan ekstrak metanol dan masing-masing fraksi dengan konsentrasi 200 mg/L. Hasil pengukuran kandungan fenolik total dapat dilihat pada Tabel 4.4. Tabel 4.4 Kandungan fenolik total dalam ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air dari daun lengkek pada ( $\lambda = 765 \text{ nm}$ )

Konsentrasi (mg/L)	Absorban	Rata-rata	Fenolik Total (mg)
--------------------	----------	-----------	--------------------

				GAE / mg ekstrak)
Ekstrak Metanol	200	0,300 0,302	0,301	0,249
Fraksi Heksana	200	0,109 0,102	0,106	0,087
Fraksi Etil Asetat	200	0,484 0,486	0,485	0,402
Fraksi Butanol	200	0,481 0,485	0,483	0,401
Fraksi Air	200	0,280 0,281	0,280	0,232

Berdasarkan hasil penelitian ini diperoleh kandungan fenolik total dari ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air daun lengkek berturut-turut sebesar 0,249; 0,087; 0,402; 0,401 dan 0,232 mgGAE/mg ekstrak, artinya dalam setiap mg ekstrak dan fraksi terdapat fenolik yang setara dengan 0,249; 0,087; 0,402; 0,401 dan 0,232 mg asam galat.

Kandungan fenolik total yang diperoleh dipengaruhi oleh sifat dari masing-masing pelarut. Dari proses fraksinasi, senyawa-senyawa fenolik yang terdapat pada ekstrak metanol terpisah berdasarkan sifat dari masing-masing pelarut. Sehingga kandungan fenolik total dari setiap fraksi berbeda. Kandungan fenolik total memiliki hubungan dengan kekuatan antioksidan. Semakin besar kandungan fenolik total maka semakin kuat aktivitas antioksidan dari suatu sampel [11]. Berdasarkan uji aktivitas antioksidan yang telah dilakukan, diketahui bahwa fraksi etil asetat, butanol, air dan ekstrak metanol memiliki aktivitas antioksidan yang tergolong sangat kuat dan memiliki kandungan fenolik total yang lebih besar dibandingkan dengan fraksi heksana yang memiliki aktivitas antioksidan kuat. Hal tersebut dibuktikan dengan rendahnya kandungan fenolik total yang terdapat pada fraksi heksana.

## 6. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan terhadap daun lengkek (*Dimocarpus longan* Lour), dapat disimpulkan bahwa ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air memiliki kemampuan sebagai antioksidan. Aktivitas antioksidan pada ekstrak metanol, fraksi etil asetat, butanol dan air tergolong sangat kuat dengan nilai  $\text{IC}_{50}$

berturut-turut 12,244; 10,072; 9,336 dan 12,784 mg/L, namun pada fraksi heksana tergolong kuat dengan IC50 80,150 mg/L. Nilai kandungan fenolik total dari ekstrak metanol, fraksi heksana, etil asetat, butanol dan air yang diperoleh adalah 2,492; 0,866; 4,025; 4,008 dan 2,316 mg GAE/mg ekstrak.

## 7. Ucapan Terimakasih

Penulis menyampaikan terima kasih kepada seluruh pihak yang telah membantu penulis dalam menyelesaikan penelitian dan penulisan jurnal ilmiah ini.

## Referensi

[1] Rizki Kurnia Tohir, *Pembuatan Simplisia Daun Lengkek (Dimocarpus longan) Sebagai Bahan Baku Tumbuhan Obat*, Institut Pertanian Bogor, 2015.

[2] Muhtadi, Haryoto dan Tanti Azizah Sujono, *Pemanfaatan Kulit Dan Biji Buah Beberapa Tumbuhan Asli Indonesia Untuk Bahan Obat Herbal*, Universitas Muhammadiyah Surakarta, 2013.

[3] Guan-Jhong Huang, Bor-Sen Wang, Wei-ChaoLin, Shyh-Shyun Huang, Chao-Ying Lee, Ming-Tsung Yen, and Ming-Hsing Huang, *Antioxidant and Anti-inflammatory Properties of Longan (Dimocarpus longan Lour) Pericarp*, 2012.

[4] NWG, Astarina., W, Astuti. K., K, Wardiatiani.N, *Skrining Fitokimia Ekstrak Metanol Rimpang Bangle (Zingiber purpureum Roxb)*. Universitas Udayana: Bali, 2014

[5] Santi, RN dan Muhtadi, *Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Kulit Dan Biji Kelengkeng (Euphoria longan (Lour.) Steud) Terhadap Escherichia coli Dan Staphylococcus aureus Serta Toksisitasnya Terhadap Artemia salina Leach*, Pharmacon, Vol. 12, No. 1, Juni 2011, hal 33-39.

[6] Iwansyah, Ade Chandra dan Mashitah M. Yusoff, *Identifikasi Dan Kuantifikasi Asam Galat Sebagai Antioksidan Pada Ekstrak Daun Kacip Fatimah (Labisia*

*pumila var. alata)* Jurnal Aplikasi Teknologi Pangan Larut Air, Vol. 2 No. 3, Th. 2013.

[7] Tahir, Masdiana, A. Muflihunna dan Syafrianti. *Penentuan Kadar Fenolik Total Ekstrak Etanol Daun Nilam (Pogostemon cablin Benth.) Dengan Metode Spektrofotometer UV-Vis*. Jurnal Fitofarmaka Indonesia Vol. 4 No. 1 2017. Universitas Muslim Indonesia : Fakultas Farmasi.

[8] Febrianti, Novi, Irfan Yuniarto dan Risanti Dhaniaputri. *Kandungan Antioksidan Asam Askorbat Pada Jus Buah-buahan tropis*. Jurnal Bioedukatika Vol.3 No. I Mei 2015. Universitas Ahmad Dahlan.

[9] Alfian, Riza dan Hari Susanti, *Penetapan Kadar Fenolik Total Ekstrak Metanol Kelopak Bunga Rosella Merah (Hibiscus sabdariffa Linn) Dengan Variasi Tempat Tumbuh Secara Spektrofotometri*, Jurnal Ilmiah Kefarmasian, Vol. 2, No. 1, 2012 : 73 – 80

[10] Zou, Y., Lu., Y., Wei, D., 2004, *Antioxidant Activity of a Flavonoid- Rich Extract of Hypericum perforatum L. In Vitro*, Journal of Agricultural and Food Chemistry.

[11] Sivaci, A., duman, S., 2014, *Evaluation of Seasonal Antioxidant Activity and Total Phenolic Compounds in Stems and Leaves of Some Almond (Prunus amygdalus L.) Varieties*, Biological Research, 47 (9).

# PENGGUNAAN PERLIT UNTUK MENINGKATKAN KUALITAS AIR SUMUR KOTOR MENJADI AIR BERSIH DENGAN METODE KOLOM

Rahmiana Zein\*, Delfina Witri dan Refilda

Laboratorium Kimia Analisis Lingkungan, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas, Kampus Limau Manis-Padang-Sumatera Barat

\*Email: [mimiedison@yahoo.co.id](mailto:mimiedison@yahoo.co.id)

**Abstrak:** Penelitian ini menggunakan perlit untuk meningkatkan kualitas air sumur kotor menjadi air bersih dengan metode kolom. Variasi laju alir masuk 5 dan 10 mL/menit dan massa adsorben 10, 20, dan 30 gram. Penyerapan yang baik terjadi pada laju alir masuk 5 mL/menit yang digunakan pada percobaan massa adsorben yang lebih besar. Efisiensi penurunan yang paling tinggi pada mangan dan besi terdapat pada massa 30 gram yaitu 98,3% dan 98,8%. Nitrat dan nitrit pada massa 20 gram dengan efisiensi penurunan 71,47% dan 89,86% dan *E.coli* efisiensi penurunan pada massa 20 gram sebesar 98,19%. Dari hasil penelitian yang telah dilakukan, didapatkan hasil analisis mangan, besi, nitrat dan nitrit sudah sesuai dengan Permenkes No 429/Menkes/Per/2010, sedangkan *E.coli* belum sesuai. Hasil XRF menunjukkan bahwa  $\text{SiO}_2$  dan  $\text{Al}_2\text{O}_3$  berperan dalam proses pertukaran ion. Hasil SEM yang menunjukkan perbedaan permukaan perlit sebelum dan setelah adsorpsi, yang awalnya permukaan partikel perlit terbuka, setelah dialirkan air sumur maka permukaan partikel perlit tertutup.

**Kata Kunci:** Air sumur, metode kolom, perlit, adsorpsi.

## 1. Pendahuluan

Air merupakan kebutuhan yang penting untuk kehidupan manusia. Banyak masyarakat yang menggunakan air tanah sebagai sumber kebutuhan sehari-hari, seperti air untuk minum. Tetapi dengan meningkatnya penduduk, industri dan urbanisasi menyebabkan kontaminasi air tanah, sehingga dapat berdampak pada masyarakat seperti datang penyakit. Kualitas air yang baik dapat memperbaiki kehidupan manusia dan mencegah datang penyakit[1].

Dalam air tanah banyak terdapat mineral yang dapat larut sehingga menyebabkan perubahan pada air tersebut. Perubahan yang terjadi secara fisik maupun kimia yang dapat mempengaruhi kualitas air tanah. Saat air tanah merembes ke daerah pembuangan, menyebabkan kualitas air menurun. Logam berat merupakan sumber pencemar lingkungan yang sangat berbahaya yang disebabkan oleh aktifitas manusia tanpa melakukan daur ulang[2].

Perlit merupakan batuan gelas vulkanik yang berasal dari magma gunung berapi bila dipanaskan pada suhu 900 sampai 1200°C akan mengembang menjadi 20 kali volume semula. Komposisi kimia utama dari perlit adalah silika dan

alumina, di mana senyawa ini merupakan zat aktif dalam adsorben[3].

Perlit merupakan salah satu batuan yang cukup banyak di daerah Sumatera Barat. Perlit yang digunakan pada penelitian diambil dari daerah Lubuk Basung. Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan perlit sebagai adsorben mampu menyerap logam Cr(III), Cu(II) dan Zn(II) dengan efisiensi penyerapan 85% sampai 92%[4]. Selain itu perlit juga dipakai dalam pengolahan limbah cair rumah sakit M.Djamil dengan metoda LMM dengan menggunakan berbagai material lain seperti tanah gunung, tandan kosong sawit, dan arang tempurung kelapa. Metode ini mampu menurunkan tingkat pencemaran limbah rumah sakit dengan efisiensi TDS 100%, BOD 88,45%, COD 89,85%, nitrat 99,8% dan amoniak 99,83%[5].

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Bahan Kimia

Bahan kimia yang digunakan untuk penelitian ini adalah air sumur, kertas saring, glass woll, akuades, kloroform, HCl,  $\text{NaNO}_2$ ,  $\text{KNO}_3$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , asam sulfanilamide, medium chromogenic coliform agar (CCA), penyaring membran steril 0,45  $\mu\text{m}$ , N-(1-naphthyl) ethylene diamine dihydrochloride (NED

dihydrochloride), logam Mn, logam Fe, dan bahan-bahan lain yang diperlukan dalam penelitian.

## 2.2 Peralatan

Peralatan yang digunakan kolom panjang 30 cm dengan diameter 2 cm, pompa peristaltik, standar, klem, neraca analitik, pH meter, botol reagen coklat, jerigen, spektrofotometer serapan atom, spektrofotometer UV-Vis (UV-Vis genesys 10S series), satu set pompa vakum membran, stirrer, dan peralatan gelas kaca lainnya.

## 2.3 Prosedur Penelitian

### 2.3.1 Persiapan Adsorben

Perlit dicuci dengan air, dikeringkan, lalu dihancurkan dengan lumpang hingga didapatkan ukuran partikel  $\leq 425 \mu\text{m}$ . Bubuk perlit diaktivasi dengan  $\text{HNO}_3$  0,01 M dan diaduk dengan kecepatan 500 rpm selama 2 jam. Adsorben yang telah diaktivasi disaring dan dicuci dengan akuades sampai pH filtrat sekitar 6-7, kemudian dikeringkan. Partikel perlit yang sudah kering dikarakterisasi dengan XRF dan SEM.

### 2.3.2 Penentuan Kadar Mangan

Sebelum dianalisis, air sumur diawetkan dengan  $\text{HNO}_3$  pekat. Sampel diinjeksikan ke dalam SSA nyala lalu serapannya diukur pada panjang gelombang 279,5 nm.

### 2.3.3 Penentuan Kadar Besi

Sebelum dianalisis, air sumur diawetkan dengan  $\text{HNO}_3$  pekat. Sampel diinjeksikan ke dalam SSA nyala lalu serapannya diukur pada panjang gelombang 248,3 nm.

### 2.3.4 Penentuan Kadar Nitrat

Dipipet 50 mL sampel, dimasukkan kedalam erlenmeyer 200 mL.

Ditambahkan 1 mL larutan HCl 1N dan dihomogenkan. Dilakukan pengukuran absorbansi dan konsentrasi pada panjang gelombang 220 nm.

### 2.3.5 Penentuan Kadar Nitrit

Dipipet 50 mL sampel, dimasukkan kedalam erlenmeyer 200 mL. Ditambahkan 1 mL larutan sulfanilamida, dikocok dan dibiarkan 2-8 menit. Ditambahkan 1 mL larutan NED dihydrochlorida, dikocok dan dibiarkan 10 menit dan segera dilakukan pengukuran (pengukuran tidak boleh dilakukan lebih dari 2 jam). Dibaca absorbansi pada panjang gelombang 543 nm.

### 2.3.6 Penentuan Kadar E. Coli

Dipipet masing-masing 1 mL, 10 mL, 100 mL sampel kedalam penyaring steril yang sudah dipasang membran filter. Ditambahkan akuades steril sampai volume 100 mL. Dialirkan vakum dengan kecepatan 70 kPa melalui membran filter. Setelah tersaring, membran filter dipindahkan ke media agar dan di inkubasi selama 18-20 jam dengan posisi agar dibalik. Dihitung koloni dengan cara menghitung titik biru tua hingga ungu.

## 3. Hasil Percobaan

### 3.1 Karakteristik Air Sumur Versus Variasi Laju Alir Masuk

Karakteristik air sumur ditentukan terlebih dahulu untuk menentukan kemampuan metode kolom dalam meningkatkan kualitas air tersebut menjadi air bersih. Analisis air yang dilakukan mengacu pada baku mutu yang telah ditetapkan yaitu Permenkes RI No 492/Menkes/Per/IV/2010 tentang persyaratan kualitas air bersih. Kadar mangan, besi, nitrat, nitrit dan *E.coli* air sumur dan setelah dialirkan ke kolom dapat dilihat pada Tabel 3.1 berikut.

**Tabel 3.1** Karakteristik air sumur versus variasi laju alir masuk.

Parameter	Unit	Air Sumur	Variasi Laju Alir Masuk (mL/menit)		Permenkes RI No 492/Menkes/Per/IV/2010	Standar Metode
			5	10		
Mangan	mg/L	2,681	2,111	2,310	0,4	SNI 6989.4:2009
Besi	mg/L	30,50	9,775	12,710	0,3	SNI 6989.5:2009
Nitrat	mg/L	0,645	0,308	0,346	50	SNI 01-3554-2006
Nitrit	mg/L	0,069	0,016	0,021	3	SNI 06-6989.9-2004
<i>E.coli</i>	koloni/ 100 mL sampel	8300	-	-	0	SNI 3554:2015

Berdasarkan analisis pada Tabel 3.1 menunjukkan bahwa kadar mangan pada air sumur adalah 2,681 mg/L dan besi 30,50 mg/L. Kadar mangan dan besi air sumur ini melebihi Permenkes RI No 492/Menkes/Per/IV/2010 dengan kadar maksimum yang boleh ada sebesar 0,4 mg/L dan 0,3 mg/L. Besi dan mangan merupakan logam yang bersifat esensial pada tubuh jika kadarnya sedikit dan merupakan logam yang sangat toksik jika kadarnya sangat banyak. Tingginya kadar besi dalam air dapat menyebabkan timbulnya berbagai penyakit pada tubuh.

Pada parameter uji nitrat dan nitrit air sumur, kadar nitrat air sumur didapatkan 0,645 mg/L dan kadar nitrit awal 0,069 mg/L. Berdasarkan data yang didapatkan nilai nitrat dan nitrit awal sudah berada di bawah ambang batas standar sesuai dengan Permenkes RI No

492/Menkes/Per/IV/2010. Sedangkan nilai *E.coli* yang didapatkan yaitu sebesar 8300 koloni/100 mL sampel air sumur. Berdasarkan Permenkes RI No 492/Menkes/Per/IV/2010 menetapkan tidak boleh ada *E. coli* pada air bersih. Data ini membuktikan bahwa air sumur ini belum layak untuk dikatakan bersih. Oleh karena itu perlu ditingkatkan kualitas air sumur menjadi air bersih agar dapat digunakan untuk kebutuhan hidup sehari-hari.

### 3.2 Karakteristik Air Sumur Versus Variasi Massa Perlit

Setelah didapatkan penyerapan yang baik pada laju alir masuk 5 mL/menit, maka digunakan selanjutnya dalam variasi massa perlit yang dimasukkan ke kolom, dengan masing-masing massa perlit 10, 20, dan 30 g.

**Tabel 3.2** Karakteristik air sumur versus variasi massa perlit.

Para meter	Unit	Air Sumur	Variasi Massa Perlit (gram)				Permenkes RI No 492/Menkes/Per/IV/2010		
			10 g	%	20 g	%		30 g	%
Mangan	mg/L	2,681	2,111	21,26	1,296	51,66	0	98,3	0,4
Besi	mg/L	30,50	9,775	67,95	2,060	93,25	0	98,8	0,3
Nitrat	mg/L	0,645	0,308	52,25	0,184	71,47	-	-	50
Nitrit	mg/L	0,069	0,016	76,81	0,007	89,86	-	-	3
<i>E. coli</i>	koloni/100 mL sampel	8300	-	-	150	98,19	-	-	0

% = Persen penurunan parameter air sumur

Tabel 3.2 menunjukkan nilai parameter air sumur setelah dialirkan ke kolom yang berisi perlit dengan variasi massa 10, 20, dan 30 g, masing-masing parameter uji mengalami penurunan setelah dialirkan ke kolom yang berisi perlit. Awalnya kadar mangan air sumur 2,681 mg/L, setelah dialirkan ke kolom yang berisi massa perlit 10, 20, dan 30 g didapatkan kadar mangan yang tersisa pada air sumur masing-masingnya 2,111 mg/L, 1,296 mg/L, dan 0 mg/L. Kadar besi air sumur awal yaitu sebesar 30,50 mg/L, setelah dialirkan ke kolom yang berisi massa perlit 10, 20, dan 30 g menunjukkan kadar besi yang tersisa dalam air sumur masing-masingnya 9,775 mg/L, 2,060 mg/L, dan 0 mg/L.

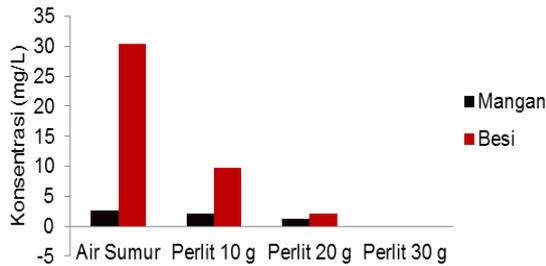
Begitu juga untuk nitrat dan nitrit, mengalami penurunan setelah dialirkan ke kolom yang berisi masing-masing perlit 10 dan 20 g. Untuk nitrat air sumur awal 0,645 mg/L, setelah dialirkan didapatkan kadar nitrat masing-masingnya sebesar 0,308 mg/L

dan 0,184 mg/L. Untuk nitrit air sumur awal 0,069 mg/L, setelah dialirkan ke kolom yang berisi masing-masing 10 dan 20 g perlit didapatkan nitrit yang tersisa sebesar 0,016 mg/L dan 0,007 mg/L. Sedangkan untuk *E.coli* hanya dilakukan pada massa perlit 20 g saja. Air sumur awal memiliki jumlah *E.coli* 8300 koloni/100 mL sampel, setelah dialirkan ke kolom yang berisi 20 gram perlit, didapatkan sisa *E.coli* dalam air sumur sebesar 150 koloni/100 mL sampel.

### 3.3 Perubahan Mangan dan Besi Air Sumur Setelah Dialirkan Ke Dalam Kolom

Konsentrasi awal besi dan mangan air sumur didapatkan sebesar 30,50 mg/L dan 2,681 mg/L. Setelah dialirkan ke kolom yang berisi perlit, kadar besi yang awalnya sangat tinggi dan melebihi ambang batas mengalami penurunan. Begitu juga dengan kadar mangan, yang awalnya tinggi juga mengalami penurunan setelah dialirkan ke kolom

yang berisi perlit yang dapat dilihat pada Gambar 3.1



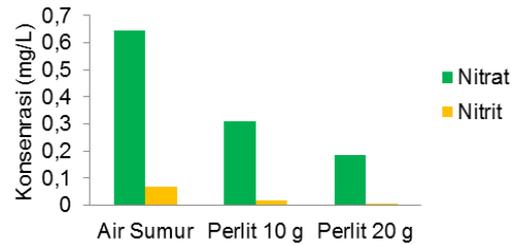
**Gambar 3.3** Pengaruh massa perlit terhadap konsentrasi besi dan mangan

Dapat dilihat pada Gambar 3.3 di atas bahwa kadar besi sangat tinggi dibandingkan dengan kadar mangan. Kadar mangan air sumur sebesar 2,681 mg/L, setelah dialirkan ke kolom yang berisi 10 gram dan 20 gram perlit kadar mangan mengalami penurunan sebesar 2,111 mg/L dan 1,296 mg/L dengan efisiensi penurunan adalah 21,26% dan 51,66%. Pada massa perlit 30 g tidak ada lagi mangan yang terdeteksi. Kadar besi air sumur yaitu 30,50 mg/L, setelah dialirkan ke kolom yang berisi adsorben 10 dan 20 g, kadar besi mengalami penurunan masing-masing yaitu 9,775 mg/L, 2,542 mg/L dan pada massa 30 g tidak ada lagi besi yang terdeteksi. Efisiensi penurunan kadar besi dengan menggunakan perlit 10 dan 20 g adalah 67,95% dan 93,25%.

Hal ini menunjukkan bahwa semakin banyak massa perlit yang digunakan maka semakin banyak tempat interaksi air sumur dengan adsorben, sehingga penyerapan lebih sempurna dan efisiensi penurunan semakin besar[6]. Laju alir yang kecil menyebabkan waktu kontak antara adsorben dengan air sumur lama, sehingga waktu jenuh adsorben juga semakin lama[7].

### 3.4 Perubahan Nitrat dan Nitrit Air Sumur Setelah Dialirkan Ke Dalam Kolom

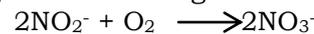
Pada Permenkes No 492/ Menkes/ Per/ IV/2010 kadar nitrat dan nitrit maksimum adalah 50 dan 3 mg/L. Kadar nitrat dan nitrit air sumur sebelum dilirkan adalah 0,645 dan 0,069 mg/L. Perubahan kadar masing-masing nitrat dan nitrit setelah dialirkan ke kolom yang berisi adsorben dapat dilihat pada Gambar 3.4



**Gambar 3.4** Pengaruh Massa Perlit Terhadap Konsentrasi Nitrat dan Nitrit

Pada Gambar 3.4 dapat dilihat perubahan nitrat dan nitrit air sumur menurun secara signifikan. Kadar nitrat air sumur awal sebesar 0,645 mg/L, setelah dialirkan ke kolom yang berisi masing-masing 10 dan 20 g perlit maka kadar nitrat menurun menjadi 0,308 mg/L dan 0,184 mg/L. Hal ini terjadi karena terdapat bakteri denitrifikasi pada adsorben yaitu bakteri anaerob, sehingga dapat mereduksi nitrat yang ada dalam air menjadi gas nitrogen[8]. Disamping itu perlit juga memiliki pori yang dapat menyebabkan nitrat dan nitrit terperangkap didalamnya[3].

Begitu juga dengan nitrit air sumur awal 0,069 mg/L, mengalami penurunan setelah masing-masing dialirkan ke kolom yang berisi 10 dan 20 g perlit menjadi 0,016 mg/L dan 0,007 mg/L. Adapun efisiensi penurunan masing-masing nitrit adalah 76,81% dan 89,86%. Selain itu penurunan konsentrasi nitrit ini disebabkan oleh proses nitrifikasi yang berlangsung pada kondisi aerob. Pada kondisi ini nitrit teroksidasi menjadi nitrat dengan bantuan bakteri *nitrobacter* dengan reaksi sebagai berikut:



Kemudian dalam kondisi anaerob dapat direduksi menjadi nitrogen oleh bakteri anaerob seperti *denitrobacillus* dengan reaksi sebagai berikut:

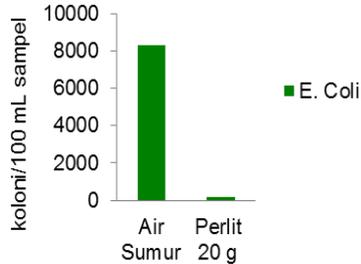


Salah satu sifat nitrit adalah memiliki sifat yang tidak stabil dilingkungan, dengan mudah nitrit teroksidasi menjadi nitrat. Selain itu kemungkinan total amoniak yang terurai menjadi nitrit dalam proses nitrifikasi jumlahnya juga sedikit. Sehingga nitrit yang dihasilkan juga dalam kadar yang sedikit[9].

### 3.5 Perubahan E.Coli Air Sumur Setelah Dialirkan Ke Dalam Kolom

Pada air sumur awal didapatkan total *E.coli* sangat besar dalam 100 mL air sumur. Hal ini bisa disebabkan oleh

beberapa faktor seperti, jarak antara sumur dengan *septic tank* kurang dari 10 m dan tidak memenuhi syarat kesehatan. Selain itu kebiasaan warga yang melakukan keperluan domestik rumah tangga yang jaraknya kurang dari 10 m dari bibir sumur, sehingga menyebabkan air sumur terkontaminasi oleh sisa air yang telah digunakan[10].



**Gambar 3.5** Pengaruh massa perlit terhadap koloni *E.coli*

Gambar 3.5 perlakuan air sumur setelah dialirkan ke kolom yang berisi 20 g perlit, *E.coli* mengalami penurunan secara signifikan. Air sumur awal memiliki *E.coli* sebesar 8300 koloni/100 mL sampel. Setelah air sumur dialirkan ke kolom yang berisi 20 g perlit, koloni *E.coli* yang didapatkan menurun menjadi 150 koloni/100 mL sampel. Ini membuktikan bahwa ukuran *E.coli* yang ada pada air sumur lebih kecil dibandingkan dengan ukuran pori perlit yang digunakan, sehingga banyak *E.coli* yang bisa terperangkap pada pori perlit yang digunakan[11].

### 3.6 Hasil Analisis X-Ray Fluorescence Adsorben

Analisis XRF dilakukan untuk melihat kandungan kimia yang ada pada adsorben serta melihat peran dari kandungan tersebut dalam proses meningkatkan kualitas air sumur yang dapat dilihat pada Tabel 3.6 berikut.

**Tabel 3.6** Hasil XRF sebelum dan setelah adsorpsi

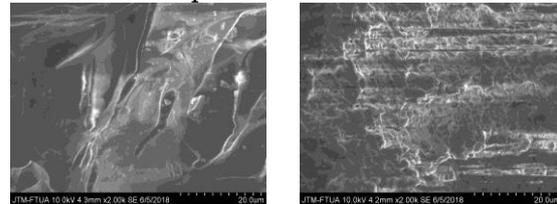
Unsur	Kandungan (%)	
	Sebelum adsorpsi	Setelah adsorpsi
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	13,475	12,132
SiO <sub>2</sub>	78,817	77,836
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	0,691	0,76
MnO	0,037	0,042

Dari tabel diatas nilai oksida besi dan mangan yang ada di dalam air sumur telah teradsorpsi pada permukaan perlit. Adsorpsi yang terjadi disebabkan oleh

gugus fungsi OH yang terikat pada silika dan alumina yang ada pada perlit. Adsorpsi yang terjadi merupakan proses pertukaran ion yaitu efek positif gugus fungsi OH yang terikat pada silika dan alumina dengan logam yang ada pada air sumur, sehingga menyebabkan berkurangnya kadar besi dan mangan pada air sumur tersebut[12].

### 3.7 Hasil Analisis Scanning Electron Microscope (SEM) Adsorben

Analisis SEM ini dilakukan untuk melihat permukaan dari adsorben yang digunakan sebelum dan setelah adsorpsi. Gambar (a) merupakan permukaan kasar adsorben perlit sebelum adsorpsi. Gambar (b) menunjukkan permukaan partikel perlit setelah adsorpsi. Pada Gambar 3.7 dapat dilihat perbedaan permukaan adsorben perlit sebelum dan setelah adsorpsi.



(a) Perlit sebelum adsorpsi perbesaran 2000x (b) Perlit Setelah adsorpsi perbesaran 2000x

Jelas terlihat perbedaan bahwa setelah adsorpsi susunan permukaan partikel perlit menjadi lebih rapat dan telah tertutup. Hal ini bisa disebabkan karena telah terjadi adsorpsi ion logam, nitrat, nitrit, dan *E.coli* yang ada pada air sumur pada permukaan perlit[13].

## 4. Kesimpulan

air sumur kotor yang digunakan pada penelitian ini dapat ditingkatkan kualitasnya dengan perlit menggunakan metode kolom. Analisis yang dilakukan yaitu mangan, besi, nitrat, nitrit, dan *E.Coli* menggunakan metode kolom dengan penyerapan yang baik pada laju alir masuk 5 mL/menit dengan massa 30 g untuk logam besi dan mangan. Sedangkan nitrat dan nitrit pada massa 20 g dan *E.coli* pada massa 20 g berdasarkan Permenkes No 492/Menkes/Per/IV/2010. Dari hasil karakterisasi perlit dengan XRF yang sebelum dan setelah adsorpsi, didapatkan senyawa kimia yang berperan dalam meningkatkan kualitas air sumur adalah SiO<sub>2</sub> dan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hasil SEM perlit

sebelum dan sesudah adsorpsi, didapatkan perbedaan bahwa perlit sebelum adsorpsi memiliki permukaan yang terbuka, dan setelah adsorpsi permukaan perlit menjadi tertutup dan susunan permukaan juga rapat.

### 5. Ucapan Terimakasih

Terimakasih kepada semua pihak yang terlibat dalam menyelesaikan penelitian ini.

### Referensi

- [1] Sihabudeen, M. M.; Ali, A. A.; Hussain, A. Z.: Removal of Heavy Metals from Ground Water using Eucalyptus Carbon as Adsorbent. *International Journal of ChemTech Research* 2016, 9 (03), 254-257.
- [2] Ullah, R.; Malik, R. N.; Qadir, A.: Assessment of Groundwater Contamination in an Industrial City, Sialkot, Pakistan. *African Journal of Environmental Science and Technology* 2009, 3 (12), 429-446.
- [3] Samar, M.; Saxena, S.: Study Of Chemical And Physical Properties Of Perlite And Its Application In India. *Internasional Journal Of Science Technology And Management* 2016, 5 (4), 70-79.
- [4] Zein, R.; Munaf, E.; Suhaili, R.; Anwar, Y; Indrawati.: Dynamic Removal of Toxic Metals from Wastewater using Perlite as Sorbent. *Asian Journal of Chemistry* 2009, 21 (3), 2059-2066.
- [5] Fauzi, F.: Pengolahan Limbah Cair Perjan Rumah Sakit Dr.M.Djamil Padang Dengan Multi Soil Layering (MSL) Sistem, *Tesis Pasca Sarjana Universitas Andalas*, Padang, 2004.
- [6] Zein, R.; Munaf, E.; Yerizel, E.; Tjong, D. H.; Fachrial, E.; Wijaya, S.: Removal of Mn(II) Ions from Aqueous Solution by Adsorption Using Terminalia Catappa Fruit Powder. *Journal of Chemichal and Pharmaceutical Reserch* 2015, 7 (9S), 193-200.
- [7] Zein, R.; Harmiwati; Kurniawati, D.; Lestari, I.; Chaidir, Z.; Desmiarti, R.: Biosorption of Pb(II) and Zn(II) Metal Ions from Aqueous Solution by Stem Tree of Soybean Using Continuous Flow Method. *Journal of Engineering and Applied Science* 2017, 12 (18), 5258-5262.
- [8] Setiowati.; Roto.; Wahyuni, E. T.: Monitoring Kadar Nitrit dan Nitrat pada Air Sumur Di Daerah Catur Tunggal Yogyakarta dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis. *Jurnal Manusia dan Lingkungan* 2016, 23 (2), 143-148.
- [9] Wakatsuki, T.; Esumi, H.; Omura, S.: Hight Performance and N & P Removal Onsite Domestic Wastewater Treatmen System By Multi-Soil-Layering Method, *Journal Water Science Technology* 1993, 27, 31-40.
- [10] Khopkar, S. M.; *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Universitas Indonesia: Jakarta, 1990.
- [11] Yeni, T. P.: Pengolahan Air Sungai Kuranji Menuju Air Layak Minum dengan Metoda MSL (Multi Soil Layering) yang Dicampurkan dengan Ampas Tebu, *Tesis Program Pasca Sarjana Universitas Andalas*, 2012.
- [12] Alkan , M.; Dogant, M: Adsorption of Copper(II) onto Perlite. *Journal of Colloid and Interface Science* 2001, 243, 280-291.
- [13] Vijayakumar, G.; Tamilarasan, R.; Dharmendirakumar, M.: Adsorption Kinetic, Equilibrium And Thermodynamic Studies On The Removal Of Basic Dye Rhodamin-B From Aqueous Solution By The Use Of Natural Adsorbent Perlite, *Journal Materian Envoronmental Science* 2012, 3 (1), 157-170.

# PROFIL KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS HASIL KROMATOGRAFI KOLOM EKSTRAK ETIL ASETAT DAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN EKSTRAK DAUN ASHOKA (*Polyalthia longifolia* (Sonn.)Thwaites)

Bustanul Arifin\*, Afrizal, Alfajri Sardinal Putra

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia.

\*E-mail : [ba\\_arifin@yahoo.co.id](mailto:ba_arifin@yahoo.co.id)

**Abstrak:** Profil kromatografi lapis tipis hasil kromatografi kolomekstrak etil asetat dan aktivitas antioksidan ekstrak daun ashoka (*polyalthia longifolia*(sonn.)Thwaites) telah dilakukan. Ekstraksi dilakukan dengan metoda maserasi menggunakan pelarut heksana, etil asetat dan metanol. Ekstrak dari masing-masing pelarut diuji antioksidannya dengan metoda radikal bebas 1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH) dan menunjukkan ekstrak metanol daun ashokapaling aktif sebagai antioksidan dengan nilai  $IC_{50}$  24,99 mg/L. Sedangkan ekstrak etil asetat bersifat antioksidan lemah dengan nilai  $IC_{50}$  487,28 mg/L dan heksan tidak aktif (tidak bersifat antioksidan) dengan nilai  $IC_{50}$  541,58 mg/L. Ekstrak etil asetat dikromatografi kolom menggunakan silika gel sebagai fasa diam dan heksana, etil asetat dan metanol sebagai fasa gerak secara *Step Gradient Polarity* (SGP). Hasil kromatografi kolom ekstrak etil asetat didapatkan 14 fraksi. Dari 14 fraksi yang diperoleh tersebut secara umum senyawa telah terpisah dengan baik menggunakan kromatografi lapis tipis, terkecuali untuk farksi I, J dan K.

**Kata kunci:** (*Polyalthia longifolia* (Sonn.)Thwaites), antioksidan, kromatografi lapis tipis

## 1. Pendahuluan

Tanaman merupakan sumber bahan kimia yang banyak memiliki bioaktifitas tertentu dan kemampuan penyembuhan. Dari dulu, tanaman biasa digunakan untuk penyembuhan penyakit tanpa diketahui kandungan senyawa didalamnya. Meskipun industri farmakologi telah menghasilkan sejumlah antibiotik baru di tiga dekade terakhir, perlawanan terhadap obat oleh mikroorganisme juga meningkat<sup>[1]</sup>.

Penggunaan tumbuhan obat untuk menyembuhkan berbagai macam penyakit telah lama dilakukan manusia. Hal ini mendorong para ahli untuk mengkaji kandungan tumbuhan tersebut yang berperan sebagai sumber obat. Sampai saat ini masih banyak potensi tumbuhan obat yang belum diteliti. Hal ini mendorong para ahli untuk melakukan penelitian tentang isolasi, sintesis, uji bioaktifitas dan pemanfaatannya lebih lanjut. Salah satu tumbuhan yang digunakan sebagai obat tradisional adalah ashoka<sup>[1]</sup>.

Ashoka (*Polyalthia longifolia*) merupakan tumbuhan cemara tinggi yang berasal dari India. Penampakan pohon ini berupa piramida simetris dengan cabang seperti pendulum dan daun lanset dengan tepi bergelombang. Pohon ini dapat tumbuh hingga mencapai 30 kaki. Tumbuhan ini memiliki banyak nama, diantaranya ashoka atau Devadaru dalam

Sansekerta, Debbaru di Bengali dan India, Asopalav (Gujarati), Glodogan tiang (Indonesia) dan Nettelinkam (Tamil). Daunnya bagus untuk dijadikan dekorasi ornamental dan digunakan pada perayaan festival. Pohonnya dapat dipotong menjadi berbagai bentuk. Daun ashoka ini mengandung 22 senyawa kimia yang bersifat toksik. Ashoka ditanam sebagai ornamen, di tepi jalan dan pohon peneduh, biasanya ditanam di ketinggian kurang dari 1200 mdpl<sup>[2]</sup>.

Ada beberapa macam metoda untuk menguji sifat antioksidan suatu senyawa diantaranya yaitu metoda CUPRAC (*cupric ion reducing antioxidant capacity*), FRAP (*ferric reducing antioxidant power*), TBA (*thio barbiturat acid*), ABTS (2,2'-azinobis-(3-ethyl-benzothiazoline-6-sulphonic acid) dan DPPH radikal (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil). Metoda yang umum digunakan oleh para peneliti adalah DPPH radikal, karena metoda yang sederhana, cepat dan mudah untuk *screening* penangkap radikal bebas beberapa senyawa<sup>[3,4]</sup>.

DPPH (1,1—difenil-2-pikrilhidrazil) merupakan salah satu cara dalam menentukan aktivitas antioksidan<sup>[6]</sup>. Prinsip metoda uji antioksidan DPPH didasarkan pada reaksi penangkapan hidrogen oleh DPPH dari senyawa antioksidan. DPPH berperan sebagai radikal bebas yang diredam oleh

antioksidan dari sampel. Selanjutnya DPPH akan diubah menjadi DPPH-H (bentuk tereduksi DPPH) oleh senyawa antioksidan. DPPH merupakan senyawa radikal bebas yang stabil dan dapat disimpan dalam jangka waktu lama dalam keadaan kering dan kondisi penyimpanan yang baik<sup>[5,6,7]</sup>. Tujuan metoda ini adalah mengetahui parameter konsentrasi yang ekuivalen memberikan 50% efek aktivitas antioksidan ( $IC_{50}$ ). Hal ini dapat dicapai dengan cara menginterpretasikan data eksperimental dari metoda tersebut.

Asoka merupakan salah satu genus dari *Polyalthia*. Tumbuhan ini memiliki banyak nama, diantaranya ashoka atau Devadaru dalam Sansekerta, Debdaru di Bengali dan India, Asopalav (Gujarati), dan Glodogan tiang (Indonesia). Ashoka ini biasa dimanfaatkan sebagai obat-obatan. Penyakit kulit, diabetes dan hipertensi. Secara tradisional berbagai bagian dari asoka telah digunakan sebagai pengobatan untuk demam, penyakit kulit, diabetes, hipertensi dan helmintiasis. Ekstrak dari asoka menunjukkan sifat yang merupakan antioksidan, antimikroba, antitumor, antiinflamasi, dan antikataraktogenesis. Pengujian fitokimia sebelumnya dari tanaman ini menunjukkan adanya berbagai konstituen kimia dengan aktivitas biologi yang menarik. Azafluorene alkaloid diisolasi dari kulit batang. Alkaloid pedulamin A dan B yang diekstrak dari akar mempunyai konstituen antimikroba. Flavonoid dan glikosidanya diisolasi dari daun yang berpotensi sebagai antioksidan. *Cytotoxic cycloartane triterpenes* dan clerodane diterpene diisolasi dari daun. Selanjutnya, asoka dipastikan memiliki senyawa sumber aktif biologi untuk kesehatan manusia<sup>[8]</sup>.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1. Persiapan Ekstrak Daun Ashoka

Sampel daun sebanyak 3 kg dirajang halus kemudian dikering anginkan selama seminggu pada udara terbuka yang tidak terkena cahaya matahari langsung. Setelah sampel tersebut kering, selanjutnya dijadikan bubuk dengan menggunakan gerinder kemudian ditimbang. Untuk isolasi metabolit sekunder digunakan 1200 gram sampel kering.

### 2.2. Pembuatan Reagen

#### 2.2.1. Pereaksi Mayer

Sebanyak 2,27 gram raksa (II) klorida dilarutkan dengan akuades hingga volume 100 mL (larutan I). Pada wadah lain, dilarutkan 50 gram kalium iodida dengan

akuades hingga volume 100 mL (larutan II) dalam labu ukur. Diambil 60 mL dari larutan I dan dicampurkan dengan 10 mL larutan II, campuran ini ditambahkan akuades hingga volume 100 mL dalam labu ukur.

#### 2.2.2. Besi (III) klorida 5%

Sebanyak 5 gram besi (III) klorida dilarutkan dengan akuades hingga volume 100 mL dalam labu ukur.

#### 2.2.3. Asam klorida 2 N

Sebanyak 17 mL asam klorida pekat (12 N) dilarutkan dengan akuades hingga volume 100 mL dalam gelas piala.

#### 2.2.4. Asamsulfat 2N

Sebanyak 5,5 mL asam sulfat p.a (36,4 N) diencerkan dengan akuades hingga volume 100 mL dalam gelas piala.

### 2.3. Uji Kandungan Metabolit Sekunder

#### 2.3.1. Uji flavonoid, fenolik, saponin, terpenoid dan steroid

Sampel daun segar sebanyak 2 gram dipotong halus dan dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian dimaserasi dengan metanol dan dipanaskan di atas lampu spritus selama 5 menit. Sampel disaring panas-panas kemudian ditambahkan kloroform dan akuades dengan perbandingan 1 : 1 masing-masing sebanyak 5 ml, dikocok dengan baik, dibiarkan sejenak hingga terbentuk 2 lapisan kloroform-air. Lapisan kloroform digunakan untuk pemeriksaan senyawa steroid dan terpenoid sedangkan lapisan air digunakan untuk pemeriksaan senyawa flavonoid, fenolik dan saponin.

##### a. Uji flavonoid

Sebanyak 2 mL lapisan air diambil dan dipindahkan dengan menggunakan pipet ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan dua tetes HCl pekat dan beberapa butir bubuk Mg. Terbentuknya larutan warna merah sampai jingga menunjukkan adanya flavonoid<sup>[9]</sup>.

##### b. Uji fenolik

Sebanyak 2 mL lapisan air dipindahkan dengan pipet ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan setetes pereaksi  $FeCl_3$  5%, terbentuknya warna hijau sampai biru menandakan adanya senyawa fenolik<sup>[9]</sup>.

##### c. Uji saponin

Sebanyak 2 mL lapisan air, dikocok kuat-kuat dalam sebuah tabung reaksi, terbentuknya busa yang tidak hilang

dengan penambahan beberapa tetes HCl pekat menunjukkan adanya saponin<sup>[10]</sup>.

d. Uji terpenoid dan steroid

Dari lapisan kloroform diambil dan dimasukkan ke dalam 2 lubang plat tetes masing-masing 3 tetes, dibiarkan hingga kering, kemudian kedalam lubang 1 ditambahkan setetes anhidrida asetat dan setetes asam sulfat pekat. Pada lubang 2 ditambahkan asam sulfat pekat tanpa penambahan anhidrida asetat. Terbentuknya warna cincin merah atau merah ungu pada lubang 2 menandakan adanya terpenoid, sedangkan terbentuknya warna hijau atau hijau biru pada lubang 1 menandakan adanya steroid<sup>[9]</sup>.

### 3.3.2 Uji Alkaloid

Sampel sebanyak 2–4 gram dipotong kecil-kecil, kemudian dihaluskan dalam lumpang dengan penambahan sedikit pasir dan 10 mL kloroform-amoniak 0,05 N, kemudian digerus perlahan. Larutan dipipet dengan pipet tetes dan filtratnya dimasukkan ke dalam sebuah tabung reaksi, kemudian ditambahkan 10 tetes asam sulfat 2 N dan dikocok secara perlahan. Dibiarkan sejenak sampai terbentuk pemisahan lapisan asam dan kloroform. Lapisan asam diambil 2 mL dan dimasukkan ke tabung reaksi. Kemudian ditambahkan pereaksi Mayer, reaksi positif ditandai dengan adanya endapan putih (+3), larutan keruh (+2), larutan keruh tipis (+1)<sup>[11]</sup>.

### 3.3.3 Ujikumarin

Sampel sebanyak 2–5 gram dirajang halus dan diekstrak dengan pelarut metanol. Hasil ekstrak ditotolkan pada batas bawah plat KLT dengan menggunakan pipa kapiler, dibiarkan kering pada udara terbuka. Kemudian dielusi dalam bejana yang berisi 10 mL eluen etil asetat 100%. Noda yang dihasilkan dimonitor di bawah lampu UV (365 nm). Hasil KLT kemudian disemprot dengan larutan natrium hidroksida 1% dalam etanol : air (1 : 1), dan selanjutnya dilihat dibawah lampu UV (365 nm). Adanya fluoresensi yang bertambah terang setelah disemprot dengan natrium hidroksida 1% menandakan adanya senyawa kumarin<sup>[12]</sup>.

### 2.4. Maserasi

Maserasi adalah salah satu metode ekstraksi dengan cara merendam sampel yang digunakan untuk menarik komponen yang diinginkan dengan kondisi pada suhu

ruang yang memiliki keuntungan lebih praktis dan tidak memerlukan pemanasan<sup>[13]</sup>. Sampel yang digunakan berupa serbuk halus 1.2 kg, Serbuk sampel daun ashoka diekstraksi dengan cara maserasi (perendaman) secara bertahap menggunakan pelarut n-heksana, etil asetat, dan metanol. Maserasi dilakukan didalam botol gelap pada 4 botol yang masing-masingnya berisikan 300 gram serbuk. Pelarut pertama yang digunakan untuk maserasi adalah heksana yang dimasukkan ke dalam botol hingga ketinggian pelarut kira-kira ±2 cm di atas permukaan serbuk. Pergantian pelarut dilakukan setiap 3 hari sekali dan dilakukan berulang-ulang sampai filtrat yang didapatkan tidak berwarna. Kemudian filtrat diuapkan pelarutnya dengan *rotary evaporator* pada suhu 40°C, sehingga didapatkan ekstrak kental heksana. Selanjutnya, ampas dari hasil maserasi dengan pelarut heksana dilanjutkan dengan pelarut etil asetat dan metanol secara berurutan. Perlakuan yang sama seperti pelarut heksana sehingga didapatkan ekstrak kental dari masing-masing pelarut. Masing-masing ekstrak diuji kandungan flavonoid dan aktivitas antioksidannya dengan menggunakan metoda DPPH.

### 2.5. Uji Aktivitas Antioksidan

Pengujian antioksidan dilakukan terhadap ekstrak heksana, etil asetat, dan metanol dengan metoda DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil) berdasarkan Krishna Kumar, 2012[28].

#### 2.5.1. Pembuatan larutan sampel

Masing-masing ekstrak ditimbang 10 mg kemudian dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 10 mL sehingga didapatkan larutan sampel masing-masing ekstrak dengan konsentrasi 1000 mg/L. Larutan uji dibuat dengan variasi konsentrasi masing-masing ekstrak 10;40;70;100 dan 130 mg/L.

#### 2.5.2. Penentuan aktivitas antioksidan

Penentuan aktivitas antioksidan dilakukan dengan cara menambahkan 2,5 mL DPPH 0,1 mM ke dalam 1 mL masing-masing larutan ekstrak dengan berbagai konsentrasi di atas. Sebagai kontrol digunakan campuran 2,5 mL DPPH dengan 1 mL metanol. Campuran didiamkan selama 30 menit, kemudian diukur absorbanya pada panjang gelombang 517 nm. Penentuan persentase inhibisi masing-

masing ekstrak dihitung dengan menggunakan rumus:

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

## 2.6. Kromatografi Kolom

Ekstrak etil asetat dikromatografi kolom yang sebelumnya dimonitoring dengan KLT untuk melihat sistem pemisahannya menggunakan SGP atau isokratik. Kolom kromatografi di packing dengan cara mensuspensikan silika gel sebagai fasa diam ke dalam pelarut heksana. Setelah itu silika gel tersebut dimasukkan ke dalam kolom yang terlebih dahulu diberi kapas yang telah dicuci dengan heksana sebagai penyaring pada bagian dasarnya. Kolom dialirkan selama beberapa hari. Ekstrak etil asetat terlebih dahulu di preadsorpsi menggunakan silika dengan perbandingan 1:1 kemudian dikeringkan dalam desikator.

Selanjutnya sampel dimasukan ke dalam kolom. Elusi dilakukan dengan sistem SGP (*step gradient polarity*) dimulai dari pelarut non polar, semi polar hingga Tabel 3.1 Hasil identifikasi metabolit sekunder daun ashoka

No	Kandungan kimia	Pereaksi	Hasil uji
1.	Flavonoid	Mg dan HCl	+
2.	Fenolik	FeCl <sub>3</sub> 1%	+
3.	Saponin	Air dan HCl	-
4.	Steroid	Liebermann-	+
5.	Terpenoid	Burchard	+
6.	Alkaloid	Liebermann-	-
7.	Kumarin	Burchard Mayer NaOH 1% + fluorisensi UV	-

Keterangan :

(+) = ada senyawa metabolit sekunder

(-) = tidak ada senyawa metabolit sekunder

Dari tabel diatas dapat diketahui bahwa daun ashoka mengandung senyawa metabolit sekunder yaitu flavonoid, steroid, terpenoid, dan fenolik.

## 3.3. Maserasi

Hasil maserasi dari 1200 gram serbuk daun ashoka dengan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol dapat dilihat pada Tabel 3.2

Berdasarkan hasil maserasi pada Tabel 3.2 dapat diketahui bahwa ekstrak metanol (11,80%) lebih banyak daripada ekstrak etil asetat (9,23%) dan ekstrak heksana (6,96%). Kondisi ini memperlihatkan bahwa senyawa yang terekstrak lebih banyak pada

pelarut yang bersifat polar yaitu heksana 100, heksana:etil asetat (95:5) dan seterusnya sampai metanol 100%. Hasil kromatografi kolom ditampung di dalam vial masing-masing 10 mL, selanjutnya diperiksa pola nodanya dengan KLT. Fraksi yang memberikan noda dengan nilai R<sub>f</sub> yang sama digabungkan. Masing-masing fraksi dilakukan uji dengan KLT sehingga didapat profil pemisahan senyawa.

## 3. Hasil dan Pembahasan

### 3.1. Identifikasi Sampel

Berdasarkan hasil identifikasi oleh Herbarium Universitas Andalas Padang dengan Nomor 262/K-ID/ANDA/X/2015 diketahui bahwa sampel yang digunakan termasuk ke dalam famili Annonaceae, spesies *Polyalthia longifolia* (Sonn.)Thwaites.

### 3.2. Kandungan Metabolit Sekunder

Hasil identifikasi metabolit sekunder dari daun ashoka tercantum pada Tabel 3.1

pelarut polar dan selanjutnya semi polar dibandingkan dengan pelarut non polar.

Masing-masing ekstrak juga diuji kandungan flavonoidnya dengan sianidin test. Hasil uji kandungan flavonoid pada masing-masing ekstrak menunjukkan bahwa ekstrak metanol dan etil asetat positif mengandung flavonoid, sedangkan heksana tidak terdeteksi kandungan flavonoidnya dengan sianidin test. Ini bisa membuktikan kalau flavonoid larut dalam pelarut polar.

Tabel 3.2 Hasil maserasi daun ashoka dengan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol.

No	Ekstrak (pelarut)	Berat ekstrak (g)	Kadar ekstrak (%)	Flavonoid
1	Heksana	83,51	6,96	-
2	Etil	110,85	9,23	+
3	asetat Metanol	142,58	11,84	+

Keterangan : (-) = tidak terdeteksi

(+) = ada flavonoid

### 3.4. Uji Aktivitas Antioksidan

Uji antioksidan dilakukan terhadap ketiga ekstrak yang diperoleh dari hasil maserasi. Uji ini dilakukan untuk mengetahui aktivitas antioksidan masing-masing ekstrak dan menentukan fraksi aktif yang mengandung flavonoid untuk proses isolasi selanjutnya. Hasil pengukuran antioksidan dari ekstrak heksana, etil asetat dan metanol dapat dilihat pada Tabel 3.3,

sedangkan perhitungan nilai % inhibisi dari masing- masing ekstrak dapat dilihat pada Lampiran 6. Nilai IC<sub>50</sub> dapat ditentukan dengan membuat kurva linear antara konsentrasi larutan uji (sumbu X) dan % inhibisi (sumbu Y).

Berdasarkan Tabel 3.3 IC 50 ekstrak heksan sebesar 502,3 mg/L, ekstrak etil asetat 580,24mg/L dan ekstrak metanol 24,99 mg/L. Dari tiga ekstrak tersebut bahwa ekstrak metanol lebih bersifat antioksidan dibandingkan dengan ekstrak heksana dan ekstrak etil asetat. Menurut Jun *et.al* 2003, aktivitas antioksidan Tabel 3.3 Hasil uji aktivitas antioksidan dengan metode radikal bebas DPPH dari ekstrak heksana, etil asetat, dan metanol.

Ekstrak	Konsentrasi(mg/L)	Adsorban	Inhibisi%	IC <sub>50</sub> (mg/L)
Heksana	10	0,835	26,81	541,58
	40	0,826	27,60	
	70	0,809	29,09	
	100	0,790	30,76	
	130	0,782	31,46	
Kontrol		1,141		
Etil asetat	10	0,997	14,89	487,28
	40	0,937	17,87	
	70	0,913	19,98	
	100	0,884	22,52	
	130	0,879	22,96	
Kontrol		1,141		
Metanol	10	0,530	33,13	24,99
	40	0,425	49,70	
	70	0,354	58,10	
	100	0,252	70,17	
	130	0,079	90,15	
Kontrol		0,845		

digolongkan sangat aktif jika nilai IC<sub>50</sub> kurang dari 50 mg/L, digolongkan aktif bila nilai IC<sub>50</sub> 50-100 mg/L, digolongkan sedang bila nilai IC<sub>50</sub> 101- 250 mg/L, dan digolongkan lemah bila nilai IC<sub>50</sub> 250-500 mg/L, serta digolongkan tidak aktif bila nilai IC<sub>50</sub> lebih besar dari 500 mg/L. Aktifitas antioksidan berdasarkan Jun *et.al* ekstrak heksana tidak aktif (tidak bersifat antioksidan) dan ekstrak etil asetat bersifat antioksidan lemah. Sedangkan ekstrak metanol aktifitas antioksidannya tergolong sangat aktif (sangat kuat).

### 3.5. Kromatografi Kolom

Sebelum dilakukan kromatografi kolom, dilakukan uji kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan eluen dari non polar sampai polar. Hasil dari uji KLT ini menunjukkan noda yang tidak terpisah. Berdasarkan hasil KLT tersebut, maka dilakukan kromatografi kolom dengan sistem eluen ditingkatkan kepolarannya (SGP= *Step Gradient Polarity*) dengan fasa diam silika gel. Sistem eluen yang digunakan dengan perbandingan pelarut dari non polar ke pelarut polar. Urutan pelarut tersebut dari heksana, campuran heksana dengan etil asetat, etil asetat, campuran etil asetat dengan metanol dan metanol. Hasil kromatografi kolom dengan menggunakan berbagai eluen dapat dilihat pada Tabel 3.4.

Hasil dari kromatografi kolom didapatkan 468 vial, setiap vial dimonitor dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan interval kelipatan lima. Vial yang

memiliki pola noda dan Rf yang sama dengan penampak noda lampu UV 365 nm dan uap I<sub>2</sub> digabungkan sehingga didapatkan 14 fraksi yang lebih sederhana. Masing-masing fraksi dilakukan uji KLT kembali dengan penampak noda lampu UV 365 nm dan uap I<sub>2</sub>

Tabel 3.5 Hasil uji KLT fraksi penggabungan eluat kromatografi kolom

Fraksi	Hasil		
	Jumlah noda dengan UV 365 nm dan uap I <sub>2</sub>	Pola noda dengan UV 365 nm dan uap I <sub>2</sub>	Rf
A	3	Kuning Merah merah	0,075 0,475 0,925
B	3	Orange Merah merah	0,075 0,45 0,95

C	3	Kuning Merah merah	0,1 0,5 0,9
D	3	Orange Merah merah	0,05 0,4 0,925
E	3	Coklat Merah merah	0,025 0,725 1
F	3	Coklat Merah merah	0,025 0,7 1
G	2	Kuning merah	0,025 0,7
H	3	Orange Merah Merah merah	0,025 0,575 1 1
I	4	tailing (noda overleping)	-
J	3	tailing (noda overleping)	-
K	4	tailing (noda overleping)	-
L	3	Coklat Merah merah	0 0,55 0,875
M	2	Coklat kuning	0 0,425
N	2	Kuning kuning	0 0,4

Ket : Et = etil asetat, hek = heksan  
 dari 14 fraksi yang diperoleh tersebut secara umum senyawa telah terpisah dengan baik menggunakan kromatografi lapis tipis, terkecuali fraksi I, J dan K.

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa daun asoka memiliki kandungan metaolit sekunder berupa flavonoid, fenolik, steroid, dan terpenoid. Pada pengujian aktivitas antioksidan, ekstrak heksana tidak bersifat antioksidan dan ekstrak etil asetat bersifat antioksidan lemah. Sedangkan ekstrak metanol bersifat sangat aktif sebagai antioksidan. Pada pengujian KLT dari hasil kromatografi kolom didapatkan bahwa senyawa telah terpisah dengan baik, terkecuali pada fraksi I, J dan K.

#### 5. Ucapan Terimakasih

Terimakasih penulis ucapkan kepada semua pihak yang telah membantu dalam menyelesaikan penelitian ini.

#### Referensi

1. Hariana, A, *Tumbuhan Obat dan Khasiatnya*, Penebar Swadaya; Jakarta, 2007, Hal 111.
2. Sampath, M and Vasanthi, M., *Isolation, Structural Elucidation of Flavonoids from Polyalthia longifolia (Sonn) Thaiwaites and Evaluation of Antibacterial, Antioxidant and Anticancer Potensial*. International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Science, 2013, Vol.5. Issue 1.
3. Samiati, M. I: *Uji Aktifitas Antioksidan Ekstrak Daun Garcinia Lateriflora Blume Var. Javanica Boerl dengan Metode DPPH dan Identifikasi Senyawa Kimia dari Fraksi yang Aktif*, Jakarta, Universitas Indonesia, 2012. Hal 5.
4. Manner, Harley I dan Craig R. Elevitch: *Cananga odorata (ylang - ylang) Species Profiles for Pacific Island Agroforestry*, 2006. Hal 2-3.
5. Braude, B. A, Brook, A. G, Linstead R.P, *Antioxidant Determinations by the Use of a Stable Free Radical*, Journal of Chemical Society, 1954, Hal 3574-3578.
6. Brand-Williams, W, Cuvelier, M.E, Berset C, *Use of free radical method to evaluate antioxidant activity*. Lebensmittel Wissenschaft and Technologie. 1995, 28, Hal 25-30.
7. Khalaf, N. A: *Antioxidant Activity of Some Common Plants*, Faculty of Pharmacy and Medical Sains, Jordan, 2008, 32, Hal 51-55.
8. Mardisadora, O, *Identifikasi dan Potensi Antioksidan Flavonoid Kulit Kayu Mahoni ( Swietenia Macrophylla KING)*, Skripsi, Institute Pertanian Bogor, 2010.
9. Fermanasari, D.; Zahara, T.A.; Wibowo, M.A.: *Uji Total Fenol, Aktivitas Antioksidan dan Sitotoksitas Daun Akar Bambak ( Ipomoea sp.)*. Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura: 2016, 5(4), 68-73.
10. Rasyid, A.: *Identifikasi Senyawa Metabolit Sekunder Serta Uji Aktivitas Antibakteri Dan Antioksidan Ekstrak Metanol Teripang Stichopus hermanii*. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis*, 2012, 4, 2, 360-3
11. Fermanasari, D.; Zahara, T.A.; Wibowo, M.A.: *Uji Total Fenol, Aktivitas Antioksidan dan Sitotoksitas Daun Akar Bambak ( Ipomoea sp.)*. Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura: 2016, 5(4), 68-73.

12. Rasyid, A.: Identifikasi Senyawa Metabolit Sekunder Serta Uji Aktivitas Antibakteri Dan Antioksidan Ekstrak Metanol Teripang *Stichopus hermanii*. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelautan Tropis*, 2012, 4, 2, 360-368
13. Sari, A. K.; Ayuhecacia, N.: Penetapan Kadar Fenolik Total dan Flavonoid Total Ekstrak Beras Hitam (*Oryza sativa* L) Dari Kalimantan Selatan. *Akademi Farmasi ISFI Banjarmasin. Jurnal Ilmiah Ibnu Sina*, 2 (2), 327-335.
14. Copriady, J.; Yasmi, E.; Hidayati.: Isolasi dan Karakterisasi Senyawa Kumarin Dari Kulit Buah Jeruk Purut (*Citrus hystrix* DC). *Jurnal Biogenesis*, 2005, 2(1), 13-15
15. Bawa, P. A.; Bogoriani, N.W.; Diantariani, N.P.; Utari S.N.L.: Ekstraksi Zat Warna Alam dari Bonggol Tanaman Pisang (*Musa paradisiaca* L.) Dengan Metode Maserasi, Refluks, dan Sokletasi. *Jurnal Kimia Universitas Udayana*. 2014, 8, 1, 113-119
16. Sashidara K.V., Singh S.P., Sarkar J., Sinha S. *Cytotoxic clerodane diterpenoids from the leaves of Polyalthia longifolia*, *Natural Product Resources*. 2010; 24: 1687-1694.
17. Faizi S., Khan R.A., Mughal N.R., Malik M.S., Sajjadi E.S, Ahmad A. *Antimicrobial activity of various parts of Polyalthia longifolia var. pendula: isolation of active principles from the leaves and the berries*, *Phytotherapy Research*. 2008; 22: 907-912.
18. Chen C.Y., Chang F.R., Shih Y.C., Hsieh T.J., Chia Y.C., Tseng H.Y. *Cytotoxic constituents of Polyalthia longifolia var. Pendula*, *Journal of Natural Products*. 2000; 63:1475-8.
19. Dixit, P.,T.Mishra, M.Pal, T.S. Rana, and D.K. Upreti, *Polyalthia longifolia and its Pharmacological Activities : Review*, *International Journal of Scientific and Innovative Research*, 2014, Vol.2 (1), hal.17-25
20. Wu Y.C., Duth C.Y., Wang S.K., Chen K.S., Yang T.H. *Two new natural azofluorene alkaloids and cytotoxic aporphine alkaloids from P.longifolia*, *Journal of Natural Products*. 1990; 5: 1327-1331.
21. Faizi S., Khan R.A., Azher S., Khan S.A., Tauseef S., Ahmad A. *New antimicrobial alkaloids from the roots of Polyalthia longifolia var. Pendula*. *Planta Medica*. 2003; 69: 350 355.
22. Braude, B. A, Brook, A. G, Linstead R.P, *Antioxidant Determinations by the Use of a Stable Free Radical*, *Journal of Chemical Society*, 1954, Hal 3574-3578.
23. Rashid, M.A., Hossain, M.A., Hasan, C.M., & Reza, M.S, *Antimicrobial diterpenes from Polyalthia longifolia var. pendula (Annonaceae)*, *Phytotherapy Research*, 1996, Vol.10, hal 79-81.
24. Saleem, R., Muhammad, A., Iqbal, A.S., Mohammad, A., Khan, A.R., Rasool, N., Saleem, H., Noor, F. and Faizi, S, *Hypotensive activity and toxicology of constituents from root bark of Polyalthia longifolia var. pendula*. *Phytotherapy Research*, 2005, Vol.19, hal 881-884.
25. Malairajan P., Gopalkrishnan G., Narasimhan S., Veni K, *Evaluation of anti-ulcer activity of Polyalthia longifolia (Sonn.) Thwaites in experimental animals*. *Indian Journal of Pharmacology*, 2008, Vol.40 (3), hal 126-128
26. Sahidhara, koneni V., Suriya P. Singh., Anuj Srivastava., Anju Pur, *Identification Of The Antioxidant Principles of Polyalthia longifolia var. pendula Using TEAC Assays*. *Natural Product Research*, 2000. Vol.25 (9), hal.918-926.
27. Jothy, S.L., Y.S.Choong., D.Saravanan., S.Deivanal, *Polyalthia longifolia Sonn: an Ancient Remedy to Explore for Nover Therapeutic Agent*, *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Science*, 2013, Vol.4 Issue 1, hal.714-730.
28. Markham, K.R, *Techniques of Flavonoid Identification (Cara Mengidentifikasi Flavonoid)*, terjemahan Dr. Kosasih Padmawinata dan Dra. Sofia Niksolihin, Bandung : Penerbit ITB, 1988.

# PRODUKSI BIOMASSA DAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN EKSTRAK KASAR METANOL MIKROALGA *Spirulina platensis* YANG DIKULTIVASI PADA MEDIA YANG BERBEDA

Prayoga Wibhawa Nu Tursedhi, Elida Mardiah\*, Zulkarnain Chaidir

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

\*Email: elidamardiah@gmail.com

**Abstrak:** Penelitian ini bertujuan untuk melihat produksi biomassa mikroalga *Spirulina platensis* yang dikultivasi pada beberapa media dan aktivitas antioksidan ekstrak kasar mikroalga dari masing-masing media. Ekstrak kasar *Spirulina platensis* diperoleh melalui maserasi dengan pelarut metanol dengan bantuan sonikator. Aktivitas antioksidan dilakukan dengan mengukur IC<sub>50</sub> dengan metode spektrofotometri menggunakan 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH). Hasil penelitian menunjukkan produksi biomassa *Spirulina platensis* pada media BBM, pupuk Growmore (N:P:K = 6:30:30; 10:55:10; 20:20:20; 32:10:10), dan BBM+air kelapa berturut-turut adalah 0,425; 0,264; 0,302; 0,399; 0,403; dan 0,433 g/L. Berdasarkan perhitungan persen inhibisi diketahui bahwa nilai IC<sub>50</sub> terbaik didapatkan dari ekstrak *Spirulina platensis* pada medium BBM+air kelapa (67,011 mg/L) yang menunjukkan kemampuan ekstrak untuk menghambat radikal bebas paling besar dibandingkan dengan ekstrak pada media lain.

**Kata kunci:** *Spirulina platensis*, nutrien, biomassa, IC<sub>50</sub>

## 1. Pendahuluan

Radikal bebas dapat menyebabkan stress oksidatif yang memengaruhi terjadinya berbagai penyakit degeneratif seperti kanker, jantung koroner, dan penuaan dini. Antioksidan diperlukan dari luar tubuh melalui makanan atau asupan nutrisi lainnya karena tubuh tidak mempunyai sistem pertahanan antioksidan dalam jumlah berlebih. Antioksidan adalah senyawa yang pada konsentrasi rendah dapat mencegah atau memperlambat reaksi oksidasi yang disebabkan oleh radikal bebas. Jenis antioksidan yang banyak digunakan dalam industri pangan umumnya merupakan antioksidan sintetis seperti Propil Galat (PG), *Tertiary Butylhydroquinone* (TBHQ), *Butylated Hydroxy Toluene* (BHT), dan *Butylated Hydroxy Anisole* (BHA). Penggunaan antioksidan sintetis sebagai bahan pangan tidak direkomendasikan oleh Departemen Kesehatan karena diduga bersifat karsinogenik<sup>1,2</sup>.

Mikroalga diketahui dapat menggantikan peran bahan sintetis yang berbahaya bagi tubuh. Mikroalga kaya akan sumber karbohidrat, protein, enzim dan serat, vitamin dan mineral seperti vitamin

A,C,B1,B2,B6, iodin, kalium, magnesium, dan kalsium. Mikroalga juga memproduksi biopigmen yaitu klorofil, karoten, zeaxantin, cantaxantin, astaxantin, dan

fikosianin yang dapat berperan sebagai antioksidan. Selain biopigmen senyawa golongan tanin, fenolik, flavonoid, dan saponin juga diketahui memiliki aktivitas antioksidan<sup>3,4</sup>.

Banyak peneliti melaporkan aktivitas antioksidan mikroalga, di antaranya pada *Botryococcus*, *Dunaliella*, *Haematococcus*, *Chlorella*, *Nannochloropsis*, dan *Spirulina*. Ekstrak etanol dari *Spirulina* dilaporkan memiliki aktivitas antioksidan lebih tinggi dibandingkan dengan *Nannochloropsis* dan *Chlorella* namun masih lebih rendah dibandingkan dengan ekstrak metanol *Spirulina*<sup>5</sup>.

*Spirulina platensis* merupakan mikroalga dari kelas *Cyanophyceae*. Bentuk *Spirulina platensis* menyerupai benang yang merupakan rangkaian sel yang berbentuk silinder dengan dinding sel berdiameter 1-12 µm. Mikroalga ini berwarna hijau gelap atau hijau kebiruan yang merupakan hasil kombinasi dari pigmen klorofil yang berwarna hijau dan fikosianin yang berwarna biru sehingga digolongkan ke dalam *blue-green algae*. *Spirulina platensis* dapat hidup pada lingkungan terestrial, air payau, air laut hingga danau-danau bergaram, lingkungan basa dengan pH antara 7,2-11 dan suhu antara 25-35 °C. Kondisi pH basa memberikan keuntungan dari sisi budidaya karena relatif tidak mudah terkontaminasi

oleh mikroalga lain, yang pada umumnya hidup pada pH yang lebih rendah atau lebih asam<sup>6,7</sup>.

Biomassa mikroalga dapat diperbanyak dengan menggunakan teknik kultur. Keberhasilan teknik kultur bergantung pada kesesuaian antara jenis mikroalga yang dibudidayakan dan beberapa faktor lingkungan. Salah satu faktor yang penting untuk pemanfaatan mikroalga adalah media kultur. Media mengandung makronutrien dan mikronutrien yang dibutuhkan untuk pertumbuhan mikroalga. Mikroalga dapat dikultur dalam berbagai jenis media sintetik seperti *Bold Basal Medium* (BBM), Walne, Conwy, Zarouk, Guillard maupun media alami seperti limbah cair pengolahan kelapa sawit, limbah cair tahu dan tapioka, dan ekstrak tauge. Media lain yang sering digunakan berasal dari golongan pupuk pertanian seperti ZA, TSP, urea, dan NPK<sup>8,9,10</sup>.

Hambatan dalam menggunakan media sintetik adalah kesulitan untuk mendapatkan bahan baku serta harga yang cenderung mahal dibandingkan dengan media alami. Pupuk Growmore merupakan pupuk tanaman yang diketahui memiliki komposisi hampir sama dengan medium BBM. Pupuk Growmore juga mudah didapatkan dengan harga yang lebih murah dibandingkan medium BBM.

Salah satu bahan alami yang berpotensi sebagai media alternatif adalah air kelapa tua. Air kelapa tua kurang populer dibandingkan air kelapa muda karena kelapa muda bagian daging buah dan airnya dapat dikonsumsi secara langsung. Sementara itu kelapa tua hanya bagian daging buahnya saja yang sering dimanfaatkan dalam bentuk tepung kelapa, kelapa parut, santan, atau kopra, sedangkan pemanfaatan air kelapa tua masih terbatas diolah menjadi nata de coco dan kebanyakan terbuang sebagai limbah padahal air kelapa tua masih memiliki nilai gizi. Hasil analisis menunjukkan air kelapa tua mengandung glukosa, fruktosa, sukrosa, lemak, protein, mineral (K,Na, Mg,Fe,Ca,P,Cu), vitamin (C,B1,B2,B3,B5). Beberapa peneliti telah menggunakan air kelapa sebagai media pertumbuhan mikroalga namun terkendala oleh proses pengasaman air kelapa yang relatif cepat, oleh karena itu pada penelitian ini air kelapa digunakan hanya sebagai campuran dalam medium BBM<sup>11,12,13</sup>.

Untuk mengetahui medium mana yang dapat memproduksi mikroalga secara optimum, maka *Spirulina platensis* dikultivasi pada media pupuk Growmore dengan perbandingan N:P:K yang bervariasi, BBM+air kelapa, dan BBM sebagai standar. Aktivitas antioksidan dari masing-masing kultur diuji dengan metode spektrofotometri dengan reagen *1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl* (DPPH)<sup>14</sup>.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Alat

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: perlengkapan kultivasi (aerator, selang akuarium, botol kaca 500 mL), peralatan gelas (erlenmeyer, petridish, gelas ukur, labu ukur, batang pengaduk, tabung reaksi, pipet tetes, pipet takar), botol vial, spektrofotometer UV-Vis *Thermo Scientific Genesys 20*, sonikator, pH meter, oven, *autoclave*, *freezer*, mikroskop cahaya, neraca analitik, dan *microplate*.

### 2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain mikroalga *Spirulina platensis*, medium BBM, metanol, asam askorbat, reagen DPPH, pupuk Growmore (N:P:K = 6:30:30; 10:55:10; 20:20:20; 32:10:10), air kelapa tua, akuades, dan KOH.

### 2.3 Prosedur Penelitian

#### 2.3.1 Identifikasi mikroalga *S. platensis*

Isolat mikroalga yang diperoleh dari Laboratorium Biokimia Universitas Andalas dilihat morfologinya menggunakan mikroskop cahaya dengan pembesaran 1000x, kemudian morfologinya tersebut dicocokkan dengan morfologi *S. platensis* pada literatur.

#### 2.3.2 Preparasi *S. platensis*

Mikroalga *S. platensis* dikultivasi dalam medium BBM (dibuat dari NaNO<sub>3</sub> 10 mL/L, MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O 10 mL/L, NaCl 10 mL/L, K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 10 mL/L, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 10 mL/L, CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 10 mL/L, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 1 mL/L, *trace element* 1 mL/L, EDTA 1 mL/L, *Fe-solution* 1 mL/L), medium pupuk Growore (dibuat dari 0,2 g/L pupuk, NaCl 10 mL/L), dan medium BBM+air kelapa (dibuat dari medium BBM, air kelapa 10 mL/L). Media diautoclave selama 1 jam dan didinginkan hingga suhu kamar. Setelah itu media ditambahkan KOH hingga pH 9,5<sup>15</sup>.

#### 2.3.3 Kultivasi mikroalga *S. platensis*

Kultivasi dilakukan dengan menambahkan inokulum sebanyak 15-20% dari volume medium ke dalam botol kaca 500 mL berisi medium. Kultur selanjutnya diletakkan di tempat yang terkena cahaya matahari. Penentuan *Optical Density* (OD) dilihat menggunakan spektrofotometer pada panjang gelombang 680 nm. Karakter pertumbuhan mikroalga dianalisis dengan kurva pertumbuhan yang dibuat berdasarkan data yang diperoleh. Dari data tersebut diketahui waktu yang dibutuhkan oleh mikroalga untuk mencapai pertumbuhan optimum (puncak populasi) sehingga diketahui waktu terbaik pemanenan.

#### 2.3.4 Pemanenan mikroalga *S. platensis*

Pemanenan dilakukan pada hari ke-10 yaitu saat akhir fase eksponensial. Biomassa mikroalga *S. platensis* diendapkan kemudian dipindahkan ke dalam petidish dan dikeringanginkan. Setelah itu biomassa digerus untuk mendapatkan bubuk mikroalga dan kemudian ditimbang.

#### 2.3.5 Ekstraksi mikroalga *S. platensis*

Mikroalga diekstraksi dengan menambahkan 10 mL metanol ke dalam 0,4 g biomassa, disonikasi selama 480 detik lalu dimaserasi selama satu hari. Ekstraksi diulang hingga supernatan berwarna bening ketika ditambahkan metanol. Supernatan yang berwarna pekat dikumpulkan dan kemudian dikeringanginkan. Ekstrak lalu digerus dan disimpan dalam botol gelap.

#### 2.3.6 Uji aktivitas antioksidan

Aktivitas antioksidan ekstrak metanol mikroalga *S. platensis* diuji dengan metode 1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl (DPPH). Sebanyak 10 mg dilarutkan dalam metanol kemudian dibuat seri konsentrasi dari 12,5; 25; 50; 100; 200 mg/L. Sebanyak 2 mL ekstrak dari tiap seri konsentrasi sampel ditambahkan 3 mL larutan DPPH 0,1 mM (dibuat dengan melarutkan 10 mg DPPH dalam 250 mL metanol). Setelah diinkubasi selama 30 menit pada suhu ruang, absorban diukur pada panjang gelombang 517 nm. Sebagai kontrol negatif digunakan metanol dengan pengerjaan yang sama dan sebagai blanko digunakan metanol tanpa penambahan larutan DPPH. Untuk membandingkan aktivitas antioksidan ekstrak sampel digunakan

asam askorbat dengan pengerjaan sama. Persen inhibisi dihitung dengan rumus:

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

Dimana:

Absorban kontrol : DPPH+metanol

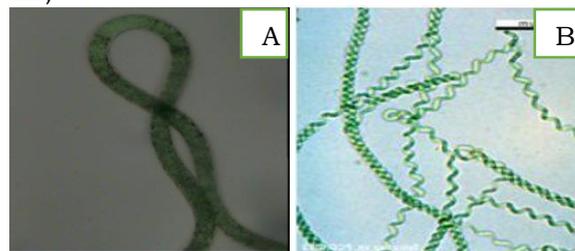
Absorban sampel : DPPH+metanol+sampel

Data persentase inhibisi digunakan untuk mencari nilai *Inhibition Concentration 50* (IC<sub>50</sub>) dalam mg/L. Nilai IC<sub>50</sub> ditentukan dengan analisis persamaan regresi linier sederhana menggunakan *Microsoft Excel*.

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Morfologi mikroalga *S. platensis*

Berdasarkan identifikasi morfologi yang telah dilakukan dilihat bahwa *S. platensis* yang berbentuk filamen spiral merupakan kultur tunggal bebas dari kontaminasi (Gambar 1A) dan morfologinya sama dengan *S. platensis* dari literatur (Gambar 1B).



**Gambar 1.** (A) Morfologi *S. platensis* pembesaran 1000x (B) morfologi *S. platensis* dari Koru<sup>12</sup>

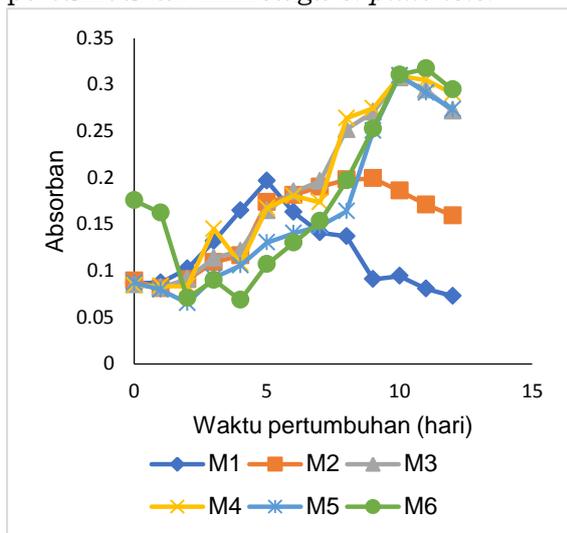
Kontaminan dapat menghambat pertumbuhan sel karena jenis kontaminan seperti fitoplankton akan berkompetisi dengan *Spirulina* untuk memperebutkan nutrisi, sedangkan kontaminan zooplankton akan memakan sel mikroalga.

#### 3.2 Pertumbuhan Mikroalga *S. platensis*

Kurva pertumbuhan mikroalga *S. platensis* pada media yang berbeda dapat dilihat pada Gambar 2. Hasil penelitian menunjukkan setiap kultur mengalami fase lag terlebih dahulu pada 2 hari periode awal pengamatan. Pada fase lag sel melakukan penyesuaian dengan lingkungan baru dan terjadi penundaan pertumbuhan sel. Kultur yang dikultivasi pada medium M6 mengalami penurunan nilai absorban pada fase lag karena air kelapa yang menyebabkan kultur keruh akhirnya terurai sehingga kultur menjadi bening dan nilai absorban menurun.

Fase eksponensial kultur terjadi pada hari ke-3 hingga hari ke-10 (M3, M4, M5,

M6). Pada kultur M1 dan M2 fase eksponensial hanya terjadi hingga hari ke-5 meskipun pertumbuhan kultur M2 mencapai puncaknya pada hari ke-9. Pada fase ini pertumbuhan dan aktivitas sel dalam keadaan maksimum di mana sel terus bereproduksi didukung oleh nutrisi, pH, dan intensitas cahaya pada medium yang masih dapat memenuhi kebutuhan fisiologis *Spirulina platensis*<sup>16</sup>. Medium M1 memiliki kadar nitrogen yang rendah sehingga proses fotosintesis tidak optimal dan mengakibatkan pertumbuhannya kurang maksimum. Medium M2 memiliki kadar nitrogen yang rendah, namun memiliki kadar fosfor cukup tinggi sehingga pertumbuhannya lebih baik dibandingkan kultur M1. Pertumbuhan terbaik dicapai oleh kultur M6, kandungan nutrisi seperti mineral (Ca,Na,Mg,Fe,Cu,S), gula, protein, asam lemak, dan vitamin C,B kompleks dalam air kelapa mampu meningkatkan pertumbuhan mikroalga *S. platensis*.

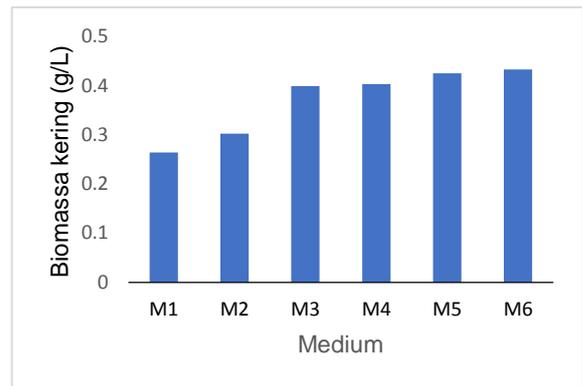


**Gambar 2.** Kurva pertumbuhan *Spirulina platensis* dalam media yang berbeda

Keterangan:  
 M1=Growmore 6:30:30; M2=Growmore 10:55:10;  
 M3=Growmore 20:20:20; M4=Growmore 32:10:10; M5=BBM (standar);  
 M6=BBM+air kelapa

### 3.3 Pemanenan Mikroalga *S. platensis*

Produksi biomassa tertinggi dicapai oleh kultur M6 (0,4332 g/L) (Gambar 3), akan tetapi hasilnya tidak terlalu signifikan dibandingkan biomassa pada medium BBM (0,4258 g/L).



**Gambar 3.** Produksi biomassa mikroalga *Spirulina platensis*

Keterangan:  
 M1=Growmore 6:30:30; M2=Growmore 10:55:10;  
 M3=Growmore 20:20:20; M4=Growmore 32:10:10; M5=BBM (standar);  
 M6=BBM+air kelapa

Biomassa mikroalga yang dikultivasi dalam media pupuk Growmore cenderung lebih rendah dibandingkan dengan kultur yang dikultivasi dalam medium BBM. Meskipun memiliki komposisi yang hampir sama, konsentrasi nutrisi pupuk Growmore lebih rendah dibandingkan dengan konsentrasi nutrisi BBM, terutama nitrogen dan fosfor yang dibutuhkan dalam metabolisme sel. Nitrogen dan fosfor berperan sebagai penyusun senyawa protein dalam sel, sehingga kekurangan kedua unsur tersebut menyebabkan sel-sel mikroalga mengalami penurunan kandungan protein yang pada umumnya diikuti oleh degradasi berbagai komponen sel yang berkaitan dengan sintesis protein, termasuk klorofil dan pigmen lainnya<sup>16</sup>. Jika proses sintesis biopigmen terganggu maka proses fotosintesis akan terhambat dan sel tidak mampu tumbuh secara maksimum sehingga biomassa yang dihasilkan sedikit. Nutrien lain seperti Mg dan Fe juga berperan penting karena berfungsi sebagai unsur penyusun dan kofaktor pembentuk klorofil. Akan tetapi pemberian nutrisi harus disesuaikan dengan kebutuhan mikroalga. Pemberian pupuk Growmore dengan konsentrasi terlalu tinggi menyebabkan mikroalga tidak tumbuh dan akhirnya mati, ini disebabkan karena nutrisi berlebih dapat menghambat proses metabolisme mikroalga karena kelebihan nutrisi merupakan racun bagi organisme perairan<sup>17</sup>.

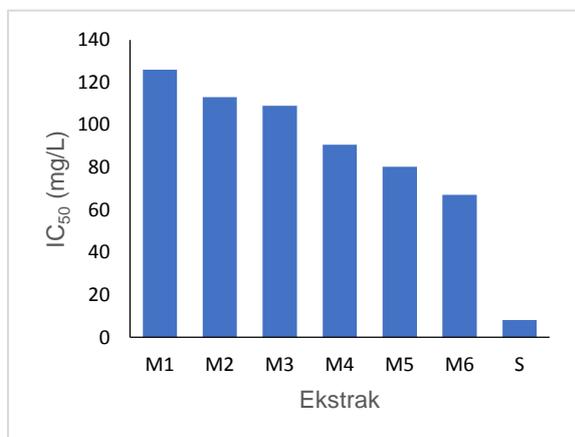
Produktivitas pupuk Growmore dapat dikatakan cukup baik karena mampu menghasilkan biomassa sebesar 0,3995 g/L (M3) dan 0,4038 g/L (M4), hasil ini

tidak terpaut jauh dibandingkan produksi biomassa dalam medium BBM (0,4258 g/L). Dengan perbandingan harga beli dan penggunaan pupuk yang relatif sedikit (0,2 g/L), pupuk Growmore dapat menjadi media alternatif untuk memproduksi mikroalga dengan biaya yang lebih rendah dibandingkan dengan media sintetik.

### 3.4 Aktivitas Antioksidan Ekstrak Metanol *S. platensis*

Ekstrak *S. platensis* dalam pelarut metanol berwarna hijau, ketika direaksikan dengan reagen DPPH terjadi perubahan warna larutan DPPH dari ungu tua menjadi kuning pucat. Perubahan warna DPPH terjadi karena adanya senyawa yang dapat memberikan hidrogen kepada radikal DPPH (1,1-diphenil-2-pikrilhidrazil) sehingga tereduksi menjadi DPPH-H (1,1-diphenil-2-pikrilhidrazilin).

Ekstrak M6 memiliki  $IC_{50}$  sebesar 67,011 mg/L, paling rendah dibandingkan ekstrak lainnya (Gambar 4). Nilai  $IC_{50}$  berbanding terbalik dengan aktivitas antioksidan. Semakin rendah nilai  $IC_{50}$  maka semakin kuat aktivitas antioksidannya. Nilai  $IC_{50}$  ekstrak M6 adalah 67,011 mg/L, berarti konsentrasi 67,011 mg/L ekstrak M6 dapat menghambat 50% aktivitas radikal bebas DPPH. Secara spesifik suatu senyawa dikatakan sebagai antioksidan sangat kuat jika nilai  $IC_{50}$  kurang dari 50 mg/L, kuat untuk  $IC_{50}$  antara 50-100 mg/L, sedang jika  $IC_{50}$  bernilai 100-150 mg/L, dan lemah jika  $IC_{50}$  bernilai 150-200 mg/L. Berdasarkan hasil penelitian ekstrak M1, M2, dan M3 tergolong sebagai antioksidan sedang, sementara ekstrak M4, M5, dan M6 tergolong sebagai antioksidan kuat<sup>18</sup>.



**Gambar 4.** Nilai  $IC_{50}$  ekstrak metanol *S. platensis* dalam medium yang berbeda

Keterangan:

M1=Growmore 6:30:30; M2=Growmore 10:55:10; M3=Growmore 20:20:20; M4=Growmore 32:10:10; M5=BBM (standar); M6=BBM+air kelapa; S= asam askorbat

Kebutuhan nutrisi erat kaitannya dengan aktivitas antioksidan, jika nutrisi tercukupi mikroalga dapat melakukan metabolisme sel di mana sebagian produk metabolit tersebut yang berperan sebagai antioksidan. Pada umumnya aktivitas antioksidan *S. platensis* disebabkan oleh kandungan biopigmen dan senyawa metabolit sekunder. Biopigmen yang dapat terekstraksi oleh metanol adalah golongan non polar yang terdiri atas klorofil dan karotenoid. Meskipun pemanenan dilakukan pada akhir fase eksponensial, proses pengendapan mikroalga sebelum dikeringkan membutuhkan waktu sedikitnya dua hari sehingga pada rentang waktu tersebut tidak menutup kemungkinan terjadi pembentukan senyawa metabolit sekunder. Senyawa metabolit sekunder yang berperan dapat berupa tanin, flavonoid, saponin, atau fenol.

### 4. Kesimpulan

Proses kultivasi paling baik dicapai mikroalga *S. platensis* dalam medium BBM+air kelapa, menghasilkan biomassa sebanyak 0,4322 g/L. Dengan perbandingan harga serta mudah didapat, pupuk Growmore 32:10:10 dapat menjadi medium alternatif karena mampu menghasilkan biomassa sebanyak 0,4038 g/L, tidak jauh selisihnya dengan standar medium BBM 0,4258 g/L. Aktivitas antioksidan ( $IC_{50}$ ) terbaik ditemukan pada ekstrak yang dikultivasi dalam medium BBM+air kelapa dengan nilai 67,011 mg/L. Dalam penelitian ini diketahui bahwa kandungan nutrisi berpengaruh terhadap produksi biomassa dan aktivitas antioksidan mikroalga *S. platensis*.

### 5. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Ibu Elida Mardiah dan Bapak Zulkarnain Chaidir selaku pembimbing penulisan juga disampaikan kepada Bapak Abdi Dharma yang membantu dalam perolehan bahan serta kepada Laboratorium Biokimia Universitas Andalas yang membantu dalam perolehan kultur dan fasilitas penelitian.

## Referensi

1. Prakash, A 2001 'Antioxidant Activity', *Analytical Progress*, vol. 19, 2-8.
2. Werdhasari, A, 2014 'Peran antioksidan bagi kesehatan', *Jurnal Biotek Medisiana Indonesia*, vol. 3, no. 2, 59-68.
3. Fithriani, D, Amini, S, Melanie, S, & Susilowati, R 2015, 'Uji fitokimia, kandungan total fenol dan aktivitas antioksidan mikroalga *spirulina* sp., *chlorella* sp., dan *nannochloropsis*', *JPB Kelautan dan Perikanan*, vol. 10, no. 2, 101-109.
4. Priyadarshani, I, & Rath, B 2012 'Commercial and industrial applications of microalgae – a review', *Journal Algal Biomass*, vol. 3, no. 4, 9-100.
5. Sedjati, S, Yudiati, E, & Suryono, 2012 'Profil pigmen polar dan non polar mikroalga laut *spirulina* sp. dan potensinya sebagai pewarna alami', *Ilmu Kelautan*, vol. 17, no. 3, 76-181.
6. Koru, E 2012 'Food additive in earth food spirulina (arthrospira): production and quality standarts', *INTECH*, 191-202.
7. Chen, F, 2013 'High cell density culture of microalgae in heterotrophic growth', *Trends in Biotechnology*, vol. 14, 421-426.
8. Koru, E 2012 'Food additive in earth food spirulina (arthrospira): production and quality standarts', *INTECH*, 191-202.
9. Sari, F, Suryajaya, I, & Hadiyanto 2012 'Kultivasi mikroalga *spirulina platensis* dalam media pome dengan variasi konsentrasi pome dan komposisi jumlah nutrisi', *Jurnal Teknologi Kimia dan Industri*, vol. 1, no. 1, 487-494.
10. Suantika, G, & Hendrawandi, D 2009 'Efektivitas teknik kultur menggunakan sistem kultur statis, semi-kontinyu, dan kontinyu terhadap produktivitas dan kualitas kultur *spirulina* sp', *Jurnal Matematika dan Sains*, vol. 14, no. 2, 41-50.
11. Jean, W, Yong, H, Ge, L, Ng, Y, & Tam, S 2009 'The chemical composition and biological properties of coconut (*cocos nucifera* L.) water', *Molecules*, vol. 14, 5144-5164.
12. Tan, T, Cheng, L, Bhat, R, Rusul, G, & Easa, A 2014 'Composition, physiochemical properties and thermal inactivation kinetics of polyphenol oxidase and peroxidase from coconut (*cocos nucifera*) water obtained from immature, mature, and overly-mature coconut', *Food Chemistry*, vol. 142, 121-128.
13. Jadid, R, Dewiyanti, I, & Nurfadillah, 2017 'Penambahan air kelapa pada media pertumbuhan populasi *nannochloropsis* sp.', *Jurnal Ilmiah Mahasiswa Kelautan dan Perikanan Unsyiah*, vol. 2, no. 1, 113-118.
14. Ridlo, A, Sedjati, S, & Supriyantini, E 2015 'Aktivitas antioksidan fikosianin dari *spirulina* sp. menggunakan metode transfer elektron dengan dpph (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil)', *Jurnal Kelautan*, vol. 18, no. 2, 58-63.
15. Zeng, X, Michael, K, Zhang, S, Zhang, X, Wu, M, Chen, X, Ng, I, Jing, K, & Lu, Y 2012 'Autotrophic cultivation of *spirulina platensis* for co<sub>2</sub> fixation and phycocyanin production. *Chemical Engineering Journal*, vol. 183, 192-197.
16. Utomo, N, Winarti, & Erlina, A 2005 'Pertumbuhan *spirulina platensis* yang dikultur dengan pupuk inorganik (urea, tsp dan za) dan kotoran ayam', *Jurnal Akuakultur Indonesia*, vol. 4, no. 1, 41-48.
17. Chrismadha, T, Panggabean, L, & Mardiaty, Y 2006 'Pengaruh konsentrasi nitrogen dan fosfor terhadap pertumbuhan, kandungan protein, karbohidrat dan fikosianin pada kultur *spirulina fusiformis*', *Berita Biologi*, vol. 8, no. 3, 163-169.
18. Molyneux, P 2004 'The use of stable free radical diphenylpicrylhydrazyl (dpph) for estimating antioxidant activity', *Journal of Science and Technology*, vol. 26, no. 2, 211-219.

## MODIFIKASI SILIKA MESOPORI DENGAN ANILIN SEBAGAI SUPPORT KATALIS TEMBAGA(II); SINTESIS DAN KARAKTERISASINYA

Admi\*, Putri Yani, Syukri

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

\*E-mail: [admi\\_unand@yahoo.com](mailto:admi_unand@yahoo.com)

**Abstract:** Modification mesoporous silica with aniline has been done and use as *support* for catalyst copper (II). It can be seen from analysis by FTIR. Whereas the analysis with XRD proved that the structure semicrystalline of mesoporous silica unchanged. AAS measurement results show that the Cu-loading of modified mesoporous silica was better than the amorphous silica and mesoporous silica. Values Cu-leaching of support mesoporous silica modified has a value that is between amorphous silica and mesoporous silica.

**Keywords:** catalyst, Copper (II), mesoporous silica modified, Metal Loading, Metal Leaching

### I. Pendahuluan

Katalis memiliki peran penting dalam berbagai proses industri, seperti industri energi, farmasi dan bahan kimia. Katalis dapat dibedakan menjadi katalis homogen dan katalis heterogen<sup>1</sup>. Heterogenisasi dari katalis homogen sangat penting dalam proses industri, karena heterogenisasi memiliki banyak keuntungan diantaranya mudah dipisahkan dan dapat digunakan kembali<sup>2</sup>. Proses katalitik katalis homogen sangat efisien untuk berbagai macam reaksi, tapi katalis homogen memiliki beberapa kelemahan yaitu kesulitan pemisahan katalis dari produk yang tidak ekonomis dan menyebabkan masalah lingkungan<sup>3</sup>. Untuk mengatasi masalah ini dapat dilakukan heterogenisasi dengan menggunakan *support*, *support* yang sering digunakan adalah material berpori.

Salah satu material mesopori yang berkembang dengan baik adalah silika. Silika menarik karena mempunyai sifat yang stabil secara termal, tidak berbahaya dan murah<sup>4</sup>. Penggunaan silika mesopori telah banyak diteliti. Silika mesopori pertama kali dilaporkan pada tahun 1992. Semenjak

itu terjadi peningkatan signifikan pada kontrol morfologi, penyesuaian ukuran pori, variasi komposisi dan aplikasinya<sup>5</sup>.

Silika memiliki beberapa sifat yang tidak dimiliki oleh senyawa anorganik lainnya, seperti inert, sifat adsorpsi dan pertukaran ion yang baik, mudah dimodifikasi dengan senyawa kimia tertentu untuk meningkatkan kinerjanya, kestabilan mekanik dan termal tinggi, serta dapat digunakan untuk prekonsentrasi atau pemisahan analit karena proses pengikatan analit pada permukaan silika yang bersifat reversibel<sup>6</sup>. Silika merupakan salah satu bahan kimia berbentuk padatan yang banyak dimanfaatkan sebagai *support* katalis, adsorben, *drug delivery*<sup>7-9</sup>. Modifikasi pada silika dapat dilakukan untuk meningkatkan aktifitas katalitiknya<sup>10-14</sup>.

Material silika mesopori yang paling umum digunakan sebagai katalis dan adsorben diantaranya MCM-41 (*Mobile Crystalline of Matter 41*), MCM-48 (*Mobile Crystalline of Matter 48*), SBA-15 (*Santa Barbara Amorphous-15*), dan SBA-16 (*Santa Barbara Amorphous-16*), yang memiliki ukuran pori, luas permukaan, volume pori dan morfologi

pori yang berbeda<sup>15</sup>. MCM-41 memiliki keunggulan pada struktur pori heksagonal yang teratur, distribusi ukuran pori yang sempit dan luas area permukaan yang besar.

Silika mesopori dapat difungsionalisasi dengan material anorganik maupun organik untuk merubah sifat fisika maupun kimia<sup>16</sup>. Kinerja aktivitas katalitik dan fenomena adsorpsi dapat ditingkatkan, sebelumnya telah ada peneliti yang memodifikasi struktur permukaan MCM-41 dengan mengrafting logam seperti Cu, Zn, V, Co, Al, Fe, Ti pada kerangka MCM-41<sup>17-19</sup>. MCM-41 yang telah difungsionalisasikan ini memberi peranan penting dalam aktifitas katalitik, adsorpsi dan pemisahan<sup>20</sup>. Hampir semua jenis logam transisi dan beberapa unsur golongan utama telah dimasukkan ke dalam kerangka molekul mesopori sebagai aktif site untuk meningkatkan aktivitas katalitik dan daya adsorpsinya<sup>21</sup>.

Estu dkk, telah berhasil mensintesis katalis heterogen antara Cu(II) yang diamobilisasi pada silika modifikasi dan telah melakukan uji pendahuluan aktifitas katalitiknya dalam reaksi transesterifikasi. Modifikasi dari silika mesopori dilakukan dengan menggunakan anilin dan BF<sub>3</sub> yang bertujuan agar terbentuk interaksi elektrostatik antara *support* dengan kompleks yang merupakan sisi aktif dari katalis yang dihasilkan<sup>6</sup>. Namun pada penelitian sebelumnya belum dilakukan sintesis logam yang dimodifikasi dengan anilin saja. Anilin dapat menerima proton (H<sup>+</sup>) dari gugus silanol (-Si-OH) pada permukaan silika sehingga terbentuk silika bermuatan negatif (-SiO<sup>-</sup>). Pada penelitian ini dilakukan sintesis katalis heterogen Cu(II) dengan silika mesopori yang dimodifikasi dengan anilin, juga dilakukan sintesis katalis Cu(II) pada *support* silika amorf dan silika mesopori, kemudian dilihat nilai metal *loading* (banyaknya katalis yang tergrfating) untuk masing-masing katalis.

## II. Metodologi Penelitian

### 2.1. Alat dan Bahan

Alatan yang digunakan pada penelitian adalah beberapa peralatan gelas, kondensor, desikator, *autoclave*, timbangan analitik, *magnetic stirrer*, oven dan pH meter. Instrumen yang digunakan berupa *X-Ray Diffraction* (XRD) (*Philips X-pert powder diffractometer*), *Fourier Transform Infra-Red* (FTIR Perkin Elmer 1600 series), *Atomic Absorption Spectroscopy* (Younglin 8020 AAS). Bahan yang digunakan natrium silikat (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) (Merck), cetyltrimethylamonium bromide (CTABr) (C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>N(CH<sub>3</sub>)<sub>3</sub>Br) (Merck), asam asetat glasial (CH<sub>3</sub>COOH) (Merck), anilin (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NH<sub>2</sub>) (Merck), toluena (C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>CH<sub>3</sub>) (Merck), metanol (CH<sub>3</sub>OH) (Merck), asam klorida (HCl), tembaga nitrat (Cu(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.3H<sub>2</sub>O) (Merck), akuades (H<sub>2</sub>O).

### 2.2. Prosedur penelitian

#### 2.2.1. Sintesis Silika Mesopori

Silika mesopori disintesis dengan metode hidrotermal. Bahan-bahan disiapkan dengan perbandingan mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> : CTABr : H<sub>2</sub>O = 1 : 0,53 : 120. Kedalam gelas piala yang telah diisi dengan 133 mL akuades ditambahkan perlahan-lahan 11,86 g CTABr dengan pengadukan yang lambat. CTABr dilarutkan sampai didapatkan campuran bening keputihan. Kedalam larutan CTABr ditambahkan 5,7 mL Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> secara perlahan-lahan sampai terbentuk dispersi koloid. pH koloid dibuat menjadi 11 dengan penambahan asam asetat glasial. Campuran antara larutan template CTABr dengan Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> akan membentuk gel, kemudian gel tersebut didiamkan selama 12 jam pada temperatur ruang. Gel yang terbentuk tersebut dimasukkan kedalam botol polietilen, kemudian botol tersebut dimasukkan kedalam *autoclave* dan dipanaskan pada temperatur 110 °C selama 72 jam (3 hari) di dalam oven. Setelah dikeluarkan dari oven, padatan yang terbentuk didinginkan kemudian disaring. Padatan yang didapatkan didiamkan pada temperatur kamar selama 12 jam, selanjutnya dipanaskan kembali selama 12 jam

pada temperatur 105 °C. Produk yang didapatkan disebut silika mesopori as-sintesis (SM<sub>as</sub>).

#### 2.2.2. Penghilangan Molekul Surfaktan dengan metode ekstraksi

Padatan SM<sub>as</sub> direfluks dengan menggunakan campuran metanol : HCl (perbandingan volume metanol : HCl = 9 : 1) pada temperatur 70°C selama 2 jam. Setelah itu suspensi disaring dan padatan yang didapatkan dicuci dengan metanol sebanyak 2 kali, kemudian dilanjutkan dengan air sebanyak 1 kali. Padatan dikeringkan pada temperatur kamar selama 12 jam dan selanjutnya dipanaskan dalam oven pada temperatur 105°C selama 12 jam untuk menghilangkan sisa air. Padatan yang diperoleh tersebut merupakan silika mesopori [SM]. Silika mesopori [SM] ini dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan FTIR

#### 2.2.3. Modifikasi Silika Mesopori

Sebanyak 4 g padatan SM dipanaskan sambil diaduk selama 3 jam pada temperatur 200°C untuk proses aktivasi dan padatan yang terbentuk disebut silika mesopori aktivasi (SM<sub>a</sub>). Padatan SM<sub>a</sub> ini dilarutkan dengan anilin dalam pelarut toluena dengan rasio mol >SiOH : anilin = 1 : 1,2. Setelah itu distirrer selama 24 jam dengan kecepatan 300 rpm. Suspensi yang terbentuk kemudian disaring, dicuci dengan toluena kemudian dikeringkan dalam desikator. Padatan yang didapatkan adalah silika mesopori modifikasi (SM<sub>mN</sub>). Silika mesopori modifikasi (SM<sub>mN</sub>) ini dikarakterisasi dengan menggunakan XRD dan FTIR.

#### 2.2.4. Amobilisasi Cu(II) pada silika amorf (S<sub>a</sub>), silika mesopori (SM) dan silika Modifikasi (SM<sub>mN</sub>).

0,1 g S<sub>a</sub> disuspensikan pada 10 mL larutan Cu<sup>2+</sup> 0,002 M kemudian distirrer pada temperatur kamar selama 24 jam. Suspensi yang didapatkan disentrifus untuk mendapatkan amobilat silika amorf-Cu(II) (S<sub>a</sub>-Cu(II)). Penentuan logam Cu(II) yang diamobilisasi pada permukaan silika amorf (amobilat) dengan cara mengukur filtrat dengan menggunakan AAS. Prosedur yang

sama juga dilakukan untuk mengamobilisasi Cu(II) pada permukaan SM dan SM<sub>mN</sub>.

#### 2.2.5. Uji Leaching Tembaga (II)

Pengujian kestabilan ketiga amobilat yaitu : S<sub>a</sub>-Cu(II), SM-Cu(II) dan SM<sub>mN</sub>-Cu(II) dengan cara menimbang 0,0050 g masing-masing amobilat yang dilarutkan kedalam 10 mL H<sub>2</sub>O kemudian distirrer selama 24 jam. Suspensi yang terbentuk disentrifus. Filtrat diambil untuk mengukur logam Cu(II) dengan AAS untuk penentuan uji leaching Cu(II) dari amobilat.

### III. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1. Sintesis Silika Mesopori

Silika mesopori disintesis dengan menggunakan metode hidrotermal dengan natrium silikat sebagai sumber silika, *cetyltrimethylammonium bromide* (CTABr) sebagai *template agent* dan akuades sebagai pelarut. Sintesis silika mesopori ini dipengaruhi oleh berbagai faktor seperti surfaktan, waktu dan temperatur sintesis hidrotermal, dan pengkondisian pH. Faktor-faktor tersebut dapat mempengaruhi diameter pori, ketebalan dinding dan struktur dari senyawa akhir<sup>22</sup>. Rasio mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> : CTABr : H<sub>2</sub>O yang digunakan adalah 1 : 0,53 : 120. Mol Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub> dlebihkan dari mol CTABr karena ion-ion silikat akan membentuk jaringan SiO<sub>2</sub>. Jika mol SiO<sub>2</sub> sedikit maka silika mesopori yang dihasilkan akan memiliki dinding pori yang tipis, sehingga akan mengurangi sifat mekanik dari silika mesopori tersebut<sup>23</sup>.

CTABr merupakan surfaktan yang bertindak sebagai tempat pengarah (prekursor) susunan heksagonal silika mesopori dengan cara membentuk misel<sup>24</sup>. Pada konsentrasi terendah, surfaktan akan ada sebagai monomer dalam larutan. Dengan meningkatnya konsentrasi surfaktan membuat pembentukan misel menjadi lebih mudah, misel mula-mula berbentuk *spherical*. Peningkatan konsentrasi lebih lanjut menimbulkan agregasi pada misel dan dapat mengakibatkan

pemanjangan misel untuk membentuk batangan dalam larutan. Kenaikan lebih lanjut pada konsentrasi surfaktan menimbulkan aglomerasi pada misel berbentuk *spherical* ataupun silinder menjadi *rod-like micelles* dalam fasa heksagonal. Ketika penambahan silika pada sistem anion, silika melapisi permukaan dari misel surfaktan melalui ion - exchange. Silika ini membungkus misel kemudian membentuk fasa heksagonal yang terlihat pada produk akhir<sup>25</sup>. Padatan yang terbentuk disebut produk silika mesopori as-sintesis ( $SM_{as}$ ) dengan masih adanya CTABr pada porinya.

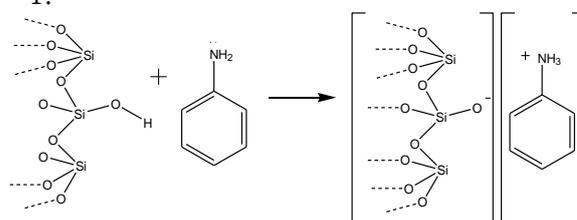
Penghilangan *template* CTABr yang ada pada pori produk as-sintesis ini dilakukan dengan cara direfluks menggunakan campuran pelarut metanol : HCL. Metode ini dinamakan dengan metode ekstraksi. Proses ekstraksi ini akan melarutkan surfaktan (CTABr) yang terikat pada pori. Metanol berfungsi untuk melarutkan senyawa organik atau surfaktan sedangkan asam klorida berfungsi untuk memutuskan ikatan antara surfaktan dengan dinding dari silika dan melarutkan senyawa anorganik sisa reaksi yaitu NaBr. Kelebihan penghilangan *template* dengan metoda ekstraksi adalah dinding dari silika mesoporinya masih utuh dibandingkan dengan metoda kalsinasi<sup>26</sup>. Jika dilakukan penghilangan *template* dengan menggunakan metoda kalsinasi akan menyebabkan dinding dari silika mesoporinya tipis. Hasil dari ekstraksi ini didapatkan padatan silika mesopori (SM) yang berwarna putih.

### 3.2 Modifikasi Silika mesopori

Silika mesopori memiliki sisi asam yang kurang bagus, untuk meningkatkan sifat dari silika mesopori tersebut dapat dilakukan dengan berbagai metode diantaranya adalah dengan memodifikasi permukaan silika mesopori<sup>27</sup>. Modifikasi dilakukan untuk membentuk interaksi elektrostatis antara *support* silika mesopori dengan logam tembaga yang merupakan sisi aktif dari katalis yang dihasilkan. Modifikasi silika pada penelitian ini

dilakukan dengan menggunakan anilin dalam pelarut toluena. Anilin merupakan basa bronsted yang mempunyai kemampuan menerima proton dari gugus silanol ( $>Si-OH$ ) pada silika sehingga membentuk silika bermuatan negatif  $[Si-O]^-$  pada permukaan silika<sup>28</sup>. Proses modifikasi dilakukan dengan terlebih dahulu melakukan aktivasi pada silika dengan cara memanaskan silika mesopori pada suhu  $200^{\circ}C$ . Aktivasi ini dilakukan dengan tujuan membuka pori dan menghilangkan pengotor yang ada pada permukaan silika.

Silika aktivasi ditambahkan dengan anilin dalam pelarut toluena, jumlah mol anilin yang digunakan lebih banyak dari mol  $>SiOH$  supaya anilin bisa menerima semua  $H^+$  yang terikat pada  $>SiOH$ . Silika mesopori yang berwarna putih membentuk suspensi berwarna coklat setelah ditambahkan anilin dan toluena. Toluena berperan sebagai pelarut anilin tapi tidak melarutkan silika. Campuran silika anilin ini disaring sehingga didapatkan endapan dari silika yang berwarna putih. Endapan dicuci dengan toluena untuk melarutkan senyawa organik yang terdapat pada endapan. Endapan yang terbentuk ini merupakan silika mesopori yang dimodifikasi disebut dengan  $SM_mN$ . Permukaan pori dari silika ini termodifikasi oleh anilin. Adapun skema reaksi pembentukan silika mesopori modifikasi pada gambar 1.



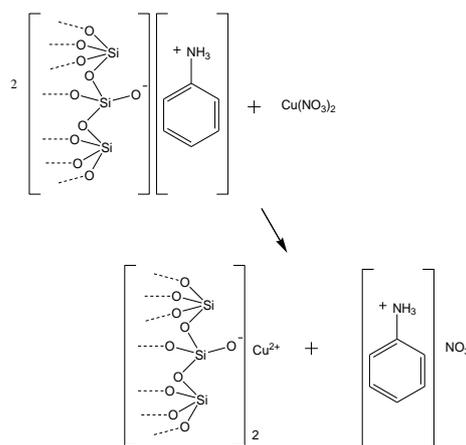
**Gambar 1.** Mekanisme modifikasi silika mesopori dengan anilin.

### 3.3. Amobilisasi $Cu(II)$ pada silika amorf ( $Sa$ ), silika mesopori ( $SM$ ) dan silika Modifikasi ( $SM_mN$ ).

Luas permukaan, interaksi permukaan yang berbeda dari silika amorf dengan

silika mesopori dan silika mesopori modifikasi akan memberikan pengaruh yang berbeda saat diamobilisasi. Silika amorf memiliki luas permukaan yang lebih kecil dibandingkan dengan silika mesopori karena pada silika amorf hanya terdapat pori eksternal sedangkan silika mesopori mempunyai pori eksternal dan juga pori internal yang memperbesar luas permukaan<sup>29</sup>. Antara silika mesopori dengan silika modifikasi juga memiliki perbedaan karena modifikasi pada permukaan dari pori dengan senyawa organik dapat merubah sifat fisika dan kimianya<sup>30</sup>. Pada silika mesopori terdapat gugus silanol Si-O-H sedangkan pada silika mesopori modifikasi silika mesopori menjadi bermuatan negatif Si-O<sup>-</sup>. Dengan berbedanya sifat dari masing-masing support maka dilakukan amobilisasi katalis tembaga pada support silika amorf, silika mesopori dan juga silika mesopori modifikasi untuk mengetahui mana support yang bagus. Katalis tembaga diamobilisasi pada permukaan support dengan mereaksikan tembaga nitrat dengan akuades yang berperan sebagai pelarut. Pelarut yang digunakan akuades karena kelarutan dari tembaga nitrat dapat larut dengan mudah didalam akuades. Larutan dicampurkan dengan support supaya logam tembaga dapat berinteraksi dengan permukaan dari support. Amobilisasi logam tembaga yang dilakukan pada support S<sub>a</sub>, SM, SM<sub>m</sub>N menghasilkan katalis heterogen S<sub>a</sub>-Cu(II), SM-Cu(II) dan SM<sub>m</sub>N-Cu(II). Amobilisasi katalis tembaga pada ketiga support ini dilakukan untuk membandingkan nilai *metal loading* dan *leaching* dari masing-masing support. Banyaknya logam yang tergrafting pada masing-masing support bisa berbeda karena interaksi logam tembaga pada ketiga support berbeda. Dimana di asumsikan banyak logam yang tergrafting pada permukaan silika mesopori modifikasi lebih banyak karena permukaannya sudah dimodifikasi menyebabkan ion logam yang bermuatan positif lebih banyak terikat pada permukaan. Pada silika modifikasi (SM<sub>m</sub>N) ion Cu<sup>2+</sup> berikatan dengan dua buah >Si-O<sup>-</sup> sehingga

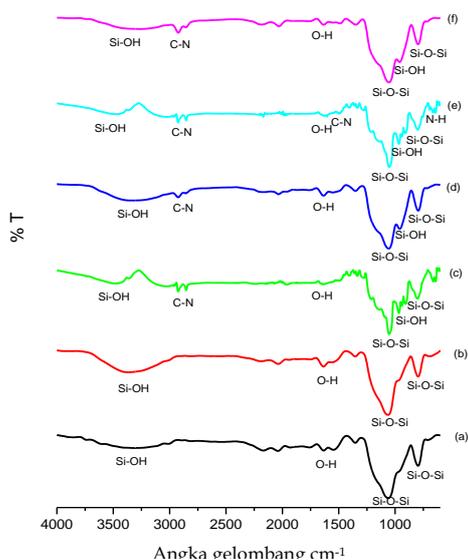
didapatkan SM<sub>m</sub>N-Cu(II). Untuk mengetahui *metal loading* dan *metal leaching* dari logam pada ketiga support dilakukan analisis dengan menggunakan AAS. adapun mekanisme grafting logam pada permukaan silika mesopori modifikasi dapat dilihat pada gambar 2.



**Gambar 2.** Mekanisme amobilisasi logam tembaga pada silika modifikasi anilin

### 3.2 Hasil Analisis dengan Fourier Transform Infra-Red (FT-IR)

Spektroskopi infrared adalah teknik yang berdasarkan pada vibrasi atom dalam molekul. FTIR digunakan untuk mengidentifikasi material, menentukan komposisi dari campuran, dan membantu memberikan informasi dalam memperkirakan struktur molekul<sup>12</sup>. Spektra FTIR dari silika amorf (S<sub>a</sub>), silika amorf tembaga(II) (S<sub>a</sub>-Cu(II)), silika mesopori (SM), SM-Cu(II), silika modifikasi (SM<sub>m</sub>N) dan SM<sub>m</sub>N-Cu(II) dapat dilihat pada gambar dibawah.



**Gambar 3.** Spektrum FTIR dari (a)  $S_a$  (b)  $S_a$ -Cu(II) (c) SM (d)  $SM_mN$ -Cu(II) (e)  $SM_mN$  (f)  $SM_mN$ -Cu(II)

Pita serapan utama yang menunjukkan gugus fungsi pada silika adalah pada angka gelombang 1130-1000  $cm^{-1}$  yang merupakan pita serapan spesifik dari  $>Si-O-Si<$  *asymmetric stretching* dan pada angka gelombang 3700 - 3200  $cm^{-1}$  adalah pita serapan spesifik  $>Si-OH$  *stretching* dari silanol. Untuk ketiga support yang diuji yaitu  $S_a$ , SM dan  $SM_mN$  terdapat pola-pola pita serapan utama yang menunjukkan *stretching* gugus silanol ( $>Si-OH$ ) pada angka gelombang 3315  $cm^{-1}$ , 3495  $cm^{-1}$ , dan 3474  $cm^{-1}$ , pita serapan kedua menandakan vibrasi *asymmetric stretching* gugus siloksan ( $>Si-O-Si<$ ) pada angka gelombang 1061  $cm^{-1}$ , 1054  $cm^{-1}$ , dan 1053  $cm^{-1}$ , yang diperkuat dengan pita serapan pada angka gelombang 796  $cm^{-1}$ , 800  $cm^{-1}$ , dan 799  $cm^{-1}$  yang mengindikasikan vibrasi *stretching symmetric* ( $>Si-O-Si<$ ) dari gugus siloksan. Selain itu juga terdapat pita serapan pada angka gelombang 1930  $cm^{-1}$ , 1963  $cm^{-1}$ , dan 1965  $cm^{-1}$  mengindikasikan  $SiO_2$  overtone. Pita serapan pada angka gelombang 1630  $cm^{-1}$ , 1635  $cm^{-1}$ , dan 1604  $cm^{-1}$  mengindikasikan *stretching* O-H dari H-O-H dari molekul air yang terserap pada proses pengerjaan[30]. Pita serapan pada angka gelombang 966  $cm^{-1}$ , dan 966  $cm^{-1}$  yang

mengindikasikan vibrasi Si-OH untuk SM dan  $SM_mN$ .

Terdapat perbedaan pita serapan antara silika mesopori (SM) dibandingkan dengan pita serapan silika amorf ( $S_a$ ). Perbedaan terdapat pada angka gelombang 2852  $cm^{-1}$  yang mengindikasikan *bending* C-H serta pada angka gelombang 2924  $cm^{-1}$  yang merupakan vibrasi *stretching*  $-CH_2$ . Adanya pita serapan pada daerah tersebut menandakan masih adanya surfaktan CTABr pada pori dari silika mesopori. Proses pengilangan surfaktan dengan metoda ekstraksi, meskipun sudah dibantu dengan refluks masih menyisakan surfaktan pada permukaan pori. Ini didukung oleh penelitian sebelumnya yang tidak bisa menghilangkan surfaktan 100%. Tapi proses penghilangan surfaktan dengan metoda ekstraksi ini memiliki keunggulan pada dinding porinya yang masih utuh, jika penghilangan surfaktan menggunakan metoda kalsinasi menyebabkan dinding dari permukaan pori tidak utuh.

Silika modifikasi memiliki perbedaan pita dengan silika mesopori yang menandakan proses modifikasi dengan anilin telah terjadi yaitu adanya pita serapan pada angka gelombang 1499  $cm^{-1}$  yang merupakan pita serapan dari *stretching* C-N aromatis dari molekul anilin, ini menandakan anilin ikut berpartisipasi sebagai basa bronsted yang berfungsi mengaktifkan spesies silanol pada permukaan silika modifikasi sehingga didapatkan gugus  $-[SiO^-]$ , pita serapan tersebut menandakan proses modifikasi telah berhasil. Data serapan anilin juga diperkuat dengan munculnya pita serapan pada angka gelombang 799  $cm^{-1}$ , yang menunjukkan adanya vibrasi *wagging*  $NH_2$ .

Keberhasilan proses amobilisasi dapat dilihat dari spektrum FTIR sebelum pengraftingan dan setelah pengraftingan. Masuknya logam kedalam pori eksternal dan internal dapat dilihat dari pergeseran spektrum menyeluruh. Adanya logam tembaga

pada silika amorf membuat pita serapan bergeser ke arah bilangan gelombang yang lebih besar, pita serapan bergeser dari  $3315\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3365\text{ cm}^{-1}$ . Terjadinya pergeseran ke bilangan gelombang yang lebih besar menandakan semakin sulitnya vibrasi dari molekul. Keberadaan ion logam pada permukaan silika amorf menyebabkan fibrasi menjadi terganggu.

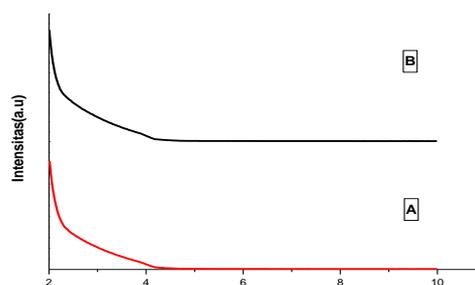
Keberhasilan proses amobilisasi pada silika mesopori dapat dilihat pada gambar 3c dan d. Terjadi pergeseran pita serapan dari  $3339\text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3495\text{ cm}^{-1}$  menandakan logam Cu(II) telah tergrafting pada permukaan silika mesopori. Pada silika modifikasi juga terjadi pergeseran pita serapan dari angka gelombang  $3474\text{ cm}^{-1}$  ke  $3263\text{ cm}^{-1}$  yang menandakan telah tergraftingnya Cu(II) pada permukaan silika mesopori. Adanya ion Cu(II) pada permukaan *support* ini menyebabkan adanya polarisasi dari ion sehingga menyebabkan sampel sedikit lebih mudah berfibrasi yang ditandai dengan bergesernya pita serapan ke arah angka gelombang yang lebih kecil. Keberhasilan juga dapat dilihat dari pengurangan intensitas vibrasi OH yang menandakan  $\text{H}^+$  telah digantikan oleh Cu(II).

### 3.3. Hasil Analisis dengan X-Ray Diffraction (XRD)

Analisis menggunakan X-Ray Diffraction (XRD) bertujuan untuk mengetahui fasa dan ketebalan yang terbentuk dari hasil sintesis. Silika mesopori yang digunakan sebagai *support* memiliki fasa semikristalin, pola difraksi untuk silika mesopori dapat diamati pada daerah sudut kecil (*small angle*)  $1^\circ - 4^\circ$  pada daerah  $2\theta$ . Munculnya puncak kuat yang lebar pada daerah tersebut mengindikasikan terbentuknya silika mesopori. Pada gambar 4.a dapat dilihat bahwa pola difraksi dari silika mesopori yang didapatkan mirip dengan pola difraksi yang didapatkan oleh Sri wahyuni dkk [46].

Gambar 4.b merupakan difraktogram untuk silika modifikasi,

dari gambar dapat dilihat bahwa pola difraksi dari silika mesopori dengan silika modifikasi tidak berubah hanya terjadi penurunan intensitas yang menandakan telah termodifikasinya permukaan silika mesopori dan terjadinya pergeseran ke arah  $2\theta$  yang lebih besar karena berkaitan dengan ukuran pori dari silika.

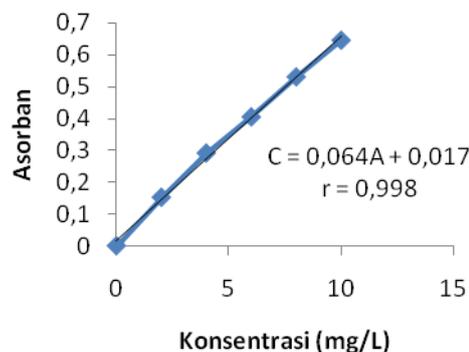


**Gambar 4** Difraktogram dari silika mesopori dan silika modifikasi.

Pola difraktogram yang sama dari silika mesopori dengan silika modifikasi menandakan setelah dilakukannya modifikasi struktur pori dari silika masih tetap sama dan modifikasi tidak merusak pori dari silika mesopori.

### 3.4. Hasil Analisis dengan Atomic Absorption Spectroscopy (AAS)

Analisis menggunakan AAS pada sintesis katalis teramobilisasi bertujuan untuk menentukan kadar ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  yang terdapat dalam amobilat (*metal loading*) dan menentukan kadar ion logam  $\text{Cu}^{2+}$  setelah uji kestabilan amobilat yang dihasilkan (*metal leaching*).



**Gambar 5.** Kurva kalibrasi larutan standar Cu

Berdasarkan kurva kalibrasi larutan standar pada gambar 5 didapatkan nilai koefisien korelasi ( $r$ ) 0,998. Setelah dilakukan uji statistik dengan menggunakan tingkat kepercayaan 99%, maka persamaan regresi larutan standar ini dapat digunakan karena nilai  $r$  hitung  $>$   $r$  tabel.

Hasil metal loading dan metal leaching dari logam tembaga pada ketiga support yang digunakan dapat dilihat pada tabel dibawah ini.

**Tabel 1.** Nilai metal loading dan leaching pada support katalis.

No	Amobilat	Metal loading <sup>1</sup>	Metal leaching <sup>2</sup>
1	S <sub>a</sub> -Cu(II)	8,01 %	0,0037%
2	SM-Cu(II)	33,74%	0,028%
3	SM <sub>m</sub> N-Cu(II)	43,34%	0,01%

$$^1\text{Metal loading} = \frac{\text{jumlah logam dalam amobilat (g)}}{\text{jumlah logam mula-mula (g)}} \times 100\%$$

$$^2\text{Metal leaching} = \frac{\text{jumlah logam yang terlarut (g)}}{\text{jumlah amobilat (g)}} \times 100\%$$

Silika modifikasi (SM<sub>m</sub>N) sebagai *support* menghasilkan nilai metal loading yang lebih besar dibandingkan dengan silika mesopori (SM) dan silika amorf (S<sub>a</sub>). Ini disebabkan karena silika modifikasi permukaannya sudah dimodifikasi dengan menggunakan anilin yang dapat menerima H<sup>+</sup> dari gugus silanol sehingga membentuk silika yang bermuatan negatif [ $>$ Si-O]<sup>-</sup> menyebabkan logam lebih mudah terikat pada permukaan silika modifikasi. Semakin besar nilai metal loading akan semakin banyak Cu yang berinteraksi dengan *support*, sehingga sangat bagus digunakan sebagai katalis. Nilai metal loading dari *support* SM lebih kecil dari SM<sub>m</sub>N karena porinya belum dimodifikasi menyebabkan logam tidak begitu

mudah untuk berikatan dengan permukaan silika, tapi nilai metal loadingnya jauh lebih besar dibandingkan dengan S<sub>a</sub> karena pori dari silika mesopori lebih seragam dari pada pori dari S<sub>a</sub>. Adanya logam yang *terloading* pada *support* ini dapat dilihat dari hasil FTIR dimana terjadi pengurangan intensitas pita serapa untuk gugus silanol. *Metal loading* yang meningkat setelah dilakukan modifikasi pada *support* dapat dikaitkan dengan selektifitas katalis, karena logam yang ada pada *support* lebih banyak.

*Leaching* merupakan proses lepasnya ion logam yang telah berinteraksi dengan *support* ke dalam pelarut. Uji *leaching* ini dilakukan untuk mengetahui kestabilan dari ion logam Cu<sup>2+</sup> dalam berinteraksi dengan *support*. Semakin rendah nilai *leaching* maka semakin sedikit ion logam yang lepas kepelarut, sedangkan jika semakin besar nilai *leaching* nya maka semakin besar ion logam yang lepas dari amobilat. Dari tabel 1 diketahui nilai metal leaching logam Cu<sup>2+</sup> dari suport S<sub>a</sub> sebesar 0,00037 %, SM 0,028 %, SM<sub>m</sub>N 0,01%. Nilai metal leaching Untuk SM<sub>m</sub>N berada diantara S<sub>a</sub> dan SM. Nilai metal leaching yang besar dari SM menandakan Ion logam kurang stabil berikatan dengan permukaan pori ini karena masih adanya CTABr pada permukaan porinya. Nilai metal loading yang rendah dari 10% menandakan katalis dengan *support* tersebut stabil dan interaksi antara *support* dan logam kuat, sehingga dapat digunakan sebagai katalis heterogen.

Hasil dari *metal loading* dan *leaching* dari logam tembaga dengan berbagai *support* dibandingkan dengan beberapa logam dapat dilihat pada tabel dibawah.

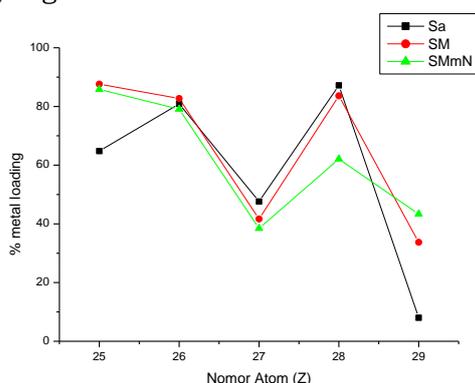
**Tabel 2.** Perbandingan nilai metal loading dan metal leaching dengan beberapa logam.

No	Amobilat	% Metal loading	% Metal leaching
1	S <sub>a</sub>		
	S <sub>a</sub> -Mn <sup>1</sup>	64,80	0,0066
	S <sub>a</sub> -Fe <sup>2</sup>	89,90	0,015
	S <sub>a</sub> -Co <sup>3</sup>	45	0,09

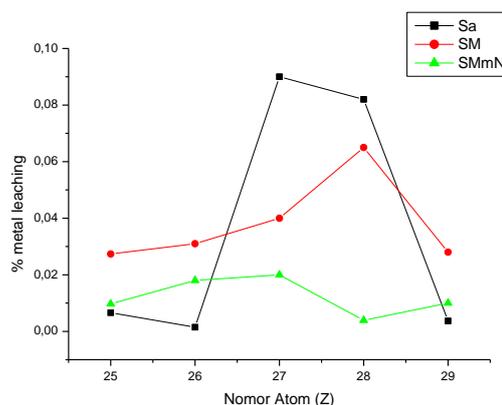
	S <sub>a</sub> -Ni <sup>4</sup>	87,19	0,0082
	S <sub>a</sub> -Cu	8,01	0,0037
2	SM		
	SM-Mn <sup>1</sup>	87,62	0,02737
	SM-Fe <sup>2</sup>	42,72	0,031
	SM-Co <sup>3</sup>	41,67	0,04
	SM-Ni <sup>4</sup>	83,62	0,065
	SM-Cu	33,74	0,028
3	SM <sub>m</sub> N		
	SM <sub>m</sub> N-Mn <sup>1</sup>	85,83	0,0097
	SM <sub>m</sub> N-Fe <sup>2</sup>	79,09	0,018
	SM <sub>m</sub> N-Co <sup>3</sup>	38,48	0,02
	SM <sub>m</sub> N-Ni <sup>4</sup>	62,10	0,039
	SM <sub>m</sub> N-Cu	43,34	0,01

<sup>1</sup> Pebrika dkk, <sup>2</sup> Meza dkk, <sup>3</sup> Thalabul dkk, <sup>4</sup> Dina dkk.

Pada tabel diatas dapat dilihat bahwa nilai metal *loading* yang paling tinggi untuk S<sub>a</sub> adalah logam Ni sedangkan untuk SM dan SM<sub>m</sub>N metal *loading* paling besar adalah logam Mn. Untuk metal *leaching* yang paling kecil untuk S<sub>a</sub> adalah logam Cu. Dari tabel diatas dapat dilihat nilai metal *loading* katalis tembaga relatif rendah dibandingkan dengan nilai metal *loading* dari katalis logam transisi lain seperti Ni, Co, Fe, dan Mn hal ini di asumsikan karena Cu<sup>2+</sup> memiliki keelektropositifan yang lebih kecil dibandingkan dengan logam yang lain. Menyebabkan logam relatif lemah terikat pada *support* dibandingkan dengan logam dengan keelektropositifan yang lebih besar.



**Gambar 6.** Perbandingan nilai metal *loading* pada ketiga *support*



**Gambar 7.** Perbandingan nilai metal *leaching* pada ketiga *support*

Berdasarkan gambar diatas nilai metal *loading* pada *support* SM dan SM<sub>m</sub>N nilai metal *loading* paling tinggi terdapat pada logam Mn<sup>2+</sup>, nilai metal *loading* yang paling rendah untuk *support* S<sub>a</sub> dan SM adalah logam Cu<sup>2+</sup>. ini dikarenakan ion mangan memiliki keelektropositifan yang lebih besar menyebabkan ion logam ini lebih kuat berinteraksi dengan gugus bermuatan negatif dari SiO<sup>-</sup>. Sedangkan logam Cu<sup>+2</sup> mempunyai keelektropositifan yang paling kecil, menyebabkan nilai metal *loading*nya relatif kecil dibandingkan logam lain. Untuk *support* SM<sub>m</sub>N metal *loading* yang paling rendah pada logam Co<sup>2+</sup>. Hal ini diasumsikan karena logam Co<sup>+2</sup> kurang stabil menyebabkan logam ini relatif lebih rendah terloading dibandingkan logam lain. Dari grafik diatas dapat dilihat nilai metal *loading* dan metal *leaching* pada ketiga *support* yang didapatkan bervariasi.

#### IV. Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa modifikasi silika mesopori dengan anilin tidak mengganggu struktur semikristalin dari silika mesopori dimana hal ini dapat dilihat dari hasil analisis dengan XRD. Proses modifikasi dan grafting logam Cu(II) dapat dibuktikan dengan FTIR. Modifikasi pada silika juga dapat meningkatkan nilai metal *loading* dari katalis. Hasil pengukuran dengan AAS menunjukkan bahwa nilai Cu-*loading* dari silika mesopori modifikasi ini (43%)

lebih baik dibandingkan dengan silika amorf dan silika mesopori (8% dan 33%). Untuk nilai Cu-leachingnya, support silika mesopori modifikasi mempunyai nilai leaching yang berada diantara silika amorf dan silika mesopori (0,01% berbanding 0,0037 dan 0,028%).

## V. Ucapan terima kasih

Ucapan terima kasih kepada analis laboratorium Kimia Material yang telah membantu dalam penelitian ini.

## Referensi

1. Fernandez, R. B., **2010**, Penggunaan Kompleks Logam Transisi Sebagai Katalis Heterogen dalam Berbagai Macam Reaksi kimia. Program Studi Kimia Pascasarjana Universitas Andalas – Journals Review . Padang.
2. Tang, D., Zhang, L., Zhang, Y., Zhen-An, Q., Liu, Y., and Huo, Q., **2012**, Mesoporous Silica Nanoparticles Immobilized Salicylaldehyde Cobalt Complexes as High Efficient Catalysts for Polymerization of 1,3-butadiene, *J. of Colloid and Interface Science* , 369, 338–343.
3. Ren, Y., Yue , B., Gu, M., and He, H., **2010**, Progress of the Application of Mesoporous Silica-Supported Heteropolyacids in Heterogeneous Catalysis and Preparation of Nanostructured Metal Oxides, *Materia* , 3, 764-785.
4. Nandiyanto, A. B. D., Kim, S.G., Iskandar, F., and Okuyama, K., **2009**, Synthesis of spherical mesoporous silica nanoparticles with nanometer-size controllable pores and outer diameters, *Microporous and Mesoporous Materials*, 120, 447–453.
5. Huirache-Acuña, R. Nava, R., Peza-Ledesma L. C., Lara-Romero, J., Alonso-Núñez, G., Pawelec, B., and Rivera-Muñoz, M.E., **2013**, SBA-15 Mesoporous Silica as Catalytic Support for Hydrodesulfurization Catalysts, *Materials*, 6, 4139-4167.
6. Admi, Widi. E., Syukri. **2015**, Sintesis dan Karakterisasi Katalis Cu(II) Yang diamobilisasi pada Silika Modifikasi. *J. Kimia Unand (ISSN No. 2303-3401)*, Volume 4 Nomor 1, 116-122.
7. Afriani S. R., Syukri, dan Arief, S., **2014**, Sintesis dan karakterisasi katalis Fe(II) yang diamobilisasi pada silika modifikasi dan uji pendahuluan aktifitas katalitiknya dalam reaksi transesterifikasi. *J. Kimia Unand (ISSN No. 2303-3401)*, Volume 3, Nomor 4: 29-35.
8. Ho, K.Y., McKay, G., and Yeung, K.L., **2003**, Selective adsorbents from ordered mesoporous silica. *Langmuir*, 19, 3019–3024.
9. C.Y. Li, N. Qi, Z.W. Liu, B. Zhou, Z.Q. Chen, and Z. Wang., **2016**, Effect of synthesis temperature on the ordered pore structure in mesoporous silica studied by positron annihilation spectroscopy, *Applied Surface Science*, 363: 445–450.
10. Delia, I., Admi, dan Syukri, **2012**, Penentuan Kondisi Optimum Aktifitas Katalitik Fe(II)-Asetonitril yang diamobilisasi pada Silika Modifikasi dalam Reaksi Transesterifikasi, *J. Kimia Unand*, Volume 1 Nomor 1: 13-20.
11. Fauzan, R., Syukri, dan Emdeniz, **2012**, Optimasi Aktifitas Katalitik Co(II) Asetonitril yang diamobilisasi pada Silika Modifikasi dalam Reaksi Transesterifikasi. *J. Kimia Unand*, Volume 1 Nomor 1: 106-113.
12. Noerma S. F. N., Syukri, dan Zulhadjri, **2013**, Penentuan kondisi optimum aktivitas katalitik Mangan(II) yang digrafting pada silika modifikasi. *J. Kimia Unand (ISSN No. 2303-3401)*, Volume 2 Nomor 1: 46-53.
13. Sari, R. M., Darajat, S., Arief, S., dan Admi, **2013**, Penentuan Kondisi Optimum Aktifitas Katalitik Ni(II)-Asetonitril yang diamobilisasi pada Silika Modifikasi untuk Reaksi Transesterifikasi, *J. Kimia Unand (ISSN No. 2303-3401)*, Volume 2 Nomor 1: 59-67.

14. Munawan, A., Syukri, Emdeniz, dan Efdi, M, **2014**, Uji Pendahuluan Aktivitas Katalitik Katalis Mangan (II) Yang diamobilisasi pada Silika Modifikasi dalam Reaksi Transesterifikasi, *J. Kimia Unand (ISSN No. 2303-3401)*, Volume 3, Nomor 3:6-11.
15. Y. Li, N. Qi, Z.W. Liu, B. Zhou, Z.Q. Chen, dan Z. Wang, Effect of synthesis temperature on the ordered pore structure in mesoporous silica studied by positron annihilation spectroscopy. *Applied Surface Science*, 363 :445-450.
16. Laghaeia, M., Sadeghia, M., Ghaleib, B., dan Dinari, M, **2016**, The effect of various types of post-synthetic modifications on the structure and properties of MCM-41 mesoporous silica. *Progress in Organic Coatings*, 90: 163-170.
17. Rath, D., Rana, S., and Parida, K. M, **2014**, Organic amine-functionalized silica-based mesoporous materials: an update of syntheses and catalytic applications. *RSC Adv*, 4:57111-57124.
18. Li, y., Feng, Z., Lian, Y., Sun, K., Zhang, L., Jia, G., Yang, Q., and Li, C, **2005**, Direct synthesis of highly ordered Fe-SBA-15 mesoporous materials under weak acidic conditions. *Microporous and Mesoporous Materials* 84: 41-49
19. Sahoo, D. P., Rath, D., Nanda, B., and Parida, K. M, **2015**, Transition metal/metal oxide modified MCM-41 for pollutant degradation and hydrogen energy production: a review. *RSC Adv*, 5: 83707-83724.
20. Nanda, B., Amaresh, C., Pradhan, and Parida, K.M., **2016**, A comparative study on adsorption and photocatalytic dye degradation under visible light irradiation by mesoporous MnO<sub>2</sub> modified MCM-41 nanocomposite, *Microporous and Mesoporous Materials*, Volume 226: Pages 229-242.
21. Qin, J., Li, B., Zhang, B., Wei, Han, C., and Liu, J, **2015**, Synthesis, characterization and catalytic performance of well-ordered mesoporous Ni-MCM-41 with high nickel content, *Microporous and Mesoporous Materials*, 208: 181-187.
22. Blin, J., L., Harrier, G., Otjacqueus, C., and Bao-Lian So, **2000**, New Way to Synthesize: MCM-41 and MCM-48 Material with Tailored Pore Size, *Studies in Surface Science and Catalysis*, 129, 57-66.
23. Ortiz, H., I., M., Silva, A., M., Cerda, L., A., G., Castruita, G., and Mercado, Y., A., P., **2012**, Hydrothermal Synthesis of Mesoporous Silica MCM-41 Using Commercial Sodium Silicate, *J. Mex. Chem. Soc*, 57, 73-79.
24. Lestari, F., A., dan Ediati, R., **2011**, Sintesis dan Karakterisasi Katalis Zr-Al-MCM-41 dengan Metode Hidrotermal, *Prosiding Skripsi Semester Gasal, Institut Teknologi Sepuluh Nopember*.
25. Edler, K., J., **1997**, Template Induction of Supramolecular Structure: Synthesis and Characterisation of the Mesoporous Molecular Sieve, MCM-41, *Tesis*, Research School of Chemistry, Australian National University.
26. Wahyuni, S., Syukri, S., dan Admi, A., **2015**, Sintesis dan Karakterisasi Silika Mesopori secara hidrotermal; Komparasi antara Kalsinasi dan Ekstraksi pada Penghilangan Molecular Templating Agent. *J. Kimia Unand*.
27. Ahmad, A., H., M., Rasid., A., H., Fadzil., S., H., Rashid., and Kassim, **2011**, Synthesis and characterization of CuO<sub>2</sub>(acac)<sub>2</sub> supported on functionalized MCM-41 containing thiourea ligand, *2nd International Conference on Chemistry and Chemical Engineering Singapore*.
28. Munawan, A., Syukri, Emdeniz, and Efdi, **2014**, M., Uji Pendahuluan Aktivitas Katalitik Katalis Mangan(II) yang di Amobilisasi pada Silika Modifikasi dalam Reaksi Transesterifikasi. *J. Kimia Unand*, 3, 6-11.

29. Ubaid, A., dan Munasir, **2016**, Pengaruh Variasi *Aging* Terhadap Porositas Nanosilika sebagai Adsorben Gas Nitrogen, *Jurnal Inovasi Fisika Indonesia (IFI)*, Volume 05 Nomor 01, 1 – 6.
30. Laghaeia, M., Sadeghia, M., Ghaleib, B., and Dinari, M., **2016**, The effect of various types of post-synthetic modifications on the structure and properties of MCM-41 mesoporous silica, *Progress in Organic Coatings*, 90, 163–170.

# PEMANFAATAN LIMBAH INDUSTRI *Virgin Coconut Oil* (VCO) di PADANG SUMATERA BARAT SEBAGAI BAHAN BAKU MAKANAN KESEHATAN

Mitra Oktaviyanti Putri Gulo, Sumaryati Syukur\*, Zulkarnain Chaidir

Laboratorium Biokimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

\*Email: sumaryatisyukur\_unand@yahoo.co.id

**Abstrak:** Industri pengolahan kelapa khususnya pengolahan minyak murni kelapa (*Virgin Coconut Oil*) yang bermanfaat menurunkan kadar kolesterol, diabetes, menyembuhkan luka dan manfaat lainnya menghasilkan produk samping berupa ampas kelapa. Selama ini pemanfaatan ampas kelapa hanya digunakan sebagai pakan ternak. Sampai saat ini, belum ada yang melakukan modifikasi dari ampas kelapa yang akan dijadikan bahan baku makanan kesehatan, untuk itu dilakukanlah penelitian tentang komposisi kimia dari ampas kelapa tersebut. Pada penelitian ini, ditentukan beberapa parameter dari ampas kelapa yang telah diolah menjadi tepung antara lain kadar air dengan metoda gravimetri begitu juga dengan kadar abu, sedangkan kadar lemak dengan metoda ekstraksi sokletasi, kadar serat kasar dengan metoda *crude fiber*, kadar protein dengan metoda Kjeldahl dan kadar karbohidrat dengan metoda *by different*. Berdasarkan data hasil penelitian, ampas kelapa yang telah dimodifikasi rata-rata mengandung kadar air 2,5%, kadar abu 0,3%, kadar lemak kasar 36,9%, kadar serat kasar 77,2%, kadar protein kasar 2,6%, dan kadar karbohidrat 57,6%. Dari hasil analisis yang telah dilakukan ampas kelapa modifikasi dapat dijadikan bahan baku makanan kesehatan.

**Kata Kunci:** *virgin coconut oil*, ampas kelapa modifikasi, komposisi kimia, makanan kesehatan

## 1. Pendahuluan

Tanaman kelapa (*Cocos nucifera L.*) adalah tanaman tropis yang memiliki sejarah penggunaan etnofarmakologis yang panjang di masyarakat Sumatera Barat<sup>1</sup>. Tanaman kelapa merupakan tanaman serbaguna atau tanaman yang mempunyai nilai ekonomi tinggi. Tanaman ini menghasilkan buah sepanjang tahun. Seluruh bagian pohon kelapa dapat dimanfaatkan untuk kepentingan manusia karena hampir seluruh bagian dari pohon, akar, batang, daun dan buahnya dapat dipergunakan untuk kebutuhan manusia sehari-hari. Daging buah kelapa dapat diolah menjadi beraneka ragam produk, seperti pada bagian yang diparut, daging kelapa dapat diolah menjadi santan atau *coco milk* dan produk lain dari olahan parutan kelapa seperti minyak kelapa *virgin coconut oil* yang telah diproduksi di Padang Sumatera Barat<sup>2</sup>. Hasil olahan dari pembuatan minyak kelapa *virgin coconut oil* yang bermanfaat menyembuhkan luka<sup>2</sup> meningkatkan HDL, menurunkan tingkat kolesterol<sup>3,4</sup>, diabetes dan masih banyak lainnya yang menghasilkan produk samping, yaitu ampas kelapa. Selama ini pemanfaatan ampas kelapa hanya digunakan sebagai bahan baku pakan

ternak dan masih dianggap sebagai produk samping yang tidak bernilai. Hasil pengamatan awal dari pengolahan 100 butir kelapa dengan berat daging buah rata-rata 470 g, diolah menjadi minyak kelapa *virgin coconut oil*, diperoleh ampas sekitar 20,50 kg (mengandung serat kasar, karbohidrat, dan *medium chain trygliserid* (MCT) yaitu asam laurat) dan blondo/protein 3,50 kg<sup>5</sup>.

Tepung terigu merupakan tepung yang berasal dari biji gandum yang pemanfaatannya telah terbukti sering digunakan sebagai bahan utama bahan baku makanan. Berdasarkan penelitian Astamawan (2004) mendapatkan karakteristik tepung terigu yaitu kadar air 14%, kadar protein 8-12%, kadar abu 0,66%, gluten 24-36%<sup>6</sup>. Subagyo (2006) melaporkan bahwa analisis hasil penelitian tepung terigu dari biji gandum mengandung kadar air 13%, protein 1,2%, abu 2%, karbohidrat/pati 69,32%, serat 0,4% dan kadar lemak 0,85%<sup>7</sup>. Sedangkan tepung *mocaf* yang berasal dari fermentasi ubi kayu, yang telah lebih dahulu digunakan sebagai alternatif tepung terigu, didapatkan hasil analisis Subagyo (2006) yaitu kadar air 13%, protein 1,0%, abu 0,2%, karbohidrat/pati 82-85%, serat 1,9-

3,4%, dan lemak 0,4-0,8%<sup>7</sup>. Putri M.F (2014) dengan menggunakan metoda yang sama dengan analisis tepung terigu dan tepung *mocaf* mendapatkan karakteristik tepung kelapa mengandung lemak 38,24%, protein 5,79%, serat kasar 15,07%, kadar air 7,00%, kadar abu 0,27% dan karbohidrat 33,64%<sup>8</sup>. Hasil analisis yang dilakukan Rosida (2014) pada tepung ampas kelapa setiap 100 gram mengandung air 4,64 %, lemak 7,98%, protein 16,41%, dan serat kasar 11,77%<sup>9</sup>.

Pemanfaatan ampas kelapa sebagai bahan substitusi makanan kesehatan selama ini belum banyak terungkap. Meskipun ampas kelapa merupakan hasil samping pembuatan santan, namun memiliki kandungan serat kasar cukup tinggi. Serat pangan dalam jumlah yang cukup didalam makanan sangat bagus untuk pencernaan yang baik dalam usus. Serat pangan tidak dapat dicerna dan tidak diserap oleh saluran pencernaan manusia, tetapi memiliki fungsi yang sangat penting bagi pemeliharaan kesehatan, pencegahan penyakit dan sebagai komponen penting dalam terapi gizi<sup>10</sup>. Serat pangan ini juga mengontrol pelepasan glukosa seiring waktu, membantu pengontrolan dan pengaturan diabetes mellitus dan obesitas<sup>11</sup>. Berdasarkan uraian di atas, peneliti tertarik untuk melakukan penelitian mengolah limbah industri *Virgin Coconut Oil* menjadi tepung kelapa dan menentukan karakteristik dari tepung kelapa tersebut serta tepung kelapa dapat menggantikan substitusi tepung terigu dan tepung *mocaf* sebagai bahan baku makanan kesehatan.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu oven, blender, alat pressing, desikator, furnace, alat soklet, labu soklet, alat pengayak/saringan, timbangan analitik, erlenmeyer, gelas ukur, gelas kimia, batang pengaduk, labu kjehdahl, kaca arloji, corong, spatula, labu ukur, hot plate, labu distilasi, kondensor, cawan pengabuan, pipet volumetrik, pipet ukur, pipet tetes, kertas saring.

### 2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu ampas kelapa limbah industri VCO, NaCl 2%, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat, NaOH 50 %, HCl 0,1 N, NaOH 0,1 M, NaOH 0,1 N, heksan, akuades, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,25 %, NaOH 3,25 %, air es, serbuk Zn, K<sub>2</sub>S 4%, indikator metil merah, selenium

### 2.3 Prosedur Penelitian

#### 2.3.1 Pembuatan tepung kelapa

Ampas kelapa yang digunakan merupakan limbah atau *by product* dari industri VCO (*Virgin Coconut Oil*). Ampas kelapa yang akan digunakan dibersihkan terlebih dahulu, setelah itu dihaluskan menggunakan blender dan air panas. Sebelum ampas kelapa digunakan, ampas kelapa dipressing menggunakan alat pemeras santan sederhana untuk menghilangkan lemak, minyak dan air. Ampas kelapa yang telah dipressing, dibersihkan dengan merendamnya dengan air garam atau NaCl 2% selama 30 menit. Ampas kelapa yang telah bersih dikeringkan menggunakan api kecil selama 2-3 dengan suhu 37 °C pada wadah terbuka dan terkontrol. Setelah ampas kelapa kering dihaluskan kembali menggunakan blender. Hasil penggilingan tersebut kemudian disortasi menggunakan ayakan ukuran 40 mesh atau 425 µm.

#### 2.3.2 Analisis kadar air

Sampel sebanyak 3-5 g ditimbang dan dimasukkan dalam cawan dan ditimbang sampai beratnya tetap. Sampel dimasukkan ke dalam oven, dipanaskan dengan suhu 105°C selama 10 menit. Dimasukkan kedalam desikator, diamankan sampai dingin. Sampel yang telah dingin kemudian ditimbang. Percobaan dilakukan sebanyak tiga kali hingga didapatkan berat konstan<sup>13</sup>.

$$\% \text{ Kadar air} = \frac{B-C}{B-A} \times 100\%$$

A = Berat cawan kosong

B = Berat cawan + contoh awal

C = Berat cawan + contoh kering

#### 2.3.3 Analisis kadar abu

Sampel ditimbang sebanyak 1-5 gram. Disiapkan cawan pengabuan, kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 100-150°C selama 30 menit, dan dinginkan dalam desikator. Setelah sampel dingin, sampel dibakar dengan furnace hingga menjadi abu dengan suhu awal suhu ruangan lalu suhu dinaikkan secara perlahan-lahan pada suhu 800 °C selama 4 menit dan kembali diturunkan pada suhu 40 °C. Percobaan dilakukan sebanyak tiga kali hingga didapatkan berat konstan<sup>12</sup>.

$$\% \text{ Kadar abu} = \frac{\text{Berat abu}}{\text{Berat sampel}} \times 100\%$$

Berat abu :  
 (Berat cawan+sampel setelah dikeringkan) –  
 (Berat cawan kosong)

Berat sampel :  
 (Berat cawan+sampel sebelum dikeringkan)  
 - (Berat cawan kosong)

#### 2.3.4 Analisis kadar lemak kasar

Labu soklet disiapkan, dikeringkan dalam oven bersuhu 105°C selama sekitar 15 menit. Dinginkan dalam desikator dan ditimbang berat labu soklet. Ditimbang 3-5 gram sampel, dimasukan kedalam selongsong kertas saring yang dialasi dengan kapas. Sampel diberi kode dengan menggunakan pensil. Selongsong kertas yang berisi sampel disumbat dengan kapas, lalu dikeringkan dalam oven pada suhu tidak lebih dari 50°C selama ± 1 jam. Setelah itu dimasukan kedalam alat soklet yang telah dihubungkan ke labu soklet. Lemak dalam ampas kelapa diekstrak dengan heksana selama ± 6 jam. Heksana disuling dan dikeringkan ekstrak lemak dengan hot plate pada suhu 105°C. Pengeringan diulangi hingga beratnya tetap<sup>14</sup>.

$$\% \text{ Kadar lemak kasar} = \frac{Z-X}{Y-X} \times 100\%$$

X = Berat labu  
 Y = Berat labu + sampel awal  
 Z = Berat labu + sampel akhir

#### 2.3.5 Analisis kadar serat kasar

Ampas kelapa yang telah bebas lemak hasil sokletasi ditimbang sebanyak 2-3 gram. Ampas kelapa yang sudah bebas lemak secara kuantitatif dipindahkan ke dalam erlenmeyer 500 ml. Ditambahkan 50 ml larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1,25%, kemudian dididihkan selama 30 menit. Setelah 30 menit, ditambahkan 50 ml NaOH 3,25% dan dididihkan kembali selama 30 menit, dalam keadaan panas, saring dengan corong yang berisi kertas saring yang telah dikeringkan dan diketahui bobotnya. Endapan yang terdapat pada kertas saring dicuci berturut-turut dengan air panas. Kertas saring diangkat beserta isinya, dikeringkan pada suhu 80°C selama 2 jam, dinginkan dalam desikator dan kemudian timbang hingga berat konstan<sup>14</sup>.

$$\% \text{ Kadar serat kasar} = \frac{Y-X}{Z-X} \times 100\%$$

X = berat kertas saring  
 Y = berat kertas saring + sampel akhir  
 Z = berat kertas saring + sampel awal

#### 2.3.6 Analisis kadar protein kasar

Ditimbang 1 g tepung kelapa dan dimasukkan ke dalam labu Kjedahl. Lalu ditambahkan 15 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> pekat dan 1,5 gram selenium. Semua bahan dipanaskan dalam labu Kjedahl dalam lemari asam sampai berhenti berasap. Pemanasan diteruskan dengan api besar sampai mendidih sampai cairan menjadi jernih. Pemanasan diteruskan lebih kurang selama satu jam. Api pemanas dimatikan dan biarkan bahan menjadi dingin. Setelah itu ditambahkan 100 mL aquades dalam labu Kjedahl yang didinginkan dalam air es dan beberapa lempeng Zn, juga ditambahkan 15 mL larutan K<sub>2</sub>S 4% (dalam air) dan akhirnya ditambahkan perlahan-lahan larutan NaOH 50% sebanyak 10 mL yang sudah didinginkan dalam lemari es. Labu Kjedahl dipasang dengan segera pada alat distilasi. Labu Kjedahl dipanaskan perlahan-lahan sampai dua lapisan tercampur, lalu dipanaskan dengan cepat sampai mendidih. Distilat ini ditampung dalam Erlenmeyer yang telah diisi dengan 50 mL larutan standar HCl (0,1 N) dan 5 tetes indikator metil merah. Distilasi dilakukan sampai distilat yang ditampung sebanyak 75 mL. Distilat yang diperoleh dengan standar NaOH (0,1N) dititrasi sampai larutan menjadi kuning. Larutan blanko dibuat dengan mengganti bahan dengan akuades, lakukan destruksi, distilasi, dan titrasi seperti pada bahan sampel<sup>12</sup>.

$$\% \text{ N} = \frac{(\text{ml NaOH blanko} - \text{ml NaOH contoh})}{\text{gram contoh} \times 1000} \times \text{N HCl} \\ \times \text{Fp} \times \text{BM Nitrogen} \times 100\%$$

$$\% \text{ Protein} = \% \text{ N} \times \text{F}$$

F = Faktor konversi protein (6,25)  
 Fp = Faktor pengenceran

#### 2.3.7 Analisis kadar karbohidrat

Kadar karbohidrat didapatkan dengan cara perhitungan kasar (*proximate analysis*) atau metoda *Carbohydrate by different*, didapatkan dari perhitungan 100% - (kadar

air + kadar lemak + kadar protein + kadar abu)<sup>13</sup>.

$$\% \text{ Kadar karbohidrat} = 100\% - \% \text{ kadar (air + abu + protein + lemak)}$$

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Pembuatan tepung kelapa

Berdasarkan hasil penelitian (**Gambar 1**) dapat dilihat bahwa tepung tersebut memiliki karakteristik seperti tepung pada umumnya yaitu berbentuk partikel halus, putih, kering, tidak berbau, tidak menggumpal dan tidak lengket<sup>6</sup>.



**Gambar 1. Tepung Kelapa**

Tepung kelapa yang didapatkan berukuran 425  $\mu\text{m}$  atau setara dengan 40 mesh.

#### 3.2 Analisis kadar air

Penentuan kadar air bertujuan untuk mengetahui kandungan air dalam tepung kelapa. Kandungan air dalam tepung kelapa menentukan *acceptability*, kesegaran dan daya tahan terhadap mikroba dari tepung kelapa.

**Tabel 1.** Data kadar air tepung kelapa

Kode Sampel	Berat Sampel (awal)	Berat Cawan	Berat Cawan + Sampel (akhir)	% Kadar Air
Ulangan 1	3,5575	32,2665	35,6995	3,4996
Ulangan 2	3,4614	32,2763	35,6524	2,4643
Ulangan 3	3,9321	32,3243	36,1994	1,4496
Rata-rata				2,4712

Berdasarkan tabel 1 diatas dapat dilihat bahwa kadar air pada tepung kelapa cukup rendah kurang dari 15%, dimana

berdasarkan literatur apabila kadar air lebih dari 15% menyebabkan tepung kelapa menjadi lembab sehingga cepat rusak (menjadi rusak, ditumbuhi jamur, menggumpal dll)<sup>6</sup>. Kadar air yang didapatkan pada penelitian dengan rata-rata yaitu 2,47% dimana kadar air ini cukup rendah apabila dibandingkan dengan literatur dengan metoda yang sama didapatkan kadar air yaitu 7,00%<sup>6</sup> dan 4,64%<sup>7</sup>. Hal ini terjadi karena pengeringan pada tepung kelapa menyebabkan air menguap dari bahan dan menyebabkan air berdifusi dengan baik dari bagian bahan yang basah ke udara lingkungan, sehingga dihasilkan produk yang kering dengan baik.

#### 3.3 Analisis kadar abu

Kadar abu merupakan kandungan zat anorganik ataupun unsur-unsur mineral yang didapat dari sisa hasil pembakaran pada suatu bahan makanan<sup>10</sup>. Penentuan kadar abu bertujuan untuk mengetahui kandungan komponen anorganik atau mineral dalam tepung kelapa. Penentuan kadar abu menggunakan hasil setelah penentuan kadar air. Kadar abu dapat menentukan baik atau tidaknya suatu pengolahan, mengetahui jenis bahan yang digunakan dan sebagai penentu parameter nilai gizi suatu bahan makanan.

**Tabel 2.** Data kadar abu tepung kelapa

Kode Sampel	Berat Sampel (awal)	Berat Cawan	Berat Cawan + Sampel (akhir)	% Kadar Abu
Ulangan 1	1,0210	24,5807	24,5848	0,4016
Ulangan 2	1,0716	26,0268	26,0304	0,3359
Ulangan 3	1,0940	24,4505	24,4542	0,3382
Rata-rata				0,3586

Berdasarkan tabel 2 diatas dapat dilihat bahwa kadar abu pada tepung kelapa cukup rendah yaitu sekitar 0,3 – 0,4 %, apabila dibandingkan dengan penelitian

yang telah dilakukan sebelumnya dimana kadar abu yang didapatkan yaitu 0,66%<sup>6</sup>. Berdasarkan data kadar abu dapat dikatakan bahwa pengolahan bahan makanan cukup baik, karena nilai kadar abu yang tidak terlalu tinggi. Apabila nilai kadar abu tinggi menandakan proses pengolahan kurang baik karena masih banyak mengandung bahan pengotor yang menyebabkan hasil kadar abu tidak murni.

### 3.4 Analisis kadar lemak kasar

Penentuan kadar lemak kasar bertujuan untuk mengetahui kandungan lemak kasar dalam tepung kelapa. Penentuan kadar lemak kasar dilakukan dengan menggunakan metoda sokletasi. Metoda sokletasi adalah salah satu metoda pemisahan/ekstraksi suatu komponen yang terdapat dalam zat padat dengan cara penyaringan berulang-ulang dengan menggunakan pelarut tertentu. Pada penelitian ini menggunakan pelarut heksana karena komponen yang akan dipisahkan bersifat non polar, titik didih pelarut rendah, pelarut organik yang mudah menguap, toksisitas heksana relatif rendah serta aman untuk bahan makanan seperti tepung kelapa.

**Tabel 3.** Data kadar lemak kasar tepung Kelapa

Kode Sampel	Berat Sampel (awal)	Berat labu	Berat Labu + Sampel (akhir)	% Kadar Lemak Kasar
Ulangan 1	2,2452	106,474	107,319	37,6180
Ulangan 2	2,3022	106,207	107,046	36,4564
Ulangan 3	2,3077	105,756	106,605	36,7855
Rata-rata				36,9533

Berdasarkan data pada tabel 3 diatas, dapat dilihat bahwa rata-rata nilai kadar lemak kasar yaitu 36,9533 % dimana nilai kadar lemak ini cukup tinggi dibandingkan dengan literatur 7,97 %<sup>7</sup>. Di dalam matriks bahan pangan, terdapat protein konjugasi yang dapat berkombinasi dengan lemak

dan juga air yaitu lipoprotein. Kandungan asam lemak tertinggi pada kelapa yaitu asam lemak jenuh laurat yaitu sekitar 44.3-52.1%<sup>11</sup>.

Berkurangnya kadar air pada proses pengeringan memberikan pengaruh pada kandungan lipoprotein ini yang mana berkaitan dengan keberadaan lemak. Selama pengeringan, kemungkinan tidak ada pemutusan ikatan rantai lemak jenuh asam lemak laurat menjadi *short chain fatty acid* (SCFA), karena rantai lemak ini akan terputus oleh enzim lipase pada suhu optimum yaitu pada suhu 40°C-50°C. Semakin lama waktu proses pengeringan, kadar air pun semakin berkurang, maka ikatan hidrogen dengan protein akan terputus yang disertai dengan pemutusan ikatan air dengan lipoprotein. Setelah terjadi pemutusan tersebut selama pengeringan, pemutusan juga terjadi pada ikatan antara lemak dan protein yang mengakibatkan terbentuknya asam lemak bebas yang tidak berikatan dengan molekul apapun. Asam lemak bebas inilah yang diduga sebagai lemak utuh yang terdeteksi sehingga dapat diukur kadarnya. Jadi semakin lama waktu pengeringan, semakin banyak kandungan lemak utuh yang terbentuk. Sehingga semakin lama waktu pengeringan, semakin banyak kandungan lemak yang terukur<sup>12</sup>.

Tingginya kadar lemak juga dapat disebabkan pada proses pengepresan atau penghilangan kadar air, lemak dan minyak yang tidak optimal. Pengepresan dilakukan dengan menggunakan alat tradisional, sehingga memungkinkan lemak masih banyak terdapat pada tepung kelapa tersebut.

### 3.5 Analisis kadar serat kasar

Penentuan kadar serat kasar bertujuan untuk mengetahui kadar serat kasar pada tepung kelapa. Serat kasar adalah bagian dari pangan yang tidak dapat dihidrolisis oleh asam atau basa kuat.

**Tabel 4.** Data kadar serat kasar tepung kelapa

Kode Sampel	Berat Sampel (awal)	Berat Kertas Saring	Berat Kertas Saring + Sampel (akhir)	% Kadar Serat Kasar

Ulangan 1	3,2180	1,4515	4,2066	85,615
Ulangan 2	2.9405	1,0341	3,0800	69,576
Ulangan 3	3.1331	1,8324	4.2238	76,326
Rata-rata				77,172

Berdasarkan tabel 4 dapat dilihat bahwa nilai kadar serat kasar sekitar 69 – 85 %, dimana nilai ini cukup tinggi apabila dibandingkan dengan kadar serat pada literatur 11,76%<sup>7</sup> dan 15,07%<sup>6</sup>. Semakin lama waktu pengeringan, maka semakin banyak pemecahan atau rusaknya hemiselulosa yang terbentuk. Dengan semakin banyaknya hemiselulosa yang rusak, maka semakin sedikit kadar serat kasar yang terukur<sup>13</sup>. Data tersebut menunjukkan bahwa pengolahan ampas kelapa menjadi tepung kelapa sebagai sumber serat pangan sudah baik, sehingga ditemukan kadar serat kasar cukup tinggi. Oleh karena itu tepung kelapa yang dibuat dari ampas kelapa ini dapat dijadikan jenis tepung sebagai sumber serat pangan karena kadar serat pangan tak larut cukup tinggi.

### 3.6 Analisis kadar protein kasar

Penentuan kadar protein kasar bertujuan untuk menentukan kadar protein kasar dalam tepung kelapa. Pada penelitian ini digunakan metode Kjeldahl, dimana kadar protein yang ditentukan disebut kadar protein kasar karena terikat senyawaan N bukan protein.

**Tabel 5.** Data kadar protein kasar tepung kelapa

Kode Sampel	Berat Sampel (awal)	Volume Titrasi	% Nitrogen	% Kadar Protein Kasar
Ulangan 1	1,0463	0,60	0,4000	2,5000
Ulangan 2	1,0170	0,60	0,4116	2,5725

Kode Sampel	% Kadar Lemak	% Protein	% Kadar Air	% Kadar Abu	% Karbohidrat
Ulangan 1	37,6180	2,5000	3,4996	0,4016	55,9808
Ulangan 2	36,4564	2,5725	2,4643	0,3359	58,1709
Ulangan 3	36,7855	2,7488	1,4496	0,3382	58,6779
Rata-rata					57,6099
Ulangan 3	1,0311	0,65	0,4398		2,7488
Rata-rata					2,6071

Berdasarkan tabel 5 dapat dilihat bahwa kadar protein cukup rendah yaitu berkisar antara 2,5 – 2,7 dibandingkan dengan penelitian yang pernah dilakukan sebelumnya 16,41%<sup>7</sup> dan 5,79%<sup>6</sup>. Hal ini disebabkan karena tepung kelapa selama pengeringan berlangsung, terdapat kandungan air yang terikat pada komponen polar, termasuk protein. Sehingga semakin lama pengeringan maka akan semakin sedikit protein yang akan terhitung.

### 3.7 Analisis kadar karbohidrat

Penentuan kadar karbohidrat bertujuan untuk menentukan kadar karbohidrat pada tepung kelapa.

**Tabel 6.** Data kadar karbohidrat tepung kelapa

Penentuan kadar karbohidrat pada penelitian ini menggunakan metoda *by different*, dan hasilnya dapat dilihat pada tabel 6 kadar karbohidrat rata-rata sekitar 55%-58%, dimana kadar ini cukup rendah apabila dibandingkan dengan kadar karbohidrat yaitu 79,34%<sup>14</sup>. Berdasarkan perbandingan dengan literatur, nilai kadar

karbohidrat yang didapatkan cukup rendah, hal ini terjadi karena waktu pemanasan yang cukup lama yang disebabkan karena energi yang dikeluarkan oleh media pengering semakin besar sehingga air yang teruapkan semakin banyak. Hal ini menyebabkan tepung kelapa semakin kering. Pemanasan yang terus menerus dan semakin tinggi suhu maka akan semakin rendah kadar patinya, karena suhu yang semakin tinggi akan mengakibatkan terjadinya kerusakan pada molekul pati<sup>15</sup>. Proses pemanasan dengan suhu yang semakin tinggi akan mengubah bentuk pati yang tergelatinasi sehingga granula pati yang rusak akan semakin banyak. Jumlah fraksi amilosa-amilopektin sangat berpengaruh pada profil gelatinisasi pati. Gelatinisasi adalah suatu proses dimana granula pati dapat dibuat membengkak luar biasa, tetapi bersifat tidak bisa kembali seperti semula. Hal ini terjadi karena sesuai dengan kenaikan suhu, maka granula yang merupakan tempat penyimpanan zat pati didalam sel akan membesar sehingga dapat bercampur dengan air dan membentuk pasta. Suhu yang semakin tinggi dapat mengakibatkan pengembangan granula pati yang lebih membengkak lagi, terjadi pelarutan fraksi amilosa rendah dan selanjutnya terjadi pemecahan granula pati dan kemudian tersebar merata. Dalam hal ini polimer akan terhidrolisis dan pecah sehingga akan menyebabkan terjadinya kerusakan karbohidrat. Karbohidrat yang rusak akan mengakibatkan penurunan kadar karborhidrat<sup>15</sup>.

#### 4. Kesimpulan

Dari hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa ampas kelapa yang merupakan limbah dari *virgin coconut oil* setelah dimodifikasi mengandung kadar air, abu, lemak kasar, dan protein yang cukup rendah serta kadar serat dan karbohidrat yang tinggi. Analisis karakteristik dari tepung kelapa terdiri dari rata-rata kadar air 2,47%, kadar abu 0,36%, kadar lemak kasar 36,95%, kadar serat kasar 77,17%, kadar protein kasar 2,61%, dan kadar karbohidrat yaitu 57,61%.

#### 5. Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada laboratorium Biokimia Universitas Andalas yang telah menyediakan fasilitas untuk penelitian, dan laboratorium teknologi hasil pertanian Universitas Andalas yang telah memberikan bantuan fasilitas perlakuan

terhadap analisa kadar protein kasar dan kadar abu.

#### Referensi

1. Lipoeto NI ; Agus Z ; Oenzil F; Wahlqvist M; Wattanapenpaiboon N: Dietary intake and the risk of coronary heart disease among the coconut-consuming Minangkabau in West Sumatra, Indonesia. *Asia Pasific Journal Clinic Nutrition* 2004. 13(4) : 84-377
2. Syukur Sumaryati; Rajagukguk, Horas; Sanusi Ibrahim; Syafrizayanti : Beneficial Effect Oof Virgin Coconut Oil (VCO) Product from Padang West Sumatera, Indonesia on Palatoplasty Wound Healing. *American Scientific Research Journal for Engineering Technology and Sciences (ASRJETS)*. 2017. 34(1) : 231-236.
3. Syukur, Sumaryati ; Purwati E : Virgin Coconut Oil Increase High Density Lipoprotein (HDL), Lower Triglyceride and Fatty Acids Profile (C6-C18) In Blood Serum Of *Mus Musculus*. *Research Journal of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences*. 2017. 8(2) : 1078
4. Syukur Sumaryati; R. Dahlyanti; T.Sumanti; Y.Murni; Z.Hidayat; H.Arifin; E.Purwati : Uji Preklinis Virgin Coconut Oil Terhadap Peningkatan Kolesterol Baik HDL, Penurunan Kadar Trigliserida, Profil Kimia Asaam Lemak (C6-C18) Dan Omega-3 Pada Serum Darah *Mus Musculus*, *Jurnal Riset Kimia*. 2015. 1(1) : 59
5. Rindengan, B ; Engelbert Manaroinsong ; Jerry Wungkana : Pengaruh Penambahan Ampas Kelapa Terhadap Karakteristik Biskuit. *Journal Food Technology*. 2017. 18(2): 64.
6. Astamawan, Madae : Tetap Sehat dengan Produk Makanan Olahan, *Jurnal Tiga Serangkai*. Solo. 2004 : 29-30
7. Subagyo, A : Ubi Kayu Substitusi Berbagai Tepung-tepungan. *Food Review Jakarta*. 2006. 1(3) : 8-22
8. Putri, Meddiati Fajri : Kandungan Gizi dan Sifat Fisik Tepung kelapa sebagai Bahan Pangan Sumber Serat. *Jurnal Tekbuga*. Fakultas Teknik UNNES. 2014. 1(1): 40
9. Rosida ;Susilowati T; Manggarani AD : Kajian Kualitas Cookies Ampas Kelapa. *Jurnal Rekapangan*. 2014. 8 (1) : 4
10. Trinidad, T.P : Dietary Fiber From Coconut Flour: *A Functional Food Journal Innovative Food Science &*

- Emerging Technologies*. 2006. 7(1) : 309-317
11. Trinidad, T.P : Coconut Flour From “Sapal”; A Promising Functional Food , *Food and Nutrition Research Institute, Department of Science and Technology, Manila*. 2002 :102
  12. Winarno, F. G : *Kimia Pangan dan Gizi*. PT. Gramedia Pustaka Utama, Jakarta 2002 : 253.
  13. Winarno, F.G : *Kimia Pangan dan Gizi*. Fakultas Teknologi Pertanian dan Fakultas Pascasarjana IPB. PT Gramedia Pustaka Umum. Jakarta : 2004 : 3-51.
  14. Yulivianti, Meri ; Widya Ernayati ; Tarsono ; M.Alfian R. : Pemanfaatan Ampas Kelapa sebagai Bahan Baku Tepung Kelapa Tinggi Serat dengan Metoda *Freeze Drying*. Jurusan Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sultan Ageng Tirtayasa. Banten.*Jurnal Integrasi Proses*.2015. 5(2) : 106-107.
  15. Hanggita, S.RJ : Pengaruh Suhu dan Lama Pengeringan Terhadap Mutu Silase Limbah Pengolahan Kodok Beku (*Rana sp.*) yang Dikeringkan dengan Penambahan Dedak Padi. *Jurnal Fishtech*. 2012. 1(1) : 88
  16. Rindengan, B; Kembuan ; A.Lay : Pemanfaatan Ampas Kelapa Untuk Bahan Makanan Rendah Kalori. *Jurnal Penelitian Tanaman Industri*. 1997. 3(2) : 56-63
  17. Kurniawan, Ferry ; Sri Hartini ; Dewi K.A.K Hastuti : Pengaruh Pemanasan Terhadap Kadar Pati dan Kadar Gula Reduksi Pada Tepung Biji Nangka (*Artocarpus Heterophyllus*). *Jurnal Kimia Pangan*. 2015. Vol 11: 5

# ISOLASI, KARAKTERISASI DAN UJI TOKSISITAS SENYAWA TRITERPENOID DARI EKSTRAK ETIL ASETAT KULIT BATANG SURIAN (*Toona sinensis*)

Adlis Santoni\*, Emil Salim, Mhd. Fadhli Setiawan

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia

\*E-mail: [adlis\\_1962@yahoo.com](mailto:adlis_1962@yahoo.com)

**Abstrak:** Tumbuhan surian (*Toona sinensis*) merupakan salah satu tumbuhan berkhasiat obat tradisional dimanfaatkan oleh masyarakat secara tradisional untuk mengobati diare, disentri, demam serta pembengkakan limpa. Ekstrak dari tumbuhan surian memiliki aktivitas biologis yang menarik seperti antioksidan, antibakteri, insektisida, dan sitotoksik. Hal ini menunjukkan bahwa tumbuhan surian mengandung berbagai macam senyawa metabolit sekunder yang berpotensi memiliki aktivitas biologis tersebut. Senyawa hasil isolasi berupa padatan berwarna putih. Spektrum UV senyawa menunjukkan adanya serapan maksimum pada  $\lambda_{max} = 204$  nm sedangkan spektrum IR senyawa menunjukkan adanya serapan gugus geminal dimetil pada panjang gelombang  $1272,98$   $\text{cm}^{-1}$  dan  $1282,21$   $\text{cm}^{-1}$  yang merupakan ciri khas dari senyawa triterpenoid. Hasil uji toksisitas menunjukkan bahwa ekstrak etil asetat kulit batang surian dikategorikan bersifat toksik karena memiliki nilai  $LC_{50}$  sebesar  $294,44$  mg/L.

**Kata Kunci :** *Toona sinensis*, triterpenoid, toksisitas.

## 1. Pendahuluan

Pohon surian (*Toona sinensis*) merupakan tumbuhan hutan hujan tropis yang tersebar di Indonesia. Tumbuhan ini termasuk dalam kelompok famili Meliaceae dan genus *Toona*. Secara tradisional tumbuhan surian telah digunakan untuk berbagai obat seperti diare, disentri, demam serta pembengkakan limpa yang diambil dari bagian biji, kulit batang, kulit akar, tangkai maupun daun<sup>1-4</sup>.

Kandungan metabolit sekunder yang terdapat pada pohon surian seperti senyawa fenolik, flavonoid, steroid, triterpenoid dan kumarin menyebabkan pohon surian memiliki berbagai bioaktivitas seperti aktivitas antioksidan, toksisitas<sup>3</sup>, anti-hama<sup>5</sup> dan antileukemia<sup>6</sup>. Aktivitas terhadap sel kanker juga telah dilakukan di Cina, dimana daun surian asal cina mengandung senyawa antiproliferasi terhadap sel kanker paru-paru, kanker ovarium dan kanker prostat<sup>7-9</sup>.

Pada peneliti sebelumnya Sari *et al* (2013) melakukan uji aktivitas antioksidan serta uji toksisitas terhadap ekstrak etanol tumbuhan surian<sup>3</sup>. Suryati *et al* (2015) melakukan isolasi terhadap ekstrak etil asetat kayu surian dan melakukan uji aktivitas antioksidan<sup>4</sup>. Santoni, A *et al* (2010) juga melaporkan telah melakukan isolasi

senyawa dari fraksi heksan kulit batang surian (*Toona sinensis*) dan diperoleh senyawa triterpenoid (3-hidroksieupha-7-en) serta melakukan uji terhadap hama *Crosdolomia pavonana* dengan nilai mortalitas (37,5%), antifeedant (75,5%) sedangkan senyawa murni nilai mortalitas (52 %) dengan  $LC_{50}$  0,39847 dan  $LT_{50}$  5,53931<sup>5</sup>.

Uji aktivitas toksisitas dari ekstrak etil asetat kulit batang surian belum dilakukan. Sehingga pada penelitian ini akan diuji aktivitas toksisitas dari ekstrak etil asetat kulit batang surian dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Pemilihan pengujian ini berkaitan dengan studi literatur, bahwa tumbuhan surian memiliki aktivitas terhadap sel kanker serta akan dilakukan isolasi terhadap ekstrak etil asetat untuk melihat senyawa yang berkaitan dengan metabolit sekunder yang terkandung dalam batang surian.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Alat

Peralatan yang digunakan selama penelitian diantaranya adalah beberapa peralatan kaca, botol reagen, botol vial, pipa kapiler, plat KLT, neraca analitik dan teknis, grinder,

rotary evaporator (Heidolph Laborota 4000), lampu UV ( $\lambda$  254 dan 356 nm), dan seperangkat alat distilasi. Sedangkan untuk karakterisasi senyawa menggunakan spektrometer UV-Vis (Techno Scientific), Fourier Transform InfraRed (FTIR) (Parkin Elmer "Frontier") dan untuk menentukan titik leleh menggunakan Melting Point Apparatus (Stuart® SMP 10).

## 2.2 Bahan

Bahan yang digunakan pada penelitian ini ialah sampel bubuk kulit batang surian (*Toona sinensis*), akuades, kertas saring, aluminium foil, tisu, pelarut teknis yang telah didistilasi yaitu heksan, etil asetat, dan metanol, air laut dan telur udang *Artemia salina*. Reagen yang digunakan untuk uji fitokimia seperti pereaksi Mayer untuk identifikasi alkaloid, pereaksi Liebermann-Burchard (anhidrida asetat dan asam sulfat pekat) untuk identifikasi triterpenoid dan steroid, sianidin test (bubuk magnesium dan asam klorida pekat) untuk identifikasi flavonoid, besi (III) klorida untuk identifikasi fenolik, ammonia, dan natrium hidroksida untuk identifikasi kumarin.

## 2.3 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahap, meliputi:

### 2.3.1 Persiapan sampel

Sampel kulit batang surian dalam bentuk bubuk kering dengan massa 2.800 gram diperoleh dan diidentifikasi dari peneliti sebelumnya (Santoni. A, 2010) yang diambil di Ulu Gaduik, Padang, Sumatera Barat<sup>6</sup>.

### 2.3.2 Ekstraksi kulit batang surian (*Toona sinensis*)

Ekstraksi sampel kulit batang surian dalam bentuk bubuk (2.800 gram) dilakukan dengan metoda maserasi bertingkat menggunakan pelarut heksana, etil asetat dan metanol pada suhu ruang dengan sesekali diaduk sampai hasil ekstrak menjadi bening. Masing - masing ekstrak yang diperoleh disaring dan dipisahkan menggunakan rotary evaporator pada suhu 40 °C.

### 2.3.3 Uji profil fitokimia kulit batang surian

Uji Fitokimia dilakukan terhadap ekstrak etil asetat kulit batang surian. Pada penelitian ini dilakukan identifikasi terhadap senyawa flavonoid, fenolik, triterpenoid, steroid,

alkaloid, saponin dan kumarin yang terkandung pada kulit batang surian. Prosedur kerja uji profil fitokimia sebagai berikut<sup>10</sup> :

#### a. Pemeriksaan flavonoid (sianidin tes)

Ekstrak diambil sebanyak 2 mL kemudian ditambahkan sedikit bubuk magnesium dan 2 mL HCl pekat, terbentuknya larutan berwarna jingga sampai merah menunjukkan adanya flavonoid.

#### b. Pemeriksaan fenolik

Ekstrak diambil sebanyak 2 mL dan ditambah larutan besi (III) klorida ( $\text{FeCl}_3$ ). Apabila warna larutan berubah menjadi biru hingga hijau pekat menandakan positif mengandung senyawa fenolik.

#### c. Pemeriksaan triterpenoid dan steroid (Liebermann-Burchard)

Ekstrak diambil sebanyak 2 mL dan ditambah dengan reagen Liebermann-Burchard. Adanya senyawa steroid ditandai timbulnya warna hijau atau biru dan triterpenoid menimbulkan warna merah atau ungu.

#### d. Pemeriksaan alkaloid

Ekstrak dimasukkan kedalam tabung reaksi sebanyak 2 mL, kemudian ditambahkan 5 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2N dan reagen Mayer. Positif alkaloid jika menghasilkan endapan putih.

#### e. Pemeriksaan saponin

Ekstrak sebanyak 2 mL dimasukkan ke dalam tabung reaksi dan dikocok. Apabila terbentuknya busa yang tidak hilang ( $\pm$  5 menit) setelah penambahan beberapa tetes HCl pekat, menunjukkan adanya senyawa saponin.

#### f. Pemeriksaan kumarin

Masing-masing ekstrak ditotolkan pada pelat KLT menggunakan pipa kapiler dan dielusi dengan etil asetat di dalam chamber. Pelat KLT yang telah dielusi diamati dibawah sinar UV  $\lambda$  365 nm dan 254 nm. Adanya warna biru terang setelah penambahan dengan NaOH 10% maka hal tersebut menandakan adanya senyawa kumarin.

### 2.3.4 Isolasi dan pemurnian ekstrak etil asetat kulit batang surian

Uji Isolasi senyawa dari ekstrak etil asetat dilakukan dengan metoda kromatografi kolom gravitasi menggunakan silika gel sebagai fasa diam. Sebanyak 25 gram ekstrak etil asetat digerus hingga berbentuk bubuk, kemudian dimasukkan kedalam

kolom yang telah disiapkan. Selanjutnya sampel dielusi menggunakan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol dengan sistem *step gradient polarity* (SGP). Hasil elusi (eluat) ditampung dengan botol vial 10 mL dan dikumpulkan.

Setiap eluat dilakukan uji KLT dengan interval 5 vial untuk melihat pola pemisahan noda. Eluat dengan pola pemisahan noda yang sama digabung dan dikelompokkan menjadi fraksi - fraksi. Berdasarkan uji KLT didapatkan 9 fraksi (A-I) dan terhadap fraksi F-H dimurnikan lebih lanjut menggunakan rekromatografi kolom gravitasi dengan sistem SGP. Hasil elusi (eluat) ditampung dengan botol vial 10 mL dan didapatkan 90 vial. Vial nomor 64 dilakukan pencucian secara perlahan menggunakan pelarut heksana dan etil asetat dan didapatkan senyawa murni.

#### 2.3.5 Uji kemurnian senyawa hasil isolasi

Senyawa hasil isolasi dilarutkan dengan etil asetat, ditotolkan pada pelat KLT, dan dielusi dengan variasi komposisi eluen didalam *chamber*. Pengamatan hasil elusi dilihat dibawah sinar lampu UV ( $\lambda$  254 nm dan 365 nm) dan setiap pelat setelah proses elusi diolesi dengan reagen Liebermann-Burchard, kemudian dipanaskan. Senyawa murni akan memberikan bercak noda tunggal meskipun digunakan eluen dengan berbagai kepolaran.

Senyawa hasil isolasi diambil menggunakan pipa kapiler secukupnya dan titik leleh diukur menggunakan *melting point* (Stuart SMP 10). Pembacaan titik leleh dilakukan pada saat senyawa mulai meleleh hingga meleleh keseluruhannya. Senyawa yang telah murni akan menunjukkan rentang titik leleh  $\leq 2^{\circ}\text{C}^{11}$ .

#### 2.3.6 Karakterisasi senyawa

Karakterisasi senyawa hasil isolasi yaitu pengukuran dengan spektrofotometer ultraviolet dan FTIR.

#### 2.3.7 Pengujian Toksisitas Ekstrak Etil Asetat Kulit Batang Surian

Pengujian toksisitas dari ekstrak kulit batang surian menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) dengan tahapan berikut:

Larva udang *Artemia Salina* Leach diperoleh dengan cara menetasakan telur udang yang didapatkan dari Laboratorium Biota Sumatera Universitas Andalas. Penetasan telur udang dilakukan pada

wadah pembiakan yang terdiri dari dua bagian yaitu bagian terang dan bagian gelap. Wadah pembiakan ini kemudian diisi dengan air laut, kemudian telur udang yang akan ditetaskan ditempatkan pada bagian gelap. Setelah menetas larva akan berenang menuju bagian terang<sup>12</sup>.

Persiapan larutan uji dilakukan dengan melarutkan 100 mg ekstrak pekat etil asetat, kemudian dilarutkan dengan etil asetat pada labu 50 mL sehingga didapatkan konsentrasi larutan induk 2000 mg/L. Variasi konsentrasi dibuat dengan cara pengenceran larutan induk yaitu 800; 400; 200; dan 100 mg/L.

Larutan ekstrak kulit batang rengas yang telah disiapkan dengan variasi konsentrasi diambil sebanyak 5 mL kemudian diuapkan pelarutnya, kemudian ditambahkan 50  $\mu\text{L}$  DMSO dan 2 mL air laut. Hal yang sama juga dilakukan terhadap kontrol (tanpa penambahan ekstrak). Pengujian toksisitas larutan dilakukan dengan mengambil 10 ekor larva udang *Artemia salina* menggunakan pipet tetes dan dimasukkan ke dalam vial uji dengan berbagai konsentrasi kemudian dicukupkan hingga 5 mL dengan air laut. Larutan dibiarkan selama 24 jam, kemudian dihitung jumlah larva yang mati dari masing-masing vial uji<sup>13</sup>. Untuk kontrol dilakukan tanpa penambahan sampel. Larutan dibiarkan selama 24 jam, kemudian dihitung jumlah larva yang mati dan masih hidup dari tiap tabung.

Parameter dalam penelitian ini adalah jumlah kematian larva *Artemia salina* dari masing-masing konsentrasi dalam vial uji. Jumlah larva mati dianalisis untuk memperoleh persentase mortalitasnya, sehingga diketahui nilai probit dalam tabel nilai probit kemudian dimasukkan dalam persamaan regresi untuk menghitung nilai  $\text{LC}_{50}$ .  $\text{LC}_{50}$  adalah suatu nilai yang menunjukkan konsentrasi zat toksik yang dapat mengakibatkan kematian organisme sampai 50%<sup>13</sup>. Suatu fraksi atau ekstrak dikatakan aktif bila mempunyai nilai  $\text{LC}_{50} \leq 1000$   $\mu\text{g}/\text{mL}$ . Untuk senyawa murni dikatakan aktif bila mempunyai nilai  $\text{LC}_{50} \leq 200$   $\mu\text{g}/\text{mL}^{15}$ . Nilai  $\text{LC}_{50}$  ditentukan secara statistik melalui persamaan regresi.

### 3. Hasil dan Diskusi

#### 3.1 Hasil Ekstraksi Kulit Batang Surian

Sampel bubuk kulit batang surian sebanyak 2.800 gram diekstraksi dengan metoda maserasi bertingkat menggunakan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol. Metoda maserasi dipilih karena mudah dan tidak perlu pemanasan, sehingga kerusakan senyawa metabolit sekunder sangat kecil. Peningkatan kepolaran pelarut bertujuan untuk memaksimalkan proses ekstraksi berdasarkan *like dissolved like*. Berat ekstrak heksan, etil asetat dan methanol masing-masing 2,5460 gram, 78,8611 gram dan 20,4157 gram.

### 3.2 Hasil uji fitokimia ekstrak etil asetat

**Tabel 1.** Hasil uji metabolit sekunder kulit batang surian dan fraksi etil asetat kulit batang surian

No	Kandungan Senyawa	Pereaksi	Hasil
1	Flavonoid	Shinoda Test	+
2	Fenolik	FeCl <sub>3</sub>	+
3	Saponin	H <sub>2</sub> O / HCl pekat	-
4	Triterpenoid	LB	+
5	Steroid	LB	-
6	Alkaloid	Mayer	-
7	Kumarin	NaOH 1 %	+

Keterangan :

+ (mengandung metabolit sekunder)

- (tidak mengandung metabolit sekunder)

Berdasarkan Tabel 1, diketahui bahwa kulit surian segar dan ekstrak etil asetat kulit surian mengandung metabolit sekunder flavonoid, fenolik, triterpenoid dan kumarin. Hasil yang diperoleh berbeda dengan hasil analisis fitokimia kualitatif kulit surian yang telah dilaporkan oleh Sari *et al* (2011)<sup>3</sup>. Hal ini disebabkan perbedaan lokasi atau lingkungan tempat sampel tumbuh.

### 3.3 Hasil isolasi dan pemurnian senyawa dari ekstrak etil asetat kulit batang surian

Ekstrak pekat etil asetat sebanyak 25 gram dimurnikan menggunakan metoda kromatografi kolom gravitasi dengan sistem eluen *step gradient polarity* (SGP). Eluen yang digunakan yaitu heksan dan etil asetat dengan volume total tiap perbandingan sebanyak 300 mL. Eluat ditampung dalam vial 10 mL dan diperoleh 284 vial. Dari hasil KLT eluat, diperoleh 10 fraksi (A-J). Fraksi F-

H digabungkan karena memiliki pola pemisahan noda yang sama, baik pola noda dibawah lampu UV maupun setelah ditambah reagen Liebermann - Burchad.

Fraksi F-H (1,182 gram) dimurnikan lebih lanjut dengan rekromatografi kolom gravitasi dengan sistem SGP menggunakan pelarut heksana dan etil asetat dan didapatkan 90 vial. Pada proses penguapan, terdapat kristal pada vial nomor 64. Setelah pemurnian didapatkan kristal berbentuk jarum sebanyak ± 5 mg.

### 3.4 Hasil Uji Kemurnian Senyawa Hasil Isolasi

#### 3.4.1 Pengujian metoda KLT

Kristal yang telah dimurnikan diuji dengan KLT menggunakan beberapa eluen dengan kombinasi heksana dan etil asetat.

**Tabel 2.** Hasil kromatografi lapis tipis senyawa hasil isolasi

No.	Perbandingan Eluen n-heksana : Etil asetat	Rf
1.	3 : 7	0,125
2.	2 : 8	0,5
3.	1 : 9	0,625

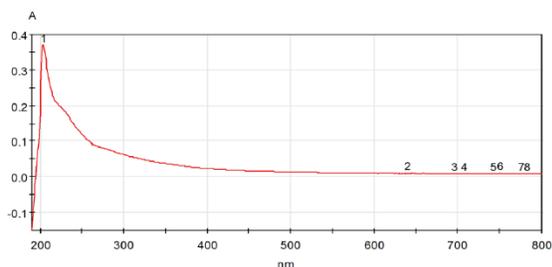
#### 3.4.2 Pengukuran titik leleh

Berdasarkan hasil pengujian titik leleh didapatkan titik leleh dari senyawa hasil isolasi yaitu 252°C - 253°C. Rentang titik leleh senyawa yang didapatkan adalah 1°C. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa tersebut telah murni. Senyawa dikatakan murni apabila titik lelehnya mempunyai rentang ≤ 2°C<sup>11</sup>.

### 3.5 Karakterisasi Senyawa Isolasi

#### 3.5.1 Analisis data spektrofotometer ultraviolet

Kristal yang didapatkan dilakukan karakterisasi menggunakan spektroskopi UV untuk mengetahui panjang gelombang serapan maksimum pada kristal tersebut. Hal ini bertujuan untuk mengetahui apakah kristal memiliki ikatan rangkap berkonjugasi atau tidak. Hasil karakterisasi spektrofotometer UV dapat dilihat pada gambar 1.

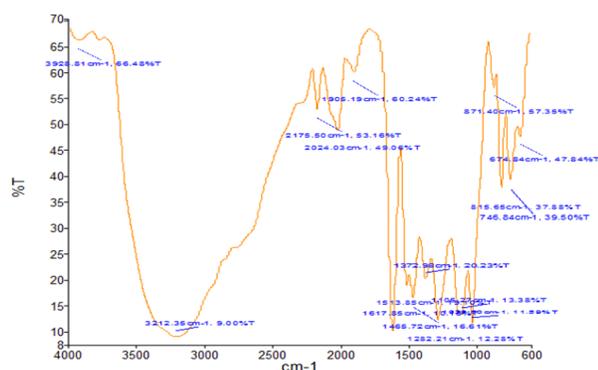


**Gambar 1.** Spektrum UV kristal isolat

Dari Gambar 1 dapat diketahui kristal hasil isolasi mempunyai serapan maksimum yaitu pada panjang gelombang 204 nm, ini menunjukkan bahwa kristal tidak memiliki ikatan rangkap berkonjugasi.

### 3.5.2 Analisis data spektrofotometer FTIR

Spektrum IR kristal isolat menunjukkan adanya beberapa serapan penting. Hasil karakterisasi FTIR kristal isolat dapat dilihat pada Gambar 2.



**Gambar 2.** Spektrum FTIR kristal isolat

Dari Gambar 2 dapat diketahui bahwa kristal isolat mempunyai serapan gugus hidroksil pada bilangan gelombang 3212,35  $\text{cm}^{-1}$ , serapan gugus C-O berada pada panjang gelombang 1617,96  $\text{cm}^{-1}$ , dan serapan pada bilangan gelombang 1372,98  $\text{cm}^{-1}$  dan 1282,21  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan serapan geminal dimetil yang merupakan serapan khas dari senyawa triterpenoid<sup>4</sup>.

### 3.6 Hasil Pengujian Toksisitas

Uji toksisitas dari ekstrak etil asetat kulit batang surian dilakukan menggunakan metoda *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Metoda ini dipilih karena merupakan metoda awal farmakologi yang mudah dan relatif

tidak mahal. Selain itu metoda ini telah teruji hasilnya dengan tingkat kepercayaan 95% untuk mengamati toksisitas suatu senyawa dalam ekstrak tanaman<sup>16</sup>. Hasil pengamatan uji toksisitas ekstrak etil asetat terhadap udang *Artemia salina* dapat dilihat pada Tabel 3. Persentase kematian larva udang pada berbagai variasi konsentrasi dikonversi menjadi nilai probit dengan menggunakan Tabel nilai probit sesuai persentase kematian. Hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi ekstrak, maka semakin besar persen kematian udang tersebut.

**Tabel 3.** Hasil pengamatan uji toksisitas ekstrak etil asetat kulit batang surian

Ekstrak	Konsentrasi (mg/L)	Nilai probit	Log konsentrasi
Etil asetat	100	4,16	2,000
	200	4,33	2,301
	400	5,52	2,602
	800	5,84	2,903
Kontrol	0	0	0

Hasil uji toksisitas ekstrak etil asetat kulit batang surian menunjukkan nilai  $\text{LC}_{50}$  sebesar 294,44 mg/L. Hasil ini menandakan bahwa ekstrak etil asetat kulit batang surian aktif terhadap pengujian toksisitas karena memiliki nilai  $\text{LC}_{50} < 1000$  mg/L. Berdasarkan tingkat toksisitas, ekstrak etil asetat kulit batang surian dikategorikan bersifat toksik karena memiliki nilai  $\text{LC}_{50}$  yang berada diantara 30 mg/L dan 1000 mg/L<sup>17</sup>.

## 4. Kesimpulan

Senyawa hasil isolasi diperoleh dari ekstrak etil asetat kulit batang surian (*Toona sinensis*) berupa padatan berwarna putih dan menunjukkan uji positif triterpenoid dengan reagen Liebermann-Burchard. Data spektrum UV dan IR mendukung bahwa senyawa hasil isolasi merupakan golongan triterpenoid. Hasil uji toksisitas menunjukkan bahwa ekstrak etil asetat kulit batang surian bersifat aktif dengan nilai  $\text{LC}_{50}$  sebesar 294,44 mg/L.

## 5. Ucapan Terima Kasih

Ucapan terima kasih penulis sampaikan kepada pihak-pihak yang telah membantu demi kelancaran penelitian ini.

### Referensi

- [1] Fauzi, Maulidya. H., Erwin, Irawan. Uji Fitokimia, Toksisitas (*Brine Shrimp Lethality Test*) serta Antioksidan Kulit Batang Terap (*Artocarpus elasticus* reinw) dengan Metoda DPPH (2,2-diphenyl-1-picrylhidrazyl). Universitas Mulawarman : Samarinda. 2017
- [2] Nurrani, Lis. Pemanfaatan Tradisional Tumbuhan Alam Berkhasiat Obat Oleh Masyarakat di Sekitar Cagar Alam Tangale. Balai Penelitian Kehutanan Manado: Sulawesi Utara. 2013, 3 No 1
- [3] Sari, Rita, K., Syafii, W., Achmadi, S. S., Hanafi, M. Aktivitas Antioksidan dan Toksisitas Ekstrak Etanol Surian (*Toona sinensis*). *Jurnal Ilmu dan Teknologi Hasil Hutan* 4(2): 46-52 (2011)
- [4] Suryati, Nurdin, H., Yuliandra, N. Isolasi dan Karakterisasi Senyawa Metabolit Sekunder dari Ekstrak Etil Asetat Kayu Surian (*Toona sinensis*) dan Uji Aktivitas Antioksidan. *Jurnal Kimia Unand* 4(1): 33-36 (2015)
- [5] Santoni, A., Nurdin, H., Manjang, Y., Achmad, S. S. Isolasi dan Elusidasi Struktur Triterpenoid Kulit Batang Surian *Toona sinensis* dan Uji terhadap Hama *Crosdolomia pavonana*. *J. Ris. Kim* 3(2): 103-111 (2010)
- [6] Kakumu. A., Ninomiya. M., Efdi. M., Adfa. M., Hayashi. M., Tanaka. K., Koketsu. M. Phytochemical Analysis and Antileukemic Activity of Polyphenolic Constituents of *Toona sinensis*. *Bioorganic & Medical Chemistry Letters* 24: 4286-4290 (2014)
- [7] Chang HL, Hung WC, Huang MS, Hsu HK. Extract from the Leaves of *Toona sinensis* Roemor Exerts Potent Antiproliferative Effect on Human Lung Cancer Cells. *Am J Chin Med* 30(2-3): 307-314 (2002)
- [8] Chang HL, Hsu HK, Su JH, Wang PH, Nhung YF, Chia YC, Tsai LY, Wu YC, Yuan SS. The Fractionated *Toona sinensis* Leaf Extract Induces apoptosis of Human Ovarian Cancer Cells and Inhibits Tumor Growth in a Murine Xenograft Model. *Gynec Oncol* 102(2): 309-314 (2006)
- [9] Chen HM, Yang-Chang Wu YC, Chia YC, Chang FR, Hsu HK, Hseih YC, Chen CC, Yuan SS. Gallic Acid, a Major Component of *Toona Sinensis* Leaf Extract, Contains a ROS-Mediated Anti-cancer Activity in Human Prostate Cancer Cell. *Cancer Letters* 286: 161-171 (2009)
- [10] Harbone.; J.B.: *Metode Fitokimia, Terbitan Kedua*, Terjemahan Kosasih Padmawinata dan Iwang Soediro. ITB Bandung. 1996.
- [11] Dachriyanus: Analisis Struktur Senyawa Organik secara Spektroskopi; LPTIK Universitas Andalas; Padang, 2004.
- [12] Santoni, A., Sabariah, Efdi, M. Isolasi dan Elusidasi Struktur Senyawa Triterpenoid dari Kulit Batang Ambacang (*Mangifera foetida* L.) serta Uji *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). *J. Ris. Kim.* 2015 Vol.9 No. 1-8
- [13] Prawirodiharjo, E.: Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Toksisitas Ekstrak Etanol 70% dan Ekstrak Air Kulit Batang Kayu Jawa (*Lannea coromandelica*). *Skripsi*. Program Studi Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan UIN Syarif Hidayatullah Jakarta, 2014
- [14] Atmoko,Tri.; Ma'ruf, Amir.: Uji Toksisitas dan Skrining Fitokimia Ekstrak Tumbuhan Sumber Pakan Orngutan terhadap Larva *Artemia salina* L. *Jurnal Penelitian Hutan dan Konservasi Alam* 2009, Vol. VI, No. 1 : 37-45.
- [15] Frengki; Roslizawaty; Pertiwi,Desi.: Uji Toksisitas Ekstrak Etanol Sarang Semut

Lokal Aceh (*Mymercodia sp*) dengan Metode BSLT terhadap Larva Udang *Artemia salina* Leach. *Jurnal Medika Veterinaria* 2014, Vol. 8, No. 1.

- [16] Lisdawati, V., Wiryowidagdo, S., Kardono, L. B. S. Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) dari Berbagai Fraksi Ekstrak Daging Buah dan Kulit Biji Mahkota Dewa (*Phaleria macrocarpa*). *Bul. Penel. Kesehatan* 2006. Vol. 34 (3): 111-118
- [17] Meyer, B.N.; N.R. Ferrigni; J.E. Putnam; J. L. Nicols and McLaughlin: Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituents. *Journal of Medicinal Plant Reseach* 1982, 45, 31-32.

## PENENTUAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN, KANDUNGAN FENOLIK TOTAL DAN UJI TOKSISITAS DAUN JARAK MERAH (*Jatropha gossypifolia* (L.))

Norman Ferdinal, Adlis Santoni, Cynthia Mayasari Wijaya

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia  
\*E-mail: ferdinalnorman@yahoo.co.id

**Abstrak** : Jarak merah merupakan salah satu tumbuhan liar yang ditemukan di berbagai daerah di Indonesia. Secara tradisional telah banyak dimanfaatkan dalam pengobatan diabetes, hipertensi, malaria, antiseptik, luka bakar, insektisida, pestisida, dan bisa gigitan ular. Pada penelitian ini dilakukan penentuan total fenolik dengan metode Folin-Ciocalteu, uji aktivitas antioksidan dengan metode DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhydrazyl), dan uji toksisitas dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) dari sampel yang diekstraksi dengan metode maserasi menggunakan 3 macam pelarut. Hasil penelitian menunjukkan ekstrak metanol memiliki kandungan fenolik total terbesar (5,345 mg GAE/10 mg ekstrak kering) diikuti ekstrak etil asetat (3,15 mg GAE/10 mg ekstrak kering) dan ekstrak heksana (0,61 mg GAE/10 mg ekstrak kering). Aktivitas antioksidan dilihat dari nilai  $IC_{50}$  secara ekstrak metanol 29,568 mg/L yang bersifat kuat, etil asetat 87,116 mg/L yang bersifat aktif, dan heksana 594,392 mg/L yang bersifat tidak aktif. Hasil uji toksisitas dilihat dari nilai  $LC_{50}$  ekstrak etil asetat memiliki sifat sangat toksik (16,4589 mg/L), serta memiliki sifat toksik pada ekstrak heksana (59,7310 mg/L) dan metanol (97,3640 mg/L).

**Kata kunci** : *Jatropha gossypifolia* L., antioksidan, fenolik total dan toksisitas

### 1. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara beriklim tropis yang memiliki banyak jenis keanekaragaman hayati, salah satunya tumbuhan yang digunakan sebagai obat. Pengobatan secara tradisional masih banyak digunakan oleh masyarakat karena harganya yang relatif murah dan dapat diperoleh dengan mudah. Pada umumnya obat tradisional yang digunakan merupakan hasil metabolisme dari tumbuhan tersebut yang biasa disebut dengan metabolit sekunder. Metabolit sekunder yang lazim digunakan antara lain berupa kelompok senyawa alkaloid, terpenoid, flavonoid, fenolik, antosianin dan kumarin[1].

Tumbuhan obat dikenal mengandung berbagai golongan senyawa kimia sebagai bahan obat yang mempunyai efek fisiologis terhadap organisme lain atau sering disebut sebagai senyawa aktif. Telah banyak senyawa aktif dari tumbuhan yang dimanfaatkan secara komersial untuk berbagai kegunaan. Salah satu tumbuhan yang telah banyak dimanfaatkan sebagai obat adalah *Jatropha gossypifolia* (L.) yang merupakan

family dari *Euphorbiaceae*. Jarak Merah merupakan tumbuhan liar yang mudah tumbuh disekitar pekarangan rumah dan umumnya ditemukan di berbagai daerah di Indonesia. Jarak merah telah dimanfaatkan secara tradisional dalam pengobatan diabetes, hipertensi, malaria, sakit kepala, diare, antiseptik, luka bakar, insektisida, pestisida, dan bisa gigitan ular[2,3,4].

Oleh karena itu, penelitian ini dilakukan untuk mengetahui potensi bioaktivitas dari daun jarak merah. Berdasarkan penggunaan secara tradisional dalam pengobatan diabetes, hipertensi, malaria, sakit kepala, dan mengobati luka bakar maka dilakukan penentuan kandungan fenolik total dan aktivitas antioksidan. Sedangkan pengujian toksisitas dilakukan berdasarkan penggunaannya sebagai insektisida, pestisida, dan mengobati bisa akibat gigitan ular. Uji fitokimia dilakukan untuk mengetahui apa saja kelompok senyawa metabolit sekunder yang terkandung dalam daun jarak merah dan yang berperan aktif dalam bioaktivitas dari daun jarak merah.

## 2. METODOLOGI PENELITIAN

### 2.1 Alat

Alat yang digunakan adalah gerinda, neraca analitik dan teknis, alat distilasi, maserator (botol gelap) untuk maserasi, lampu spiritus, *aluminium foil*, kertas saring, neraca analitik dan teknis, *rotary evaporator* (BUCHI R-124), dan spektrofotometer UV-VIS *Thermo Scientific*, tabung reaksi, botol vial, akuarium kaca wadah pembiakan udang, dan pipet mikro

### 2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel kering daun jarak merah. Pelarut teknis heksana, etil asetat, dan metanol yang telah didestilasi. Pereaksi untuk uji fitokimia (raksa(II)klorida, kalium iodida, besi(III)klorida, asam klorida, asam sulfat p.a, bubuk magnesium, kloroform, anhidrida asetat, natrium hidroksida, amoniak), akuades, DPPH, reagen *Folin-Ciocalteu*, natrium karbonat, asam galat, asam askorbat, air laut, dan telur udang *Artemia salina*.

### 2.3 Pengujian aktivitas antioksidan

Masing-masing variasi konsentrasi dari larutan uji dimasukkan sebanyak 2 mL ke dalam botol vial, ditambahkan dengan 3 mL DPPH 0,1 mM di tempat yang gelap. Setelah penambahan DPPH campuran didiamkan selama 30 menit. Absorban larutan diukur pada panjang gelombang 517 nm. Berdasarkan absorban yang diperoleh, dihitung persentase inhibisi dengan rumus berikut:

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

Setelah didapatkan nilai persentase inhibisi dari perhitungan, maka nilai  $IC_{50}$  dari masing-masing ekstrak dapat diketahui dengan menggunakan persamaan regresi dari data yang didapatkan[5].

### 2.4 Uji Fenolik total

Ekstrak daun jarak merah sebanyak 0,1 g dilarutkan dengan 100 mL metanol didalam labu ukur 100 mL. Sebanyak 1 mL larutan induk dilarutkan dengan 10 mL didalam labu ukur 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi 100 mg/L. Sebanyak 0,5 mL larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL ditambahkan 0,5 mL reagen *Folin-Ciocalteu* dan didiamkan selama 5 menit. Kemudian ditambahkan 1 mL larutan natrium karbonat 20% (b/v) dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, larutan didiamkan selama 2

jam dan diukur absorban larutan pada panjang gelombang 765 nm[5].

### 2.5 Uji Aktivitas Toksisitas

Larutan uji yang telah disiapkan dan larutan kontrol diambil sebanyak 5 mL kemudian diuapkan pelarutnya, kemudian ditambahkan 50  $\mu$ L DMSO dan 2 mL air laut. Masing-masing 10 ekor larva udang yang telah ditetaskan selama 48 jam dimasukkan kedalam larutan uji dan kontrol. Setelah itu volume masing-masing larutan uji dan kontrol dicukupkan hingga 5 mL dengan air laut. Jumlah larva yang mati dihitung 1x24 jam[6].

## 3. HASIL DAN DISKUSI

### 3.1 Uji Fitokimia Daun Jarak merah

Tabel 1. Hasil uji fitokimia daun jarak merah

Kandungan Metabolit Sekunder	Pengamatan	Keterangan
Flavonoid	Jingga-merah	(+)
Fenolik	Hijau pekat	(+)
Saponin	Tidak berbusa	(+)
Triterpenoid	Merah	(+)
Steroid	Hijau	(+)
Alkaloid	Tidak timbul endapan putih	(-)

Berdasarkan Tabel 1 diatas dapat diketahui bahwa terdapat kandungan senyawa metabolit sekunder golongan flavonoid, fenolik, saponin, triterpenoid, dan steroid pada sampel daun jarak merah.

### 3.2 Ekstraksi Sampel Daun Jarak Merah

Hasil ekstraksi sampel daun jarak merah dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2 Hasil ekstraksi daun jarak merah

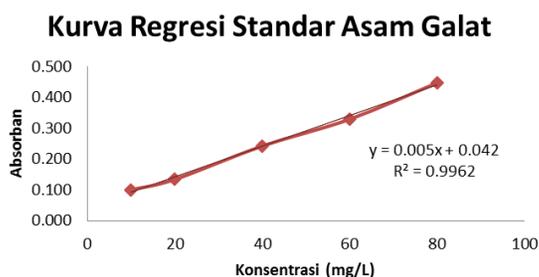
Pelarut	Berat sampel awal (g)	Berat ekstrak (g)	Kadar (%)
---------	-----------------------	-------------------	-----------

Heksana	500	88,576	17,7152
Etil asetat	500	44,92	8,984
Metanol	500	9,429	1,8858

Berdasarkan Tabel 2 diketahui bahwa ekstrak metanol memiliki jumlah yang lebih banyak dibandingkan ekstrak lainnya, Dengan demikian, dapat diketahui bahwa sampel daun jarak merah memiliki komponen senyawa polar yang lebih banyak dibanding senyawa non polar.

### 3.3 Pengujian Fenolik Total Ekstrak Daun Jarak Merah

Penentuan kandungan fenolik total dilakukan dengan pengukuran absorban dari variasi konsentrasi larutan standar asam galat menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 765 nm. Kurva regresi larutan asam galat dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Kurva regresi larutan standar asam galat

Berdasarkan Gambar 1 dapat dilihat bahwa kenaikan konsentrasi asam galat sebanding dengan nilai absorban yang diperoleh. Hal ini disebabkan oleh semakin banyak senyawa fenolik yang terdapat pada sampel untuk mereduksi asam heteropoli (fosfomolibdat-fosfotungstat) pada reagen Folin-Ciocalteu menjadi kompleks molibdenum tungsten menghasilkan larutan warna biru yang dapat diukur pada panjang gelombang 765 nm sehingga absorban yang terukur semakin tinggi pada alat spektrofotometer. Pengukuran kandungan fenolik total dari ekstrak metanol, etil asetat dan heksana daun jarak merah dapat dilihat pada Tabel 3.

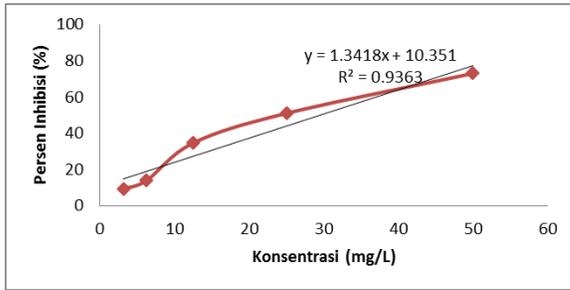
Tabel 3 Hasil uji fenolik total dari ekstrak daun jarak merah ( $\lambda = 765 \text{ nm}$ )

Ekstrak	Absorban	Rata-rata	mg GAE/10 mg ekstrak)
Heksana	0,577	0,5765	5,345
	0,576		
Etil asetat	0,358	0,357	3,15
	0,356		
Metanol	0,104	0,103	0,61
	0,102		

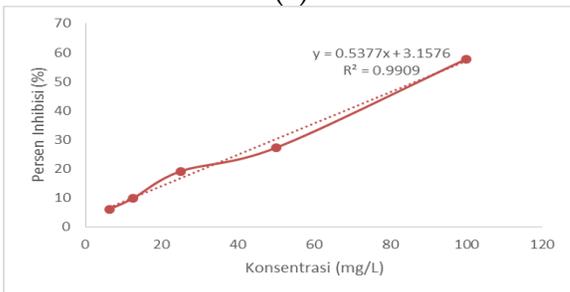
Berdasarkan hasil penelitian diperoleh ekstrak metanol memiliki kandungan fenolik total paling besar dari ekstrak etil asetat dan heksana, yaitu 20,042 mg GAE/10 mg ekstrak kering; 11,57 mg GAE/10 mg ekstrak kering; dan 1,5 mg GAE/10 mg ekstrak kering secara berurutan. Ekstrak metanol memiliki kandungan fenolik total paling besar dikarenakan pelarut metanol dapat menarik senyawa kimia dengan tingkat kepolaran yang berbeda dan berbagai macam komponen senyawa kimia. Banyaknya senyawa fenolik yang terdapat pada masing-masing ekstrak memiliki pengaruh terhadap aktivitas antioksidan dan toksisitas. Senyawa ekstrak heksana memiliki kandungan fenolik total yang paling rendah di antara semua ekstrak. Hal ini karena banyak senyawa lain selain senyawa fenolik yang terbawa seperti senyawa triterpenoid, lemak, lilin, dan minyak[7].

### 3.4 Pengujian Aktivitas Antioksidan Daun Jarak Merah

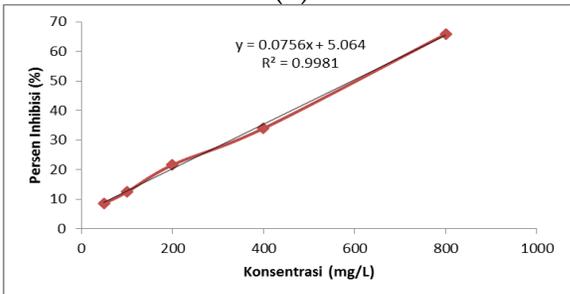
DPPH merupakan radikal bebas sintetik berwarna ungu yang banyak digunakan dalam uji aktivitas antioksidan. Grafik aktivitas dari ekstrak daun jarak merah dapat dilihat pada Gambar 2.



(a)



(b)



(c)

Gambar 2 Aktivitas antioksidan ekstrak (a)metanol, (b)etil asetat, (c)heksana daun jarak merah

Berdasarkan Gambar 2 dapat diketahui bahwa semakin tinggi konsentrasi sampel ekstrak diikuti dengan semakin meningkatnya aktivitas antioksidannya. Hal tersebut dikarenakan pada konsentrasi yang tinggi, kemampuan antioksidan untuk menangkap radikal bebas semakin besar. Konsentrasi DPPH yang bersisa semakin kecil sehingga nilai absorbansi yang dihasilkan akan semakin turun.[6] Berdasarkan persamaan regresi yang diperoleh dapat ditentukan nilai konsentrasi inhibisi ( $IC_{50}$ ). Nilai  $IC_{50}$  masing-masing ekstrak dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4 Nilai konsentrasi inhibisi ( $IC_{50}$ ) dari ekstrak daun jarak merah

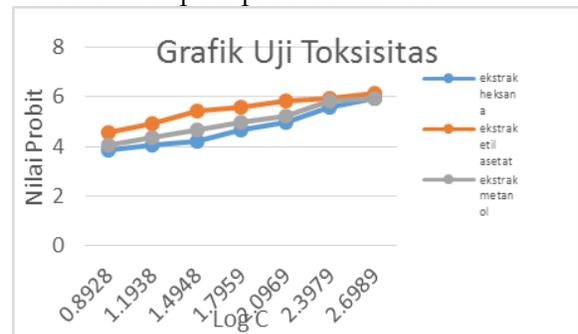
No.	Ekstrak	$IC_{50}$ (mg/L)
-----	---------	------------------

1	Heksana	594,3915
2	Etil asetat	87,1162
3	Metanol	29,5675

Berdasarkan nilai  $IC_{50}$  yang diperoleh, dapat dilihat ekstrak metanol memiliki nilai  $IC_{50}$  yang lebih besar dibandingkan ekstrak etil asetat dan heksana. Berdasarkan nilai tersebut sehingga ekstrak metanol tergolong antioksidan kuat, pada ekstrak etil asetat tergolong antioksidan aktif, sedangkan ekstrak heksana tergolong tidak aktif antioksidan. Aktivitas antioksidan tergolong kuat jika nilai  $IC_{50}$  kurang dari 50 mg/L, aktif jika nilai  $IC_{50}$  50-100 mg/L, sedang jika nilai  $IC_{50}$  101-250 mg/L, lemah jika nilai  $IC_{50}$  250-500 mg/L, dan tidak aktif jika nilai  $IC_{50}$  lebih besar dari 500 mg/L. Semakin kecil nilai  $IC_{50}$  maka aktivitas peredaman radikal bebas semakin tinggi[8].

### 3.5 Pengujian Sitotoksik dengan Metode Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

Didapatkan grafik antara nilai probit dengan log konsentrasi seperti pada Gambar 3.



Gambar 3 Hubungan nilai probit dengan log konsentrasi

Berdasarkan Gambar 3 dapat dilihat bahwa konsentrasi larutan sebanding dengan jumlah udang yang mati, semakin besar konsentrasi ekstrak yang digunakan maka semakin besar angka kematian larva udang. Nilai  $LC_{50}$  ekstrak daun jarak merah dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5 Nilai  $LC_{50}$  ekstrak daun jarak merah

No.	Ekstrak	$LC_{50}$ (mg/L)
1	Heksana	59,7310

2	Etil asetat	16,4589
3	Metanol	97,3614

Berdasarkan nilai toksisitas dalam tumbuhan dapat dikatakan sangat toksik jika  $LC_{50} \leq 30$  mg/L, bersifat toksik jika  $31 \text{ mg/L} \leq LC_{50} \leq 1000$  mg/L dan dikatakan bersifat tidak toksik jika  $LC_{50} > 1000$  mg/L. Dari literatur tersebut dapat dikatakan bahwa ekstrak etil asetat daun jarak merah bersifat sangat toksik karena nilai  $LC_{50}$  yang diperoleh  $\leq 30$  mg/L dan ekstrak metanol dan heksana bersifat toksik karena berada pada  $31 \text{ mg/L} \leq LC_{50} \leq 1000$  mg/L[9].

#### 4. KESIMPULAN

Berdasarkan dari hasil penelitian yang telah dilakukan terhadap daun jarak merah yang diekstraksi menggunakan metode maserasi, dapat disimpulkan bahwa ekstrak daun jarak merah positif mengandung senyawa flavonoid, fenolik, triterpenoid, steroid dan saponin. Pada ekstrak metanol daun jarak merah memiliki kandungan fenolik total paling banyak yaitu 5,345 mg GAE/10 mg ekstrak kering diikuti ekstrak etil asetat (3,15 mg GAE/10 mg ekstrak kering) dan ekstrak heksana (0,61 mg GAE/10 mg ekstrak kering). Pada uji aktivitas antioksidan dilihat dari nilai  $IC_{50}$  ekstrak metanol tergolong antioksidan kuat (29,568 mg/L), pada ekstrak etil asetat tergolong antioksidan aktif (87,116 mg/L), sedangkan ekstrak heksan tergolong tidak aktif antioksidan (594,392 mg/L). Hal ini membuktikan bahwa senyawa fenolik yang terdapat pada ekstrak sebanding dengan aktivitas antioksidannya. Pada uji toksisitas BSLT sesuai dengan nilai  $LC_{50}$  ekstrak etil asetat daun jarak merah memiliki sifat sangat toksik (16,4589 mg/L), pada ekstrak metanol dan ekstrak heksan memiliki sifat toksik 97,3644 mg/L (metanol); 59,4589 mg/L (heksan).

#### REFERENSI

- [1] Dalimartha, S.: Atlas Tumbuhan Obat Indonesia Jilid 4. *Puspa Swara* 2008
- [2] S. O. Olabanji, A.; C. Adebajo, O.; R. Omobuwajo et al.: PIXE analysis of some Nigerian anti-diabetic medicinal plants (II). *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B: Beam Interactions With Materials and Atoms* 2014, vol. 318, pp. 187-190.
- [3] S. L. Cartaxo, M.; M. de Almeida Souza.; U. P. de Albuquerque.: Medicinal plants with

bioprospecting potential used in semi-arid northeastern Brazil. *Journal of Ethnopharmacology* 2010, vol. 131, no. 2, pp. 326-342.

- [4] Utami, P.: Buku Pintar Tanaman Obat .Cetakan Pertama. Tangerang: PT. Agromedia Pustaka 2008. ISBN : 979-006-194-3.
- [5] Pourmorad, F.; Hossenimehr, S.J., Shahabimajd, N.; Antioxidant activity, phenol and flavonoid contents of some selected Iranian medicinal plants, *African Journal of Biotechnology*. 2006. 5 (11) : 1142-1145.
- [6] Prawirodiharjo, E.: Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Toksisitas Ekstrak Etanol 70% dan Ekstrak Air Kulit Batang Kayu Jawa (*Lannea coromandelica*). *Skripsi*. Program Studi Farmasi Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan UIN Syarif Hidayatullah Jakarta, 2014.
- [7] Nurdyana, M.; Syafii, W.; Sari, R.K.: Aktivitas Antioksidan Zat Ekstraktif dari Pohon Minda (*Melia azedarach* L.). *Skripsi* 2012, Bogor, Departemen Hasil Hutan Institut Pertanian Bogor.
- [8] Putri, Ade Apriliana Surya.; Hidajati, Nurul.: Uji Aktivitas Antioksidan Senyawa Fenolik Ekstrak Metanol Kulit Batang Tumbuhan Nyiri Batu (*Xylocarpus moluccensis*). *UNESA Journal of Chemistry* 2015, Vol.4., No.1.
- [9] Ningdyah, A.W.; Alimuddin, A.H.; Jayuska, A.: Uji Toksisitas Dengan Metode Bslt (Brine Shrimp Lethality Test) Terhadap Hasil Fraksinasi Ekstrak Kulit Buah Tampoi (*Baccaurea macrocarpa*), *JKK*, 2015, 4(1), 75-83

## **PENENTUAN AKTIVITAS ANTIOKSIDAN, KANDUNGAN FENOLIK TOTAL DAN UJI SITOTOKSIK DARI EKSTRAK DAUN JARAK MERAH (*Jatropha gossypifolia* Linn)**

**Norman Ferdinal, Adlis Santoni, Yongki Vernando**

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Kampus Limau Manis, Padang, 25163 Indonesia  
\*E-mail: [ferdinalnorman@yahoo.co.id](mailto:ferdinalnorman@yahoo.co.id)

**Abstrak** : Jarak merah merupakan tumbuhan semak yang tergolong dalam keluarga *Euphorbiaceae*. Tumbuhan ini banyak tumbuh liar di pinggir jalan atau di tempat terbuka yang terkena sinar matahari. Jarak merah banyak dimanfaatkan sebagai obat tradisional seperti obat luka, borok, bisul, gatal-gatal dan demam. Penentuan kandungan fenolik total dengan metode *Folin-Ciocalteu*, aktivitas antioksidan dilakukan dengan metode DPPH (*1,1-diphenyl-2-picrylhydrazil*), sitotoksik dengan uji larva udang dengan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*). Hasil penelitian menunjukkan bahwa kandungan fenolik total paling tinggi terdapat pada ekstrak metanol (7,79 mg GAE/10 mg ekstrak). Untuk ekstrak etil asetat dan heksana memiliki kandungan fenolik total sebesar 3,17 mg GAE/10 mg ekstrak dan 2,97 mg GAE/10 mg ekstrak. Aktivitas antioksidan ekstrak metanol dan etil asetat bersifat aktif sebagai antioksidan dengan nilai  $IC_{50}$  38,008 mg/L (metanol); 57,248 mg/L (etil asetat); dan ekstrak heksana tidak memiliki sifat antioksidan dengan nilai  $IC_{50}$  sebesar 287,983 mg/L. Semakin tinggi kandungan fenolik total menunjukkan aktivitas antioksidan semakin kuat. Dari nilai  $LC_{50}$  menunjukkan bahwa ketiga ekstrak bersifat toksik dengan nilai  $LC_{50}$  pada ekstrak metanol (159,220 mg/L), ekstrak etil asetat (123,310 mg/L) dan ekstrak heksana (89,743 mg/L).

**Kata kunci** : *Jatropha gossypifolia* L., antioksidan, total fenolik dan toksisitas.

### **1. PENDAHULUAN**

Indonesia merupakan salah satu negara tropis yang memiliki keanekaragaman hayati yang tinggi dengan flora dan fauna yang beragam. Indonesia memiliki ribuan jenis tumbuhan yang sudah hampir punah dan harus dilestarikan dan dimanfaatkan sebagai obat. Sekitar 940 dari 30.000 jenis tumbuhan yang berkhasiat sebagai obat yang tersimpan dalam hutan Indonesia[1]. Menurut Ditjen POM (1991) ada 283 spesies tumbuhan obat yang sudah terdaftar digunakan oleh industri obat tradisional di Indonesia, diantaranya 180 spesies tumbuhan obat yang berasal dari hutan tropika[2].

Obat tradisional memiliki kelebihan diantaranya mudah diperoleh, harganya lebih murah, dapat diramu sendiri dan memiliki efek samping yang lebih kecil dibandingkan obat-obatan dari hasil sintesis bahan kimia. Salah satu tumbuhan di

Indonesia yang dapat dimanfaatkan sebagai obat tradisional adalah jarak merah (*Jatropha gossypifolia* L). Tanaman ini berasal dari Amerika Selatan. Jarak merah mudah tumbuh disekitar pekarangan rumah dan banyak dimanfaatkan sebagai obat diantaranya luka, borok, bisul, gatal-gatal, demam, sakit perut, sakit gigi, sakit kepala dan bengkak(Torokano, Khumaidi, Nugrahani 2018)[3].

Berdasarkan beberapa penelitian menunjukkan bahwa jarak merah memiliki kandungan senyawa antraquinon, flavonoid, fenolik, saponin, tannin (plobatannin), dan terpenoid[4]. Flavonoid merupakan salah satu golongan senyawa metabolit sekunder yang memiliki sifat antioksidan yang tinggi[5].

Kandungan senyawa metabolit sekunder pada tumbuhan jarak merah tersebut banyak yang sudah diketahui aktivitas biologisnya, diantaranya sitotoksik, antibakteri, antikanker dan antioksidan<sup>6</sup>.

Oleh karena itu, peneliti mengekstrak senyawa metabolit sekunder yang terkandung pada daun jarak merah dengan bermacam pelarut dan diuji bioaktivitasnya. Ekstrak tersebut akan dilakukan uji aktivitas antioksidan menggunakan *1,1-diphenyl-2-picrylhydrazil* (DPPH), penentuan kandungan fenolik total menggunakan Folin-Ciocalteu dan uji sitotoksik menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) dari ekstrak daun jarak merah untuk mengetahui kemampuan sel bertahan hidup karena adanya senyawa uji yang diberikan.

## 2. METODOLOGI PENELITIAN

### 2.1 Alat

Alat yang digunakan adalah maserator (botol gelap), beberapa peralatan gelas, aluminium foil, kertas saring, tisu, botol vial, seperangkat alat destilasi, neraca analitik dan teknis, grinder, oven, seperangkat alat *rotary evaporator*, dan spektro UV-VIS, dan wadah penetasan telur udang *Artemia salina*.

### 2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan adalah sampel kering daun jarak merah. Pelarut teknis yang sudah didestilasi (heksana, etil asetat, dan metanol). Pereaksi untuk uji fitokimia (raksa(II)klorida, kalium iodida, besi(III)klorida, asam klorida, asam sulfat p.a, bubuk Mg, kloroform, anhidrida asetat, Natrium Hidroksida, amoniak), metanol, etil asetat, heksana, akuades, DPPH, reagen *Folin-Ciocalteu*, natrium karbonat, asam galat, asam askorbat, aquades, air laut, dan udang *Artemia salina*.

### 2.3 Pengujian aktivitas antioksidan

Sebanyak 2 mL larutan uji dimasukkan ke dalam botol vial, ditambahkan dengan 3 mL DPPH 0,1 mM. Setelah penambahan DPPH didiamkan selama 30 menit. Larutan diukur absorban pada panjang gelombang 517 nm. Berdasarkan absorban yang didapatkan, dihitung persentase inhibisi dengan rumus berikut:

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

Setelah didapatkan nilai persentase inhibisi dari perhitungan, maka nilai IC<sub>50</sub> dari masing-masing ekstrak dapat diketahui

dengan menggunakan persamaan regresi dari data yang didapatkan[10].

### 2.4 Uji Fenolik total

Ekstrak daun jarak merah sebanyak 0,1 g dilarutkan dengan 100 mL metanol didalam labu ukur 100 mL. Sebanyak 1 mL larutan induk dilarutkan dengan 10 mL didalam labu ukur 10 mL sehingga didapatkan konsentrasi 100 mg/L. Sebanyak 0,5 mL larutan dimasukkan ke dalam labu ukur 10 mL ditambahkan 0,5 mL reagen *Folin-Ciocalteu* dan didiamkan selama 5 menit. Kemudian ditambahkan 1 mL larutan natrium karbonat 20% (b/v) dan ditambahkan akuades hingga tanda batas, larutan didiamkan selama 2 jam dan diukur absorban larutan pada panjang gelombang 765 nm. [12].

### 2.5 Uji Aktivitas Sitotoksik

Larutan uji yang telah disiapkan diambil sebanyak 5 mL kemudian diuapkan pelarutnya, kemudian ditambahkan 50 µL DMSO dan 2 mL air laut. Hal yang sama juga dilakukan terhadap kontrol. Sebanyak 10 ekor larva udang yang telah ditetaskan selama 48 jam dimasukkan kedalam larutan uji dan kontrol. Setelah itu volume masing-masing larutan uji dan kontrol dicukupkan hingga 5 mL dengan air laut. Jumlah larva yang mati dihitung 1x12 jam selama 24 jam.

## 3. HASIL DAN DISKUSI

### 3.1 Uji Fitokimia Daun Jarak merah

Tabel 1. Hasil uji fitokimia daun jarak merah

Uji Kualitatif	Pengamatan	Keterangan
Flavonoid	Jingga-merah	(+)
Fenolik	Hijau pekat	(+)
Triterpenoid	Merah	(+)
Steroid	Hijau	(+)

Alkaloid	Tidak timbul endapan putih	(-)
Saponin	Tidak berbusa	(-)

Berdasarkan Tabel 1 diatas dapat diketahui bahwa daun jarak merah mengandung beberapa senyawa metabolit sekunder seperti flavonoid, fenolik, steroid dan triterpenoid.

### 3.2 Ekstraksi Daun Jarak Merah

Hasil ekstraksi sampel bunga kembang bulan dapat dilihat pada Tabel 2.

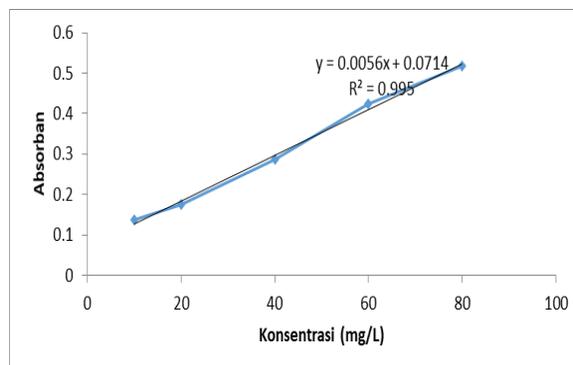
Tabel 2 Hasil ekstraksi daun jarak merah

Pelarut	Jumlah penyaringan	Jumlah ekstrak (gram)
heksana	3 kali	2,5460
etil asetat	11 kali	30,624
Metanol	11 kali	37,989

Berdasarkan Tabel 2 diketahui bahwa ekstrak metanol memiliki jumlah yang lebih banyak dibandingkan ekstrak lainnya, hal ini menandakan bahwa daun jarak merah lebih banyak mengandung senyawa polar.

### 3.3 Pengujian Fenolik Total Ekstrak Daun Jarak Merah

Penentuan kandungan fenolik total dilakukan dengan pengukuran absorban dari variasi konsentrasi larutan standar asam galat menggunakan spektrofotometri UV-Vis pada panjang gelombang 765 nm. Kurva regresi larutan asam galat dapat dilihat pada Gambar 1.



Gambar 1 Kurva regresi larutan standar asam galat

Berdasarkan Gambar 1 dapat dilihat bahwa kenaikan konsentrasi asam galat sebanding dengan nilai absorban yang diperoleh. Hal ini disebabkan oleh senyawa fenolik yang terdapat pada sampel mereduksi asam heteropoli (fosfomolibdat-fosfotungstat) pada reagen *Folin-Ciocalteu* menjadi kompleks molibdenum tungsten menghasilkan larutan warna biru.

Kandungan fenolik total yang diperoleh dari ekstrak heksana, etil asetat dan metanol secara berturut-turut adalah sebesar 2,97 ; 3,17 ; dan 7,79 mg GAE/10 mg ekstrak. Untuk hasil pengukuran kandungan fenolik total dari ketiga ekstrak tersebut dapat dilihat pada Tabel 3.

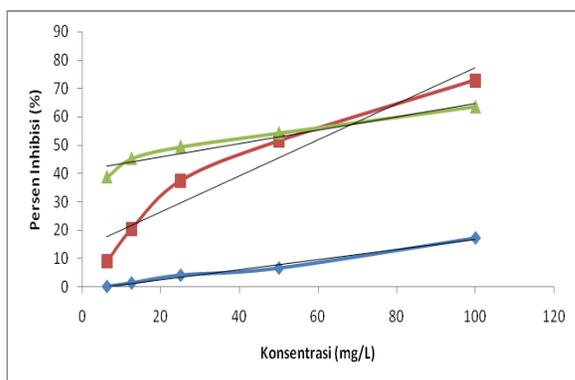
Tabel 3 Hasil uji fenolik total dari ekstrak daun jarak merah ( $\lambda = 765 \text{ nm}$ )

Ekstrak	Absorban	Rata-rata	Pengenceran GAE
Heksana	0,235	0,2195	2,97
	0,204		
Etil asetat	0,236	0,2295	3,17
	0,223		
Metanol	0,452	0,4605	7,79
	0,469		

Berdasarkan hasil penelitian diperoleh kandungan fenolik total ekstrak metanol daun jarak merah sebesar 7,79 mg GAE/10 mg ekstrak artinya setiap 10 mg ekstrak mengandung senyawa fenolik sebesar 7,79 mg. Ekstrak metanol memiliki kandungan fenolik total lebih tinggi dibandingkan dengan ekstrak lainnya karena metanol bersifat polar dan senyawa fenolik juga bersifat polar sehingga mampu mengekstrak senyawa fenolik yang lebih baik dibandingkan pelarut lainnya. Senyawa fenolik di alam bersifat polar oleh karena itu banyak terdapat pada ekstrak metanol[6].

### 3.4 Pengujian Aktivitas Antioksidan Daun Jarak Merah

Pengujian aktivitas antioksidan menggunakan metode DPPH karena metode ini digunakan karena merupakan metode yang sederhana, mudah, dan menggunakan sampel dalam jumlah sedikit dengan waktu yang singkat[11]. Grafik aktivitas dari ekstrak daun jarak merah dapat dilihat pada Gambar 2.



Gambar 2 Aktivitas antioksidan ekstrak daun jarak merah

Berdasarkan Gambar 2 dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi maka persen inhibisi yang dihasilkan juga semakin besar. Hal ini disebabkan karena banyak terdapat senyawa aktif dalam larutan sampel untuk mereduksi DPPH menjadi DPPH-H yang ditandai dengan perubahan warna ungu menjadi kuning[6]. Berdasarkan persamaan regresi yang diperoleh menandakan adanya hubungan korelasi yang erat antara konsentrasi dengan persen inhibisi. Dari persamaan

regresi diatas dapat ditentukan nilai konsentrasi inhibisi ( $IC_{50}$ ). Nilai  $IC_{50}$  masing-masing ekstrak dapat dilihat pada Tabel 4.

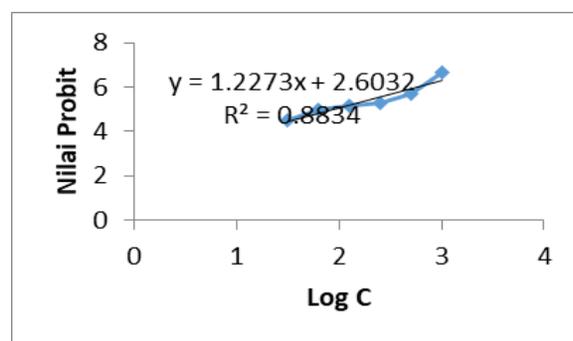
Tabel 4 Nilai konsentrasi inhibisi ( $IC_{50}$ ) dari ekstrak daun jarak merah

No.	Ekstrak	$IC_{50}$ (mg/L)
1	Heksana	287,983
2	Etil asetat	57,248
3	Metanol	38,008

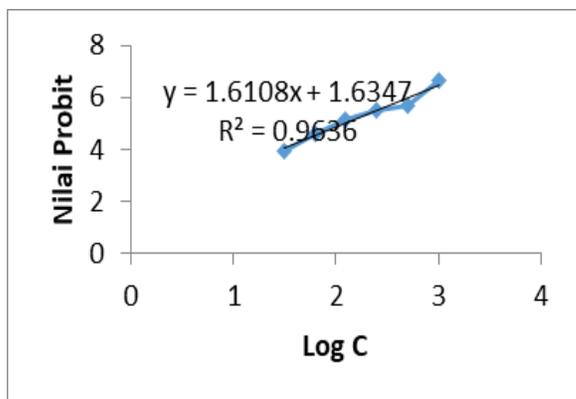
Berdasarkan nilai  $IC_{50}$  yang diperoleh ekstrak metanol bersifat sebagai antioksidan yang sangat kuat, dan ekstrak etil asetat bersifat sebagai antioksidan kuat, sedangkan ekstrak heksana tidak memiliki sifat antioksidan. Dikatakan antioksidan sangat kuat apabila nilai  $IC_{50}$  kurang dari 50 mg/L, kuat apabila  $IC_{50}$  antara 50-100 mg/L, sedang apabila nilai  $IC_{50}$  berkisar antara 100-150 mg/L, dan lemah apabila nilai  $IC_{50}$  berkisar antara 150-200 mg/L serta tidak aktif apabila lebih besar dari 200 mg/L[10].

### 3.5 Pengujian Sitotoksik dengan Metode Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)

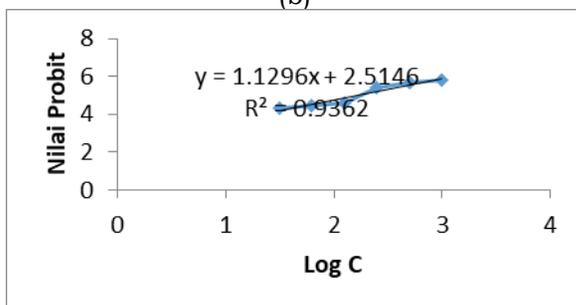
Didapatkan grafik antara nilai probit dengan log konsentrasi seperti pada Gambar 3.



(a)



(b)



(c)

Gambar 3 Hubungan nilai probit dengan log konsentrasi (a) ekstrak heksana, (b) ekstrak etil asetat, dan (c) ekstrak metanol

Berdasarkan Gambar 3 dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi ekstrak yang digunakan maka semakin besar angka kematian larva udang. Hal ini disebabkan karena semakin banyak senyawa kimia aktif yang terdapat dalam sampel untuk masuk kedalam sel larva udang yang menyebabkan kemampuan bertahan hidup larva udang semakin menurun. Nilai  $LC_{50}$  ekstrak daun jarak merah dapat dilihat pada Tabel 5.

Tabel 5 Nilai  $LC_{50}$  ekstrak daun jarak merah

No.	Ekstrak	$LC_{50}$ (mg/L)
1	heksana	89,743
2	Etil asetat	123,310
3	Metanol	159,220

Berdasarkan nilai  $LC_{50}$  yang didapatkan ekstrak n-heksan, etil asetat dan metanol dapat dikatakan bersifat toksik karena nilai  $LC_{50}$  berkisar antara 31-1000 mg/L. Apabila

nilai  $LC_{50}$  kecil dari 30 mg/L bersifat sangat toksik sedangkan besar dari 1000 mg/L bersifat tidak toksik[17].

#### 4. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan terhadap daun jarak merah dapat disimpulkan bahwa kandungan fenolik total terbanyak terdapat pada ekstrak metanol (7,79 mg GAE/10 mg ekstrak kering). Aktivitas antioksidan dengan menggunakan metode DPPH menunjukkan bahwa ekstrak metanol bersifat antioksidan sangat kuat ( $IC_{50}$  38,09), ekstrak etil asetat menunjukkan sifat antioksidan yang kuat (57,248 mg/L), sedangkan ekstrak heksana tidak memiliki sifat antioksidan ( $IC_{50}$  287,983 mg/L). Aktivitas sitotoksik ekstrak n-heksan, etil asetat dan metanol bersifat toksik yang memiliki nilai  $LC_{50}$  masing-masing yaitu 89,743; 123,310; dan 159,220 mg/L.

#### REFERENSI

- [1] S. Torokano, A. Khumaidi, and A. W. Nugrahani, "Aktivitas Antibakteri Ekstrak Etanol Daun Jarak Merah ( *Jatropha gossypifolia* ) Terhadap Bakteri *Escherichia coli* dan *Staphylococcus aureus* Antibacterial Activity Of Ethanol Extract *Jatropha gossypifolia* L . Leaves againts *Escherichia coli* and *Staphylococ*," vol. 7, no. 1, pp. 117–126, 2018.
- [2] Dorly, "Potensi tumbuhan obat indonesia dalam pengembangan industri agromedisin," *Makal. Pribadi Sekol. Pasca Sarj. Inst. Pertan. Bogor*, no., pp. 1–10, 2005.
- [3] C. Auvin-Guette, C. Baraguey, A. Blond, J. L. Pousset, and B. Bodo, "Cyclogossine B, a cyclic octapeptide from *Jatropha gossypifolia*," *J. Nat. Prod.*, vol. 60, no. 11, pp. 1155–1157, 1997.
- [4] R. Article, "Available online t/hrough," *Int. J. Res. Ayurveda*, vol. 1, no. 1, pp. 55–62, 2010.
- [5] N. Maulidha, A. Fridayanti, M. A.

- Masruhim, F. Farmasi, U. Mulawarman, and K. Timur, "Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Daun Sirih Hitam (*Piper sp.*) Terhadap DPPH (1,1-diphenyl-2-picrylhidrazyl)," no. 2004, pp. 16–20, 2011.
- [6] D. Fermanasari, T. A. Zahara, and M. A. Wibowo, "Uji Total Fenol, Aktivitas Antioksidan dan Sitotoksitas Daun Akar Bambak (*Ipomoea sp.*)," vol. 5, no. 4, 2016.
- [7] J. Ilmiah *et al.*, "Penetapan Kadar Fenolik Total dan Flavonoid Total Ekstrak Beras Hitam (*Oryza sativa L*) dari Kalimantan Selatan," vol. 2, no. September, pp. 327–335, 2017.
- [8] J. Sandoval - Castillo, J. Ramirez - Gonzalez, and C. Villavicencio - Garayzar, "First record of basking shark (*Cetorhinus maximus*) in Mexico?," *Mar. Biodivers. Rec.*, vol. 1, no. 2, p. e19, 2008.
- [9] M. arna Ekawati, W. Suirta, and sri rahayu Santi, "Isolasi dan Identifikasi Senyawa Flavonoid pada Daun Sembukan (*Paederia foetida L*) Serta Uji Aktivitasnya Sebagai Antioksidan," *J. Kim.*, vol. 1, no. 11, p. 47, 2017.
- [10] E. Agustina, "Uji Aktivitas Senyawa Antioksidan Dari Ekstrak Daun Tiin (*Ficus carica Linn*) dengan Pelarut Air, Metanol dan Campuran Metanol-Air," vol. 1, no. 1, pp. 38–47, 2017.
- [11] M. Riza Marjoni and A. Devi Novita, "Kandungan Total Fenol Dan Aktivitas Antioksidan Ekstrak Air Daun Kersen (*Muntingia calabura L.*) Total Content of Fenol and Antioxidant Activity of The Aqueous Extract of Cherry Leaf (*Muntingia calabura L.*)," *J. Kedokt. Yars.*, vol. 23, no. 3, pp. 187–196, 2015.
- [12] Suryati, A. Santoni, M. Z. Kartika, and H. Aziz, "Antioxidant activity and total phenolic content of ethyl acetate extract and fractions of *Lantana camara L.* leaf," *Der Pharma Chem.*, vol. 8, no. 8, pp. 92–96, 2016.
- [13] B. Meyer, N. Ferrigni, J. Putnam, L. Jacobsen, D. Nichols, and J. McLaughlin, "Brine Shrimp: A Convenient General Bioassay for Active Plant Constituents," *Planta Med.*, vol. 45, no. 5, pp. 31–34, 1982.
- [14] S. A. Aboaba, M. A. Adebayo, I. A. Ogunwande, and T. O. Olayiwola, "Volatile constituents of *Jatropha gossypifolia L.* grown in Nigeria," *Am. J. Essent. oils Nat. Prod.*, vol. 2, no. 4, pp. 8–11, 2015.
- [15] C. Journal and R. Mechanics, "4 ( 2 ) , ( 4 ) , , " *Afif Permadi Sutanto Sri Wardatun*, vol. 19, p. 7, 2000.
- [16] F. Dari, T. Jarak, and M. Jatropha, "Isolasi dan Karakterisasi Serta Uji Antioksidan Senyawa Flavonoid dari Tumbuhan Jarak Merah (*Jatropha gossypifolia L.*)."
- [17] Lilybeth F. O. and Olga M. N., "Brine Shrimp Lethality Assay of the Ethanolic Extracts of Three Selected Species of Medicinal Plants from Iligan City , Philippines," *Int. Res. J. Biol. Sci.*, vol. 2, no. 11, pp. 74–77, 2013.
- [18] A. W. Ningdyah, A. H. Alimuddin, and A. Jayuska, "Uji Toksisitas Dengan Metode BSLT (Brine Shrimp Lethality Test) Terhadap Hasil Fraksinasi Ekstrak Buah Tampoi (*Baccaurea macrocarpa*)," *J. Kim. Khatulistiwa*, vol. 4, no. 1, pp. 75–83, 2015.