

# **JURNAL KIMIA UNAND**

ISSN No. 2303-3401

**Volume 9 Nomor 1**

**Maret, 2020**

*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. ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI EKSTRAK METANOL DAUN TUMBUHAN PEGAGAN ( <i>Centella asiatica</i> (Linn) Urban) DAN UJI TOSISITAS Suryati, Emil Salim, Syafira Aghnia Adhianti	1-8
2. AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN SITOTOKSIK SERTA KANDUNGAN FENOLIK TOTAL EKSTRAK KULIT BATANG KEDONDONG ( <i>Spondias dulcis</i> ) Afrizal Itam, Mai Efdi, Siti Rukmana	9-18
3. SINTESIS <i>La-doped</i> SrTiO <sub>3</sub> NANOKUBUS DENGAN METODE SOLVOTERMAL SERTA MEMPELAJARI HANTARAN LISTRIKNYA Yulia Eka Putri, Diana Vanda Wellia, Meyrizka Arnel	19-26
4. UJI KESTABILAN PELAPISAN NANOKOMPOSIT TiO <sub>2</sub> SiO <sub>2</sub> /KITOSAN PADA KATUN TEKSTIL DAN APLIKASINYA SEBAGAI TEKSTIL ANTIBAKTERI <i>Bacillus Subtilis</i> Fajar Nurrahman, Imelda, Yetria Rilda	27-33
5. KARAKTERISASI MINYAK ATSIRI TANAMAN JAHE ( <i>Zingiber officinale</i> ) DARI DAERAH KABUPATEN TANAH DATAR DENGAN GAS CHROMATHOGRAPHY MASS SPECTROMETRY (GC MS) SERTA UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN SITOTOKSIK Adlis Santoni, Annisa Rahmi Z.J, Daimon Syukri	34-45

# ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA METABOLIT SEKUNDER DARI EKSTRAK METANOL DAUN TUMBUHAN PEGAGAN (*Centella asiatica* (Linn) Urban) DAN UJI TOSISITAS

Suryati \*, Emil Salim, Syafira Aghnia Adhianti

Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas  
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163  
\*E-mail: suryati\_chemua@yahoo.com

**Abstrak:** Pegagan (*Centella asiatica* (Linn) Urban) merupakan tumbuhan obat tradisional yang telah lama dimanfaatkan untuk mengobati berbagai penyakit seperti radang, luka, reumatik, asma, tuberkulosis, disentri, dan demam. Berdasarkan uji fitokimia tumbuhan pegagan mengandung beberapa senyawa metabolit sekunder seperti steroid, triterpenoid, flavonoid, fenolik, saponin dan kumarin. Ekstrak daun tumbuhan pegagan telah diketahui memiliki bioaktivitas sebagai, antibakteri, antioksidan dan antitumor. Daun tumbuhan pegagan diekstrak dengan metode maserasi dan diisolasi dengan metode kromatografi kolom gravitasi. Senyawa hasil isolasi dimurnikan dengan cara triturasi. Senyawa hasil isolasi yang diperoleh berupa padatan berwarna putih dengan titik leleh 263°C - 265°C dan menunjukkan spot noda tunggal berwarna ungu pada KLT menggunakan pereaksi Liebermann-Burchard. Data spektrum UV senyawa hasil isolasi tidak menunjukkan adanya ikatan rangkap berkonjugasi. Pada spektrum IR menunjukkan adanya C-H *stretching* dan gugus geminal dimetil yang mengindikasikan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan golongan triterpen. Senyawa triterpen hasil isolasi tidak menunjukkan sifat toksik terhadap larva udang *Artemia salina* Leach dengan nilai LC<sub>50</sub> sebesar 2746,58 mg/L.

**Kata Kunci:** Pegagan, triterpen, toksistas

## 1. Pendahuluan

*Centella asiatica* (Linn) Urban merupakan tumbuhan dari famili Apiaceae yang tumbuh subur di Malaysia, Indonesia, India, Cina dan bagian lain di Asia.[1] Pegagan (*Centella asiatica* (L.) Urb.) telah lama dimanfaatkan sebagai obat tradisional dalam bentuk bahan segar, kering maupun dalam bentuk ramuan atau jamu. Di Asia Tenggara pegagan telah banyak dimanfaatkan sebagai obat untuk penyembuhan luka, radang, reumatik, asma, wasir, tuberkulosis, lepra, disentri, demam dan penambah selera makan. Di India dan Sri Langka, pegagan dimanfaatkan sebagai obat untuk memperlancar sirkulasi darah, bahkan dianggap lebih bermanfaat dibandingkan dengan ginseng.[2]

Pegagan mengandung flavanoid seperti kaempferol, quercetin dan juga kaya akan Vitamin C, Vitamin B1, Vitamin B2, niasin,

karoten dan Vitamin A. [3,4] Dari pegagan juga dapat diperoleh minyak atsiri dan lemak yang terdiri dari gliserida dari asam palmitat, stearat, lignoserik, dan asam oleat.[5]

Pada penelitian sebelumnya J. Sugunabai *et al* (2015) telah melakukan uji akitivitas antioksidan terdahap ekstrak air tumbuhan pegagan.[6] Farhana *et al* (2017) melakukan uji aktivitas antimikroba dari ekstrak etanol, metanol dan ekstrak air tumbuhan pegagan terhadap *Bacillus subtilis* dan *Aspergillus niger*.[7] Rahmi (2019) juga melaporkan telah melakukan isolasi dan karakterisasi senyawa triterpenoid dari ekstrak etil asetat daun tumbuhan pegagan dan uji aktivias anti bakteri.[8]

Isolasi dan karakterisasi senyawa metabolit sekunder dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan dan uji toksisitas terhadap isolatnya belum dilakukan. Sehingga pada penelitian ini akan dilakukan isolasi dan karakterisasi

senyawa metabolit sekunder dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan dan uji toksisitas dengan menggunakan metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*).

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Alat

Peralatan yang digunakan selama penelitian ini terdiri dari peralatan gelas pada penelitian kimia, grinder, maserator, rotary evaporator (Heidolp Labora 4000), seperangkat alat distilasi, oven, kolom kromatografi, plat KLT (Kromatografi Lapis Tipis), timbangan analitik, chamber, pipa kapiler, lampu UV (254-356 nm), spektrofotometer UV-Vis (*Thermo Scientific spectrophotometer Genesys 10s*), spektrofotometer *Fourier Transform InfraRed (FTIR)* (Parkin Elmer "Frontier") dan *Melting Point Apparatus* (Stuart® SMP 10).

### 2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu 10 kg daun tumbuhan pegagan (*Centella asiatica* (Linn) Urban) segar, pelarut teknis yang telah didistilasi yaitu heksana, etil asetat, dan metanol, akuades, kertas saring, aluminium foil, plastik warp, air laut dan telur udang *Artemia salina* Leach. Fasa diam yang digunakan pada kromatografi kolom yaitu silika gel 60 F<sub>254</sub>. Bahan yang digunakan untuk uji fitokimia yaitu pereaksi Meyer (HgCl<sub>2</sub> dan KI) 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, dan natrium hidroksida untuk identifikasi kumarin.[9]

### 2.3 Prosedur Penelitian

Penelitian ini dilakukan dalam beberapa tahapan, diantaranya:

#### 2.3.1 Persiapan sampel dan ekstraksi

Daun segar tumbuhan pegagan dikumpulkan sebanyak 10 kg, kemudian dikering anginkan selama 4 minggu pada suhu kamar, dihaluskan dengan gerinder dan ditimbang. Untuk memperoleh ekstrak, sampel serbuk halus (1,1 kg) dimaserasi

secara bertingkat dengan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol pada suhu ruangan sambil sesekali dilakukan pengadukan. Maserasi untuk setiap pelarut dihentikan ketika tidak adanya bercak noda apabila filtrat diteteskan pada plat KLT ketika dilihat dibawah cahaya lampu UV.

#### 2.3.2 Uji profil fitokimia ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan

Uji Fitokimia dilakukan terhadap ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan. Pada penelitian ini dilakukan identifikasi terhadap senyawa flavonoid, fenolik, triterpenoid, steroid, alkaloid, saponin dan kumarin yang terkandung pada ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan. Prosedur kerja uji profil fitokimia sebagai berikut:

##### a. Pemeriksaan flavonoid

Ekstrak diambil sebanyak 2 mL kemudian ditambahkan sedikit bubuk magnesium dan 2 mL HCl pekat, terbentuknya larutan berwarna jingga sampai merah menunjukkan adanya flavonoid.[10]

##### b. Pemeriksaan fenolik

Ekstrak diambil sebanyak 2 mL dan ditambah larutan besi (III) klorida (FeCl<sub>3</sub>). Apabila warna larutan berubah menjadi biru hingga hijau pekat menandakan positif mengandung fenolik.[10]

##### c. Pemeriksaan triterpenoid dan steroid

Ekstrak diambil sebanyak 2 mL dan ditambah dengan reagen Liebermann-Burchard. Adanya steroid ditandai timbulnya warna hijau atau biru dan triterpenoid menimbulkan warna merah atau ungu.[10]

##### d. Pemeriksaan alkaloid

Ekstrak pekat sebanyak 1 gram dilarutkan dalam kloroform kemudian ditambahkan beberapa tetes amoniak (NH<sub>4</sub>OH). Setelah itu larutan ekstrak dimasukkan dalam tabung reaksi. Ekstrak kloroform dalam tabung reaksi dikocok dengan 10 tetes H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 2 M. Lapisan asam yang terbentuk dipisahkan dalam tabung reaksi lain dan ditambah 2 tetes pereaksi meyer.[11]

##### 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.[11]

f. *Pemeriksaan kumarin*

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 1% maka hal tersebut menandakan adanya senyawa kumarin.[12]

2.3.3 *Isolasi, pemurnian dan penentuan struktur senyawa hasil isolasi*

Isolasi ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan dilakukan dengan metoda kromatografi kolom gravitasi dengan menggunakan silika gel sebagai fasa diam. Sebanyak 50 gram sampel ekstrak metanol digerus bersama silika gel hingga berbentuk bubuk, kemudian dimasukkan kedalam kolom yang telah disiapkan sebelumnya. Sampel dielusi menggunakan pelarut etil asetat dengan sistem elusi isokratik. Hasil elusi atau eluat dikumpulkan dalam botol vial.

Terhadap setiap eluat dilakukan uji KLT dengan interval 5 vial untuk melihat pola pemisahannya. Eluat dengan pola pemisahan yang sama digabung dan dikelompokkan menjadi satu fraksi.

Dari hasil uji KLT didapatkan 7 fraksi (A-G), terhadap fraksi B dilakukan kromatografi lebih lanjut menggunakan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol sistem elusi SGP (*step gradient polarity*). Eluat ditampung dengan botol vial, kemudian terhadap eluat yang diperoleh dilakukan dengan cara yang sama dengan kromatografi awal untuk memperoleh fraksi-fraksi. Sehingga dari hasil uji KLT didapatkan 11 subfraksi (B.1-B.11).

Fraksi B.3 dipisahkan lebih lanjut dengan metode kromatografi kolom gravitasi menggunakan pelarut heksan:etil asetat (10:0-9:1) dengan sistem elusi SGP. Eluat yang diperoleh ditampung dalam botol vial, sehingga diperoleh 28 vial. Vial 18-26 digabung menjadi satu subsub fraksi (B.3.1) karena memiliki pola pemisahan yang

sama saat uji KLT. Terhadap subsub fraksi B.3.1 dilakukan pemurnian dengan metode triturasi menggunakan pelarut heksana sampai didapatkan senyawa murni.

2.3.4 *Uji kemurnian senyawa hasil isolasi*

Uji kemurnian senyawa hasil isolasi dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan dilakukan dengan metoda kromatografi lapis tipis dan pengukuran titik leleh. Prosedur kerja uji kemurnian senyawa hasil isolasi sebagai berikut:

a. *Pengujian dengan metoda kromatografi lapis tipis*

Pelat kromatografi yang digunakan berupa pelat jadi, yaitu pelat DC Alufolien Kieselgel 60 F<sub>254</sub> Merck (20x20 cm). Senyawa yang akan diperiksa dilarutkan dengan pelarut yang sesuai dan ditotolkan pada pelat menggunakan kapiler, kemudian dielusi. Elusi dilakukan berulang-ulang dengan menggunakan perbandingan eluen heksana:etil asetat (7:3) dengan volume total 10 mL. Selain itu juga dilakukan satu kali elusi pada pelat KLT yang berbeda sebagai pembanding. Elusi (pengembangan) dilakukan dengan sistem naik dalam chamber. Pengamatan hasil elusi (bercak noda) pada lempeng pelat kromatografi, dapat dilihat dibawah sinar lampu UV pada  $\lambda_{254}$  nm dan  $\lambda_{365}$  nm atau dengan cara mengoles pelat yang telah dielusi dengan asam sulfat 2 N, kemudian dipanaskan. Untuk senyawa murni akan memberikan bercak noda tunggal, meskipun digunakan eluen dengan berbagai jenis kepolaran.

b. *Pengukuran titik leleh*

Alat yang digunakan adalah Melting Point Apparatus (Stuart SMP 10). Senyawa hasil isolasi yang diperiksa titik lelehnya dibubuhkan secukupnya pada lempeng kaca (*deck glass*) yang ditaruh diatas pelat logam yang dipanaskan dengan listrik. Suhu dapat dibaca melalui termometer yang terpasang pada pelat logam. Suhu dinaikkan dengan mengubah arus yang masuk kedalam alat pemanas. Senyawa hasil isolasi diamati melalui kaca pembesar, kemudian suhu dinaikkan secara perlahan. Pembacaan titik leleh

dilakukan pada saat kristal mulai meleleh sampai habis. Senyawa yang telah murni akan memiliki rentang titik leleh yang tajam ( $1^{\circ}\text{C}$ -  $2^{\circ}\text{C}$ ) pada saat meleleh.[13]

#### 2.3.5 Karakterisasi senyawa

Karakterisasi senyawa hasil isolasi dilakukan menggunakan spektrofotometer ultraviolet dan inframerah.

#### 2.3.6 Uji toksisitas senyawa hasil isolasi

Pengujian toksisitas dari senyawa hasil isolasi ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan dilakukan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) dengan tahapan berikut:

##### a. Pembenihan udang *Artemia salina* Leach

Telur udang *Artemia Salina* Leach diperoleh dari Laboratorium Biota Sumatera Universitas Andalas. Larva udang diperoleh dengan cara menetas telur udang selama 48 jam dalam wadah pembiakan. Wadah pembiakan terdiri dari 2 bagian, yaitu bagian terang dan gelap. Wadah pembiakan ini kemudian diisi dengan air laut dan telur udang yang akan ditetaskan pada bagian gelap. Setelah menetas larva akan berenang menuju bagian terang.[12]

##### b. Pembuatan larutan uji senyawa hasil isolasi

Persiapan larutan uji dilakukan dengan melarutkan 40 mg senyawa hasil isolasi menggunakan pelarut heksana pada labu 50 mL sehingga didapatkan konsentrasi larutan induk 800 mg/L. Variasi konsentrasi dibuat dengan cara pengenceran bertingkat dari larutan induk yaitu 400; 200; 100; 50; dan 25 mg/L.

##### c. Pengujian toksisitas senyawa hasil isolasi

Variasi konsentrasi larutan senyawa hasil isolasi yang telah disiapkan diambil sebanyak 5 mL kemudian diuapkan pelarutnya, selanjutnya ditambahkan 50  $\mu\text{L}$  DMSO dan 2 mL air laut. Hal yang sama juga dilakukan terhadap kontrol (tanpa senyawa hasil isolasi). 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.[12]

##### d. Analisis data

Parameter dalam uji toksisitas ini adalah jumlah kematian larva *Artemia salina* dari masing-masing konsentrasi dalam vial uji. Jumlah larva mati dianalisis untuk memperoleh persentase mortalitas. Dari persen mortalitas dapat diketahui nilai probit dalam tabel nilai probit. Kemudian nilai  $LC_{50}$  (*Lethal Concentration*) dihitung dengan hubungan nilai logaritma konsentrasi bahan toksik uji dan nilai probit dari persentase mortalitas hewan uji merupakan fungsi linear  $y = a + bx$ .  $LC_{50}$  adalah suatu nilai yang menunjukkan konsentrasi zat toksik yang dapat mengakibatkan kematian organisme hingga 50%.[12]

Suatu fraksi atau ekstrak dikatakan aktif toksisitas bila mempunyai nilai  $LC_{50} \leq 1000 \mu\text{g/mL}$ . Ekstrak atau fraksi dianggap sangat beracun jika memiliki nilai  $LC_{50} < 30 \mu\text{g/mL}$ , beracun jika memiliki nilai  $LC_{50}$  30-1000  $\mu\text{g/mL}$  dan dianggap tidak beracun jika  $LC_{50} > 1000 \mu\text{g/mL}$ . Untuk senyawa murni dikatakan aktif toksisitas bila mempunyai nilai  $LC_{50} \leq 200 \mu\text{g/mL}$ .[14]

### 3. Hasil dan Diskusi

#### 3.1 Hasil Ekstraksi Daun Tumbuhan Pegagan

Dari 10 kg sampel segar yang dikering anginkan diperoleh sampel bubuk halus daun tumbuhan pegagan (*Centella asiatica* (Linn) Urban) sebanyak 1,1 kg jadi dari banyaknya sampel bubuk yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa sampel ini mengandung cukup banyak kadar air yaitu sebanyak 89%. Hasil ekstraksi serbuk halus daun tumbuhan pegagan dengan metoda maserasi secara bertingkat menggunakan pelarut heksana, etil asetat, dan metanol menghasilkan ekstrak dengan berat masing-masing 31,29 gram, 28,47 gram dan 53,17 gram.

### 3.2 Uji Fitokimia Ekstrak Metanol Daun Tumbuhan Pegagan

**Tabel 1.** Hasil uji fitokimia ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan

No	Kandungan Senyawa	Pereaksi	Hasil
1	Flavonoid	HCl pekat + serbuk Mg	+
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 data hasil uji fitokimia dapat dilihat pada tabel 1 bahwa ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan banyak mengandung senyawa metabolit sekunder. Selain itu ekstrak metanol dari daun tumbuhan pegagan ini memiliki massa yang paling besar dibandingkan dengan ekstrak yang lainnya. Sehingga ekstrak metanol ini dipilih untuk diisolasi sehingga dapat diperoleh senyawa murni dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan.

### 3.3 Isolasi Menggunakan Teknik Kromatografi Kolom

Sebanyak 50 gram sampel ekstrak pekat metanol telah dipreabsorpsi menggunakan fasa diam silika gel 60 F<sub>254</sub> yang bertujuan untuk menghomogenkan sampel dengan silika, memperluas permukaan sampel yang digunakan sehingga sampel dapat tertahan dan turun secara bertahap pada saat dielusi dan proses pemisahan dapat berjalan dengan baik. Terhadap sampel ekstrak pekat metanol yang telah dipreabsorpsi dilakukan fraksinasi pada kromatografi kolom menggunakan pelarut etil asetat untuk memisahkan senyawa yang bersifat semi polar pada ekstrak metanol tersebut.

Hasil kromatografi kolom di tampung dengan vial. Sistem elusi yang digunakan adalah isokratik. Hasil kromatografi kolom yang diperoleh sebanyak 298 vial,

kemudian dimonitor dengan kromatografi lapis tipis dibawah sinar lampu UV sehingga diperoleh sebanyak 7 fraksi (A-G). Fraksi B dipisahkan lebih lanjut karena menunjukkan pola pemisahan yang lebih baik dibandingkan fraksi lainnya dan juga memiliki massa yang lebih besar yaitu sebanyak 1,982 gram. Pemisahan Fraksi B dilakukan dengan metoda kromatografi kolom gravitasi dan menggunakan sistem elusi SGP (*step gradient polarity*). Eluen yang digunakan adalah heksana dan etil asetat dengan perbandingan 10:0-0:10 volume total tiap perbandingan adalah 300 mL. Eluat ditampung dalam botol vial 10 mL dan diperoleh 364 vial dan 11 subfraksi gabungan berdasarkan pola pemisahan yang sama yang terlihat pada plat KLT dibawah lampu UV 254 nm dan 365 nm.

Hasil KLT menunjukkan bahwa subfraksi B.3 menunjukkan pola pemisahan yang lebih baik dan memiliki massa cukup banyak yaitu sebesar 0,209 gram. Terhadap subfraksi B.3 dilakukan pemisahan kembali dengan metode kromatografi kolom dan sistem elusi SGP (*Step Gradien Polarity*) sehingga diperoleh sebanyak 28 vial. Pada vial 18 sampai 26 menunjukkan adanya padatan berbentuk kristal menjarum berwarna hijau. Terhadap vial tersebut dilakukan uji KLT dan digabung menjadi menjadi subsubfraksi B.3.1. Padatan yang didapat dimurnikan dengan cara triturasi. Dari hasil pemurnian didapatkan padatan putih berbentuk menjarum dengan masa 40,6 mg.

### 3.4 Hasil Uji Kemurnian Senyawa Hasil Isolasi

#### 3.4.1 Pengujian dengan metoda kromatografi lapis tipis

Senyawa hasil isolasi yang telah dimurnikan dengan cara triturasi selanjutnya diuji dengan plat KLT menggunakan kombinasi eluen heksana dan etil asetat dengan perbandingan 7:3, dari hasil elusi menggunakan plat KLT dihasilkan satu spot noda pada waktu retensi 0,5 yang mengindikasikan bahwa senyawa tersebut merupakan senyawa tunggal (murni).

#### 3.4.2 Pengukuran titik leleh

Senyawa hasil isolasi yang telah diperoleh dari proses pemurnian selanjutnya juga dilakukan pengukuran titik leleh. Suatu senyawa dikatakan murni apabila titik lelehnya mempunyai selisih  $\leq 2^\circ\text{C}$  pembacaan titik leleh dimulai dari kristal meleleh sampai habis meleleh. Berdasarkan hasil pengukuran titik leleh didapatkan titik leleh dari senyawa hasil isolasi yaitu  $263^\circ\text{C} - 265^\circ\text{C}$ . Selisih titik leleh senyawa yang didapatkan adalah  $2^\circ\text{C}$ . Hal ini menunjukkan bahwa senyawa tersebut telah murni.

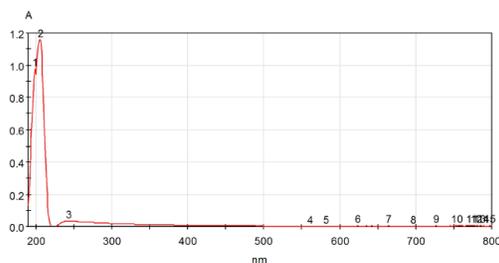
### 3.5 Karakterisasi Senyawa Hasil Isolasi

#### 3.5.1 Analisis data spektroskopi UV-Vis

Analisis menggunakan data spektrum ultraviolet dilakukan untuk mempelajari perubahan tingkat energi elektron dalam molekul yang timbul karena transfer elektron dari orbital- $\pi$  atau orbital non-ikatan. Data ini biasanya memberikan informasi tentang sistem elektron- $\pi$ , tak jenuh berkonjugasi, senyawa aromatik dan lainnya. Hasil karakterisasi UV senyawa murni dicantumkan pada Gambar 1.

**Gambar 1.** Spektrum UV senyawa murni hasil isolasi

Berdasarkan pita serapan yang diperoleh dari spektrum UV pada gambar 1 menunjukkan adanya serapan maksimum



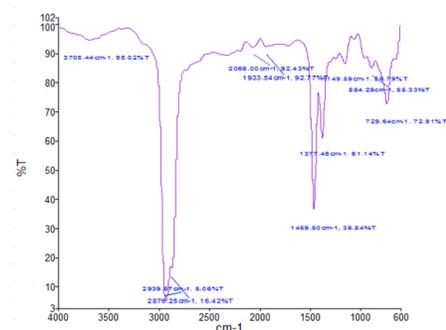
( $\lambda_{\text{maks}}$ ) dengan panjang gelombang 206 nm. Berdasarkan penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Yi-Kao *et al* (2018) tentang lima triterpenoid baru dari *Syzygium samarangense* (Bl.) Merr. et Perry, diperoleh bahwa rentang serapan maksimal ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) UV dari kelima senyawa triterpenoid baru tersebut berkisar antara 202 nm sampai 208 nm. Berdasarkan data yang diperoleh pada penelitian ini serapan maksimal ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) bernilai 206 nm yang mengindikasikan bahwa senyawa yang diperoleh tergolong dalam kelompok senyawa triterpenoid.[15]

#### 3.5.2 Analisis data spektroskopi FTIR

Analisis data spektrum Infrared dilakukan untuk mempelajari perubahan dalam getaran dan gerakan rotasi molekul. Data ini biasanya digunakan untuk menunjukkan ada atau tidaknya gugus fungsional yang memiliki frekuensi getaran spesifik seperti C=O, NH<sub>2</sub>, OH, CH, C-O dan lainnya. Data spektrum IR senyawa murni hasil isolasi menunjukkan adanya beberapa serapan penting. Hasil karakterisasi IR senyawa murni dicantumkan pada Gambar 2.

**Gambar 2.** Spektrum IR senyawa murni hasil isolasi

Dari Gambar 2 dapat diketahui bahwa



padatan senyawa murni hasil isolasi mempunyai serapan pada bilangan gelombang  $2939,57\text{ cm}^{-1}$  dan  $2876,25\text{ cm}^{-1}$  yang menunjukkan adanya vibrasi ulur dari C-H alifatik yang memberi petunjuk kemungkinan adanya gugus metil (CH<sub>3</sub>) dan metilena (CH<sub>2</sub>), kemudian muncul vibrasi tekuk C-H pada bilangan gelombang  $1499,90\text{ cm}^{-1}$  dan  $1377,45\text{ cm}^{-1}$  yang mengindikasikan adanya gugus geminal dimetil sebagai merupakan ciri khas dari senyawa triterpenoid.[16]

#### 3.6 Hasil Uji Toksisitas

Uji toksisitas senyawa hasil isolasi dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan dilakukan untuk mengamati toksisitas senyawa yang diperoleh. Uji toksisitas 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.

Hasil pengamatan terhadap larva udang *Artemia salina* dicantumkan pada Tabel 2. Persentase kematian larva udang pada berbagai variasi konsentrasi dikonversi menjadi nilai probit dengan menggunakan tabel nilai probit sesuai persentase kematian. Dari hasil tersebut menunjukkan bahwa semakin besar konsentrasi ekstrak, maka semakin besar persen kematian udang.

**Tabel 2.** Hasil pengamatan uji toksisitas isolat daun *Centella Asiatica* (L.) Urban

Konsentrasi (mg/L)	Total Larva Mati (ekor)	Persen Kematian (%)	Nilai Probit	log C
25	0,33	3	3,12	1,3979
50	1	10	3,72	1,6990
100	1,33	13	3,87	2,0000
200	2	20	4,16	2,3010
400	2,33	23	4,26	2,6021
800	3	30	4,48	2,9031

Keterangan:

larva udang yang dimasukkan dalam tiap vial berjumlah 10 ekor dan pengujian dilakukan sebanyak tiga kali pengulangan (triplo).

Hasil uji toksisitas senyawa hasil isolasi dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan menunjukkan nilai  $LC_{50}$  sebesar 2746,58 mg/L. Berdasarkan tingkat toksisitas, senyawa hasil isolasi dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan dikategorikan bersifat tidak toksik karena memiliki nilai  $LC_{50}$  yang lebih besar dari 200 mg/L. Dari nilai  $LC_{50}$  yang diperoleh menandakan bahwa senyawa hasil isolasi dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan tidak aktif terhadap pengujian toksisitas karena memiliki nilai  $LC_{50} > 200$  mg/L.

#### 4. Kesimpulan

Senyawa hasil isolasi diperoleh dari ekstrak metanol daun tumbuhan pegagan (*Centella asiatica* (Linn) Urban) berupa padatan berwarna putih dengan titik leleh 263-265°C yang menunjukkan positif triterpenoid dengan menggunakan reagen Liebermann-Burchard. Data spektrum UV menunjukkan tidak adanya ikatan rangkap

berkonjugasi dan dari data spektrum IR juga tidak menunjukkan adanya gugus fungsi sehingga data tersebut mendukung bahwa senyawa hasil isolasi merupakan golongan triterpen. Senyawa hasil isolasi tidak menunjukkan sifat toksik dengan nilai  $LC_{50}$  sebesar 2746,58 mg/L.

#### Referensi

1. Hashim, P.: Mini Review *Centella asiatica* in food and beverage applications and its potential antioxidant and neuroprotective effect. *International Food Research Journal* 2011, 4, 1215-1222.
2. Besung, I. N.: Alternative of Pegagan (*Centella asiatica*) to Disease Prevention in Animal. *Buletin Veteriner Udayana*, 2009, No.2. Vol.1, 61-67.
3. Shakir, S.C.: *Centella Asiatica* (linn.) Urban-A Review. *Natural Product Radiance* 2007, 6(2):158-170.
4. Rashmi, S. P.; Yogendra P.: Pharmacognostic review and phytochemical screening of *Centella asiatica* Linn. *Journal of Medicinal Plants Studies* 2016, 4, 132-135.
5. Jamil, S. S.; Nizami, Q.; Salam, M.: *Centella asiatica* (L) Urban - A review. *Natural products radiance* 2007, 6, 158-170.
6. Sugunabai, J.; Karpagam, T.: Analysis of Functional Compounds and Antioxidant Activity of *Centella Asiatica*. *World Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences* 2015, 4, 1982-1993.
7. Farhana, N. I.; Masrina, M. N.: Antimicrobial Activity of *Centella Asiatica* on *Aspergillus Niger* and *Bacillus Subtilis*. *Chemical Engineering Transactions* 2017, 56, 1381-1386.
8. Rahmi, V. U.; Isolasi Senyawa Triterpenoid dari Ekstrak Etil Asetat Daun Tumbuhan Pegagan (*Centella Asiatica* (Linn) Urban) dan Uji Aktivitas Antibakteri, *Skripsi*, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas, Padang, 2019.
9. Yadav, R. N. S.; Munin, A.: Phytochemical analysis of some medicinal plants. *Journal of Phytochemistry* 2011, 3, 10-14.
10. Dyan, F.; Titin, A. Z.; Muhamad, A. W.: Uji Total Fenol, Aktivitas Antioksidan

- dan Sitotoksitas Daun Akar Bambak (*Ipomoea* sp.). JKK 2016, 5, 68-73.
11. Evi, N.; Yeni, M.; M. Untung, K. A.: Hubungan Kualitas Air dengan Profil Metabolit Sekunder Ekstrak Daging *Holohuria atra* di Perairan Teluk Lampung dan Perairan Garut. *Jurnal Akuatika Indonesia* 2017, 2, 146-154.
  12. Adlis, S.; Handani, P.; Mai, E.: Identifikasi Senyawa Metabolit Sekunder Dan Uji Antioksidan Serta Uji Toksisitas Ekstrak Daun Kayu Ara (*Ficus aurata* (Miq.) Miq.). *Jurnal Kimia Unand* 2016, 5, 1-11.
  13. Dachriyanus.: *Analisis Struktur Senyawa Organik secara Spektroskopi*. Padang: LPTIK Universitas Andalas. 2004.
  14. Dian, H.; Wildan, R.; Rustini; Elmi, N. Z.; Triana, H.: Cytotoxic Activity Screening of Fungal Extracts Derived from the West Sumatran Marine Sponge *Haliclona fascigera* to Several Human Cell Lines: Hela, WiDr, T47D and Vero. *Journal of Applied Pharmaceutical Science* 2018, 8, 055-058.
  15. Yi-Kao, H.; Li, W., Yuan-Yuan, L.; Meng-Jia, L.; Wen, X.; Yan, Z.; Feng, L.; Yong, Z.: Five new triterpenoids from *Syzygium samarangense* (Bl.) Merr. et Perry. *Phytochemistry Letters* 2018, 147-151.
  16. Zetta, Y.; Prasetya, P.: Isolasi Senyawa A-Amirin Dari Tumbuhan *Beilschmiedia Roxburghiana* (Medang) dan Uji Bioaktivitasnya. *Akta Kimindo* 2007, 3, 27-32.

## **AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN SITOTOKSIK SERTA KANDUNGAN FENOLIK TOTAL EKSTRAK KULIT BATANG KEDONDONG (*Spondias dulcis*)**

**Afrizal Itam\*, Mai Efdi, Siti Rukmana**

Laboratorium Kimia Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas  
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

\*E-mail: [afrizalitam@gmail.com](mailto:afrizalitam@gmail.com)

**Abstrak:** Kedondong (*Spondias dulcis*) yang secara tradisional banyak digunakan untuk mengobati berbagai macam penyakit mengandung senyawa metabolit sekunder diantaranya fenolik, flavonoid, steroid dan alkaloid. Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk menentukan aktivitas antioksidan dan sitotoksik, serta kandungan fenolik total dari ekstrak kulit batang kedondong. Metanol, etil asetat, dan n-heksan digunakan untuk memperoleh ekstrak dari kulit batang kedondong dengan metode maserasi. Penentuan kandungan fenolik total dilakukan dengan metode *Folin-Ciocalteu*, aktivitas antioksidan dilakukan dengan metode *1,1-diphenyl-2-picrylhydrazil* (DPPH), dan sitotoksik dengan metode larva udang *Artemia salina* (Brine Shrimp Lethality Test). Hasil penelitian menunjukkan bahwa ekstrak metanol dan etil asetat bersifat sangat kuat sebagai antioksidan dengan nilai  $IC_{50}$  6,703 dan 14.802 mg/L, sedangkan ekstrak heksan bersifat lemah sebagai antioksidan dengan nilai  $IC_{50}$  334.958 mg/L. Nilai  $LC_{50}$  menunjukkan bahwa ekstrak metanol (78.886 mg/L) dan etil asetat (147.809 mg/L) bersifat toksik sedangkan n-heksan (2770.129 mg/L) tidak bersifat toksik. Kandungan fenolik total paling tinggi terdapat pada ekstrak metanol (10,62 mg GAE/10 mg ekstrak kering) dibandingkan etil asetat (2,307 mg GAE/10 mg ekstrak kering) dan n-heksan (0,902 mg GAE/10 mg ekstrak kering). Kandungan fenolik total semakin tinggi dalam ekstrak maka aktivitas antioksidannya semakin kuat.

**Kata Kunci:** *Spondias dulcis*, antioksidan, kandungan fenolik total, sitotoksik

### **1. Pendahuluan**

Keanekaragaman tumbuhan yang dimiliki Indonesia tersebar terutama di pulau-pulau besar yaitu Sumatera, Jawa, Kalimantan, dan Sulawesi [1]. Tahun 2001 berdasarkan hasil SUSENAS (Survei Sosial Ekonomi Nasional), jumlah penduduk yang memanfaatkan obat tradisional mengalami peningkatan dari 15,6% menjadi 30,2% sampai tahun 2006 hingga mencapai 38,30% [2].

Salah satu tumbuhan obat yang dapat digunakan masyarakat dalam kehidupan sehari-hari adalah kedondong dengan famili *Anacardiaceae* yang mengandung senyawa-senyawa rutin dan wogonin yang merupakan golongan flavonoid [4]. Pemanfaatannya sebagai tumbuhan obat tradisional diantaranya meningkatkan penglihatan dan infeksi mata, menyembuhkan gatal-gatal, ulserasi internal, sakit tenggorokan, radang kulit, agen antihiperlipidemia,

mengobati borok, kulit perih, luka bakar, dan disentri. Tumbuhan ini juga dapat digunakan sebagai antihistamin, antioksidan, antivirus, antibakteri, antiinflamasi dan antikanker [3,5,6].

Berdasarkan penelitian sebelumnya ekstrak daun kedondong mampu menghambat pertumbuhan bakteri *Erwinia carotovora* [6], memiliki kemampuan sebagai larvasida terhadap Larva Instar III *Culex quinquefasciatus* [7], mampu menghambat pertumbuhan *Staphylococcus aureus* Resisten Metisilin [8] dan memiliki aktivitas antifungi yang dapat menghambat pertumbuhan jamur *Aspergillus flavus* [9]. Ekstrak etanol daun kedondong dengan dosis 1,5 dan 15 g/kg bb menyebabkan peningkatan berat organ ginjal mencit jantan [10] dan menghambat 8 jenis bakteri patogen dengan merusak pangan, baik bakteri gram positif maupun bakteri gram negatif [11]. Ekstrak n-heksana daun kedondong hutan dengan

konsentrasi 50 mg/mL berpotensi dikembangkan sebagai antituberkulosis [12].

Berdasarkan penelitian yang telah dilaporkan sebelumnya bahwa dibagian daun terkandung senyawa metabolit sekunder yang berpotensi sebagai senyawa aktif dalam mengobati berbagai penyakit sudah banyak diteliti dan dilaporkan, maka pada penelitian ini dilakukan pengekstraksian menggunakan tiga pelarut yang berbeda tingkat kepolarnya terhadap kulit batang kedondong karena jika pada daun terkandung senyawa metabolit tersebut maka pada kulit batang juga berpotensi mengandung senyawa metabolit yang sama. Penentuan kandungan fenolik total dengan metode *Follin-Ciocalteu* untuk melihat pengaruhnya terhadap aktivitas antioksidan, aktivitas antioksidan dengan metode DPPH karena dalam sampel terkandung senyawa-senyawa fenolik yang berfungsi untuk mencegah kanker, serta uji awal antikanker dengan uji toksisitas terhadap larva udang *Artemia salina* karena didalam sampel mengandung senyawa yang memiliki potensi toksisitas akut menggunakan metode BSLT dari ketiga ekstrak kulit batang kedondong.

## 2. Material dan Metode

### 2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian yaitu satu set alat destilasi, filtrat hasil maserasi diuapkan menggunakan rotary evaporator Heidolp WB 2000, penentuan aktivitas antioksidan menggunakan spektrometer Seri UV/VIS 1700, media pertumbuhan brine shrimp disiapkan dengan air laut dalam tangki kecil yang dibagi menjadi dua bagian, neraca analitik, oven, chamber, grinder, botol reagen, dan alat gelas lainnya.

### 2.2 Bahan

Heksana, etil asetat dan metanol yang telah didistilasi untuk mengekstrak dengan metode maserasi. Kloroform, kloroform-amonia, *Mayer*, asam sulfat 2N dan asam sulfat p.a digunakan untuk identifikasi senyawa alkaloid. anhidrida asetat p.a. (Merck) dan asam sulfat pekat

p.a. (Merck) untuk identifikasi triterpenoid dan steroid. Serbuk magnesium dan asam klorida p.a. (Merck) untuk identifikasi senyawa flavonoid. Besi (III) klorida untuk identifikasi senyawa fenolik. Natrium hidroksida 1% untuk identifikasi kumarin. DPPH dan L-asam askorbat untuk uji antioksidan. DMSO untuk uji sitotoksik. Natrium karbonat 20%, reagen *Follin-Ciocalteu*, asam galat dan akuades untuk uji kandungan fenolik total.

### 2.3 Sampel kedondong

Kulit batang kedondong diambil di Kota Padang Sumatera Barat. Kulit batang diidentifikasi di herbarium Jurusan Biologi, Universitas Andalas. Sampel dicuci dan dikeringkan pada suhu kamar dan selanjutnya sampel digrinda menjadi bubuk.

### 2.4 Pengujian Profil Fitokimia Sampel

Sampel segar sebanyak 2 g dipotong kecil-kecil, dimasukkan kedalam tabung reaksi dan diekstrak dengan metanol yang telah dipanaskan diatas nyala spiritus. Campuran disaring dan ditambahkan kloroform:akuades (1:1) masing-masing sebanyak 5 mL, selanjutnya dikocok dan dibiarkan sampai terbentuk dua lapisan kloroform-akuades. Lapisan kloroform berada dibagian bawah digunakan untuk pemeriksaan senyawa triterpenoid dan steroid sedangkan lapisan akuades berada dibagian atas digunakan untuk pemeriksaan senyawa flavonoid, fenolik dan saponin.

#### a. Uji Flavonoid (*Sianidin Test*)

Lapisan akuades sebanyak 2 mL dimasukkan kedalam tabung reaksi, ditambahkan asam klorida pekat dan beberapa butir serbuk magnesium, terbentuknya warna jingga sampai merah menunjukkan adanya flavonoid.

#### b. Uji Fenolik

Lapisan akuades sebanyak 2 mL dimasukkan kedalam tabung reaksi, ditambahkan larutan besi (III) klorida dan diamati perubahan warna larutan. Apabila larutan biru atau ungu menandakan positif mengandung fenolik.

**c. Uji Saponin**

Lapisan akuades sebanyak 2 mL dimasukkan kedalam tabung reaksi dan dikocok. Apabila terbentuknya busa yang tidak hilang selama 5 menit setelah penambahan beberapa tetes asam klorida pekat, menunjukkan adanya saponin.

**d. Uji Triterpenoid dan Steroid**

Lapisan kloroform dipipet dan diteteskan pada lubang plat tetes sebanyak tiga lubang dan dibiarkan kering, kedalamnya ditambahkan setetes anhidrida asetat dan setetes asam sulfat pekat (*Liebermann Burchard*). Terbentuknya warna merah atau ungu menandakan adanya triterpenoid, sedangkan bila terbentuknya cincin warna hijau atau hijau biru menandakan adanya steroid.

**e. Uji Alkaloid**

Tumbuhan kulit batang kedondong sebanyak  $\pm 4$  g dirajang dan digerus dalam lumpang dengan bantuan pasir bersih dan 5 mL kloroform, kemudian ditambahkan 5 mL kloroform-amonia, diaduk dan disaring. Filtratnya diambil sebanyak 1 mL kemudian dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan 1 mL asam sulfat 2 N, dikocok, dan didiamkan sejenak hingga terbentuk dua lapisan yaitu lapisan asam dan kloroform. Lapisan asam sulfat diambil dengan menggunakan pipet dan pindahkan kedalam tabung reaksi lain kemudian tambahkan beberapa tetes pereaksi *Mayer*. Terbentuknya endapan putih atau larutan keruh menandakan positif alkaloid.

**f. Uji Kumarin**

Kulit batang kedondong (2 g) dipotong-potong kecil-kecil, diekstrak dengan metanol, ditotolkan pada plat KLT menggunakan pipa kapiler dan dielusi dengan heksan:etil asetat (9:1) didalam chamber. Plat KLT yang telah dielusi diamati dibawah sinar UV (365 nm) terlihat adanya fluoresensi biru dan setelah disemprot dengan NaOH, warna biru tersebut bertambah terang maka hal tersebut menandakan adanya senyawa kumarin.

**2.5 Penentuan Kandungan Fenolik Total Ekstrak Kulit Batang**

**Kedondong dengan Metode Follin-Ciocaltu**

Penentuan kandungan fenolik total dilakukan dengan menggunakan metoda *Follin-Ciocalteu* yang mengacu pada penelitian yang dilakukan oleh Ismail et al., 2017; Itam et al., 2018 dengan tahap sebagai berikut:

**1. Pembuatan Kurva Kalibrasi Standar Asam Gallat**

Larutan standar dibuat dengan cara melarutkan 10 mg asam galat dalam labu ukur 10 mL menggunakan pelarut metanol dan didapatkan konsentrasi 1000 mg/L. Larutan induk konsentrasi 1000 mg/L diencerkan hingga didapatkan konsentrasi 100 mg/L. Variasi konsentrasi larutan standar asam galat dibuat yaitu 10; 20; 40; 60; dan 80 mg/L. 0,5 mL larutan asam galat tiap variasi konsentrasi, ditambahkan dengan 0,5 mL reagen *Follin-Ciocalteu* dan dibiarkan selama 5 menit. 1 mL larutan natrium karbonat 20% kemudian ditambahkan dan diencerkan dalam labu 10 mL 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. Penentuan Kandungan Fenolik Total Larutan Ekstrak Kulit Batang Kedondong**

Masing-masing ekstrak ditimbang sebanyak 10 mg dan dilarutkan dalam labu ukur 10 mL menggunakan pelarut metanol dan didapatkan konsentrasi 1000 mg/L. Konsentrasi 1000 mg/L larutan sampel diencerkan hingga diperoleh konsentrasi 100 mg/L. Larutan induk 100 mg/L diambil sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan kedalam labu ukur 10 mL. 0,5 mL reagen *Follin-Ciocalteu* ditambahkan kedalam labu ukur dan didiamkan selama 5 menit. 1 mL larutan natrium karbonat 20% kemudian ditambahkan dan diencerkan dengan akuades sampai tanda batas. Campuran didiamkan selama dua jam. Selanjutnya diukur absorbansinya pada panjang gelombang 765 nm. Kandungan fenolik

total larutan uji ditentukan dari persamaan regresi kurva larutan standar. Kandungan fenolik total dinyatakan dalam *Galic Acid Equivalent* (GAE).

## 2.6 Pengujian Aktivitas Antioksidan Ekstrak Kulit Batang Kedondong dengan Metode DPPH

Uji aktivitas antioksidan kulit batang kedondong dengan menggunakan metoda DPPH (*1,1 diphenyl-2-picrylhydrazil*) berdasarkan penelitian Ismail et al., 2017; Itam et al., 2018 yang telah dimodifikasi.

### 1. Pembuatan larutan DPPH

Sebanyak 4 mg DPPH (394,33 g/mol) ditimbang kemudian dimasukkan kedalam labu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan metanol hingga tanda batas dan didapatkan larutan DPPH 0,1 mM.

### 2. Pembuatan Larutan Ekstrak Kulit Batang Kedondong

100 mg masing-masing ekstrak dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 100 mL, sehingga didapatkan konsentrasi larutan sebesar 1000 mg/L. Larutan induk konsentrasi 1000 mg/L diencerkan menjadi 100 mg/L. Variasi konsentrasi larutan uji dibuat yaitu untuk metanol 1; 5; 7,5; 10; dan 15 mg/L, etil asetat 5; 7,5; 10; 15; 20 dan 25 mg/L sedangkan untuk konsentrasi heksan 100; 200; 300; 400; 500; dan 600 mg/L. Asam askorbat dibuat variasi konsentrasi 3,125; 6,25; 10; 12,5; dan 20 mg/L yang digunakan sebagai kontrol positif.

### 3. Pembuatan Larutan Asam Askorbat sebagai Kontrol Positif

10 mg asam askorbat ditimbang dan dilarutkan dalam labu 10 mL dengan metanol sehingga diperoleh konsentrasi 1000 mg/L. Larutan induk 1000 mg/L diencerkan hingga diperoleh konsentrasi 100 mg/L. Variasi konsentrasi asam askorbat dibuat yaitu 3,125; 6,25; 10; 12,5; dan 20 mg/L. Semua variasi konsentrasi larutan asam askorbat diambil 3 mL dan ditambahkan 1 ml larutan DPPH 0,1 mM.

### 4. Pengujian Aktivitas Antioksidan

Larutan uji dimasukkan kedalam vial sebanyak 2 mL dan ditambahkan 3 mL larutan DPPH. Campuran didiamkan selama 30 menit setelah penambahan DPPH 0,1 mM. Larutan dimasukkan kedalam kuvet dan diukur absorbansi dari masing-masing konsentrasi larutan uji, kontrol negatif dan kontrol positif pada panjang gelombang 517 nm. Kontrol negatif pada pengujian ini yaitu 2 mL metanol ditambahkan 3 mL larutan DPPH. Berdasarkan absorbansi yang didapatkan, dihitung persentase inhibisi dengan rumus sebagai berikut:

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

Keterangan : A : absorbansi

Setelah didapatkan nilai persentase inhibisi dari perhitungan, maka IC<sub>50</sub> dari setiap variasi konsentrasi larutan uji dapat diketahui dengan menggunakan persamaan regresi dari data yang didapatkan.

## 2.7 Pengujian Sitotoksik Ekstrak Kulit batang Kedondong dengan *Brine Shrimp Lethality Test*

Uji sitotoksik pada penelitian ini dilakukan menggunakan metoda BSLT berdasarkan penelitian Elsyana et al., 2016; Itam et al., 2018 yang telah dimodifikasi dengan tahapan sebagai berikut.

### 1. Pembiakan Larva Udang *Artemia salina leach*

Air laut diletakkan didalam kontainer gelas kecil yang terdiri dari dua bagian yaitu gelap dan terang yang dilengkapi dengan lampu, penutup dan aerator. Telur udang dimasukkan kedalam bagian gelap kontainer dan dibiarkan selama 48 jam. Telur akan menetas menjadi larva (naupli) setelah 48 jam dan kemudian akan bergerak kebagian terang kontainer. Larva inilah yang akan digunakan sebagai hewan percobaan uji toksisitas *Brine Shrimp Lethality Test*.

### 2. Pembuatan Larutan Ekstrak Kulit batang Kedondong

Sebanyak 50 mg dari masing-masing ekstrak ditimbang dilarutkan dalam labu

50 mL dengan metanol sampai tanda batas dan diperoleh konsentrasi larutan induk 1000 mg/L. Larutan uji dibuat dengan beberapa variasi konsentrasi melalui pengenceran bertingkat yaitu konsentrasi 1000; 500; 250; 125; 62,5 dan 31,25 mg/L.

### 3. Pengujian Aktivitas Toksisitas Larutan Ekstrak Kulit Batang Kedondong

Sampel uji yang telah disiapkan diambil sebanyak 5 mL kemudian diuapkan pelarutnya ditambahkan 50 µL larutan dimetilsulfoksida sampai semua sampel larut. 3 mL air laut kemudian ditambahkan terhadap masing-masing sampel. Sebanyak 10 ekor larva udang ditambahkan kedalam masing-masing sampel dan kontrol. Air laut kemudian dicukupkan pada larutan sampel dan kontrol sampai volumenya 5 mL. Pengamatan terhadap larva udang didalam larutan sampel dengan cara menghitung jumlah lava yang mati setelah 24 jam. Hasil pengamatan

dimasukkan kedalam tabel dan diolah untuk mendapatkan nilai LC<sub>50</sub> menggunakan uji probit dan persamaan regresi.

### 3. Hasil dan Diskusi

#### 3.1 Uji Kandungan Metabolit Sekunder

Analisis fitokimia tanaman dilakukan untuk mengetahui bioaktivitas tumbuhan termasuk sifat antioksidan yang digunakan untuk pengobatan beragam penyakit menular dan kronis. Hasil pengujian kualitatif pendahuluan dari kulit kedondong adalah dinyatakan dalam Tabel 1 yang menunjukkan bahwa fitokimia itu yang dapat dideteksi pada tumbuhan ini adalah flavonoid, fenolik, alkaloid dan steroid. Siburian (2011) juga telah melaporkan adanya saponin, alkaloid, tanin dan flavonoid daun kedondong. Oleh karena itu tanaman ini memiliki kemampuan sebagai antioksidan karena mengandung flavonoid, fenolat dan alkaloid yang memiliki aktivitas sebagai antioksidan [4].

**Tabel 1.** Identifikasi metabolit sekunder dari kulit batang kedondong

Kandungan Senyawa	Pereaksi	Sampel segar	Hasil Uji Ekstrak			Pengamatan
			Metanol	Etil Asetat	Heksan	
Flavonoid	HCl pekat + serbuk Mg	+	+	+	-	Larutan berwarna orange
Fenolik	FeCl <sub>3</sub>	+	+	+	-	Larutan berwarna biru kehitaman
Saponin	Pengocokan/HCl	-	-	-	-	Tidak terbentuk busa
Terpenoid	<i>Liebermann Burchard</i>	-	-	-	-	Tidak terbentuk cincin berwarna merah
Steroid	<i>Liebermann Burchard</i>	+	+	+	+	Terbentuk cincin berwarna hijau
Alkaloid	Mayer	+	+	-	-	Terdapat endapan putih
Kumarin	NaOH 1%	-	-	-	-	Tidak terdapat fluoresensi biru dibawah sinar lampu UV

Keterangan: + mengandung senyawa metabolit  
 - tidak mengandung senyawa metabolit

#### 3.2 Ekstraksi Sampel Kulit Batang Kedondong

Sampel kulit batang kedondong dimaserasi dengan tiga pelarut yaitu metanol, etil asetat dan heksana. Hasil ekstraksi kulit batang kedondong dapat dilihat pada Tabel 2. Hasil menunjukkan

bahwa ekstrak metanol memiliki berat ekstrak yang lebih besar dibandingkan ekstrak heksan dan etil asetat. Hal ini disebabkan karena metanol bersifat sebagai pelarut universal yang dapat melarutkan senyawa metabolit sekunder yang memiliki tingkat kepolaran yang

berbeda-beda, sedangkan ekstrak heksan paling sedikit diperoleh, karena hanya senyawa kimia yang bersifat nonpolar saja yang akan terlarut. Perbandingan kadar ekstrak metanol dan ekstrak heksan sangat jauh yaitu sebesar 12,54% ekstrak metanol, etil asetat 1,68% sedangkan ekstrak heksan 0,9%.

### 3.3 Pengujian Aktivitas Antioksidan Ekstrak Kulit Batang Kedondong

Aktivitas antioksidan dilakukan dengan metode DPPH dan asam askorbat sebagai kontrol positif sebab mengandung gugus -OH yang banyak. Aktivitas antioksidan dari ekstrak kulit batang kedondong ditunjukkan oleh Gambar 1. Berdasarkan Gambar 1 dapat diketahui bahwa semakin besar konsentrasi maka persen inhibisi yang dihasilkan juga akan semakin besar. Hal ini disebabkan karena semakin banyak senyawa aktif yang terdapat dalam larutan senyawa uji untuk mereduksi DPPH menjadi DPPH-H yang ditandai dengan adanya perubahan warna ungu menjadi kuning [19]. Dekolorisasi warna dari DPPH ini disebabkan karena adanya donor pasangan elektron (*spare electron*) dari suatu senyawa yang bersifat sebagai antioksidan, sehingga mampu menghambat berkembangnya reaksi oksidasi dengan cara mencegah terbentuknya radikal bebas.

Berdasarkan persamaan regresi dari setiap ekstrak dan asam askorbat diperoleh nilai koefisien determinasi ( $R^2$ ), jika nilai  $R^2$  mendekati 1 maka aktivitas penghambatan radikal bebas oleh senyawa metabolit sekunder semakin kuat. Kekuatan tersebut berdasarkan nilai  $IC_{50}$  masing-masing ekstrak kulit batang kedondong yang dapat dilihat pada Tabel 3. Hasil menunjukkan bahwa ekstrak metanol (6,703 mg/L) dan ekstrak etil asetat (14,802 mg/L) tergolong sangat kuat sebagai antioksidan, sedangkan ekstrak heksan (334,958 mg/L) tergolong lemah sebagai antioksidan. Kekuatan antioksidan tersebut diperkuat oleh penelitian sebelumnya, bahwa ekstrak daun kedondong memiliki aktivitas

antioksidan sangat kuat dengan  $IC_{50}$  48,3298 mg/L [22].

### 3.4 Uji Toksisitas dengan Metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)

Uji toksisitas dilakukan dengan menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) terhadap larva udang *Artemia salina*, dimana ekstrak bersifat toksik jika dapat menyebabkan kematian 50% larva artemia dalam waktu 24 jam pada konsentrasi  $LC_{50}$  lebih besar dari 1000 ppm menandakan bahwa ekstrak memiliki potensi sebagai antikanker, antibakteri, antijamur dan sebagainya [18].

Grafik antara nilai probit dengan log konsentrasi ditunjukkan pada Gambar 2. Berdasarkan Gambar 2 dapat diketahui bahwa konsentrasi larutan uji sebanding dengan mortalitas atau persen kematian terhadap larva udang. Semakin besar konsentrasi sampel yang digunakan maka semakin besar angka kematian pada larva udang. Hal ini disebabkan karena semakin banyak senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam sampel untuk masuk kedalam sel larva udang yang menyebabkan kemampuan bertahan hidup larva udang semakin berkurang. Tingkat toksisitas dapat ditentukan dengan nilai  $LC_{50}$ -nya, dikatakan toksik jika  $LC_{50} < 1000$  mg/L dan tidak toksik jika  $LC_{50} > 1000$  mg/L [20]. Hasil uji toksisitas ekstrak kulit batang kedondong dapat dilihat pada Tabel 4. Dari data pada tabel diatas menunjukkan bahwa ekstrak metanol memiliki nilai  $LC_{50}$  yang lebih kecil dibandingkan ekstrak etil asetat dan heksan dengan ekstrak metanol dan etil asetat bersifat toksik sedangkan heksan tidak bersifat toksik. Sifat toksik ekstrak ini dipengaruhi oleh senyawa metabolit yang berpotensi sebagai agen sitotoksik yaitu flavonoid, alkaloid dan triterpenoid [17].

### 3.5 Penentuan Kandungan Fenolik Total Ekstrak Kulit Batang Kedondong

Penentuan kandungan fenolik total dari ekstrak kulit batang kedondong berdasarkan kurva standar asam galat

yang dilakukan dengan metode *Folin-Ciocalteu* dengan prinsip pembentukan kompleks molybdenum-tungsten yang mengakibatkan larutan menjadi warna biru yang diukur pada panjang gelombang 765 nm sehingga absorbansi yang terukur semakin tinggi pada alat spektrofotometer [16].

Kandungan fenolik total dari ekstrak kulit batang kedondong dapat dilihat pada Tabel 5. Berdasarkan tabel menunjukkan bahwa kandungan fenolik total dari ekstrak metanol (3,593 mg GAE/10 mg ekstrak kering) paling tinggi dibandingkan dengan ekstrak etil asetat (2,307 mg GAE/10 mg ekstrak kering) dan ekstrak heksan (0,902 mg GAE/10 mg ekstrak kering). Hal ini disebabkan karena golongan senyawa fenol termasuk kedalam senyawa polar maka akan semakin banyak terekstrak pada pelarut metanol dan juga terdapat pada pelarut etil asetat sebab memiliki sifat yang sama yaitu polar, sesuai dengan prinsip *like dissolve like*.

Semakin banyak kandungan fenolik total dalam ekstrak maka nilai  $IC_{50}$  semakin kecil atau semakin kuat sifatnya sebagai antioksidan ditunjukkan oleh Gambar 3. Hubungan antara kandungan fenolik total (x) dengan  $IC_{50}$  (y) ekstrak mempunyai koefisien korelasi  $R^2 = 0,7897$  dengan persamaan regresi yaitu  $y = -123,61x + 399,09$ . Hasil ini menunjukkan bahwa 78,97% aktivitas antioksidan merupakan hasil kontribusi dari senyawa-senyawa fenolik [21] dan sisanya dihasilkan dari kontribusi metabolit sekunder lainnya seperti volatil oil, karotenoid, vitamin dan lainnya [14]. Hubungan fenolik total dan antioksidan

berbanding lurus, dimana semakin tinggi kandungan fenolik total dalam suatu sampel maka semakin kuat aktivitas antioksidan dalam sampel tersebut [20]. Hal ini dikarenakan semakin banyak senyawa fenol yaitu senyawa yang memiliki gugus hidroksi yang dapat mendonorkan hidrogennya sehingga dapat distabilkan karena adanya resonansi pada struktur fenolik, sehingga senyawa ini berfungsi sebagai antioksidan [15].

**Tabel 2.** Hasil ekstraksi kulit batang kedondong

No.	Ekstrak	Kadar (%)
1.	Metanol	12,54
2.	Etil asetat	1,68
3.	Heksan	0,9

**Tabel 3.** Nilai  $IC_{50}$  ekstrak kulit batang kedondong dan asam askorbat

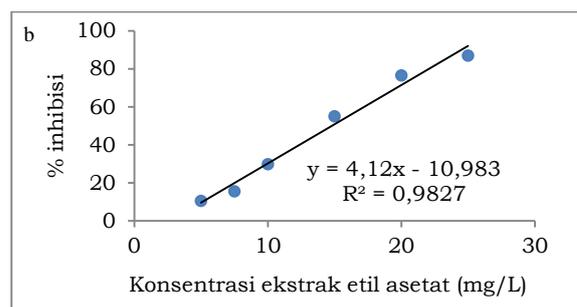
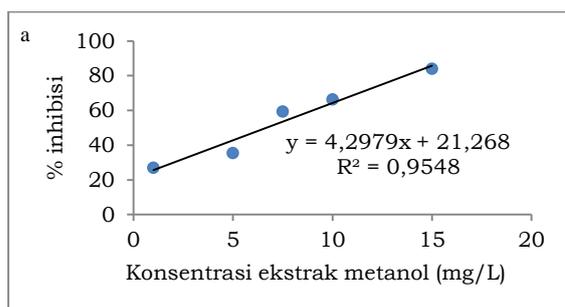
No.	Sampel Uji	$IC_{50}$ (mg/L)
1.	Ekstrak metanol	6,703
2.	Ekstrak etil asetat	14,802
3.	Ekstrak heksan	334,958
4.	Asam askorbat	9,315

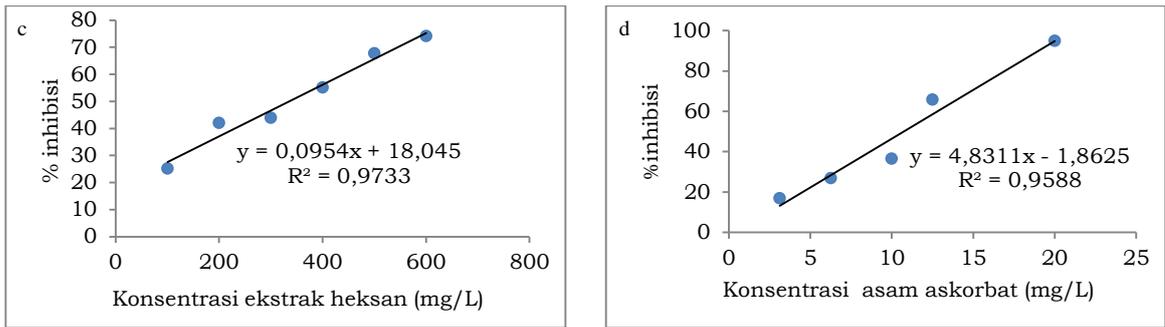
**Tabel 4.** Hasil uji toksisitas ekstrak kulit batang kedondong

No.	Ekstrak	$LC_{50}$ (mg/L)
1.	Metanol	78,886
2.	Etil asetat	147,809
3.	Heksan	2770,129

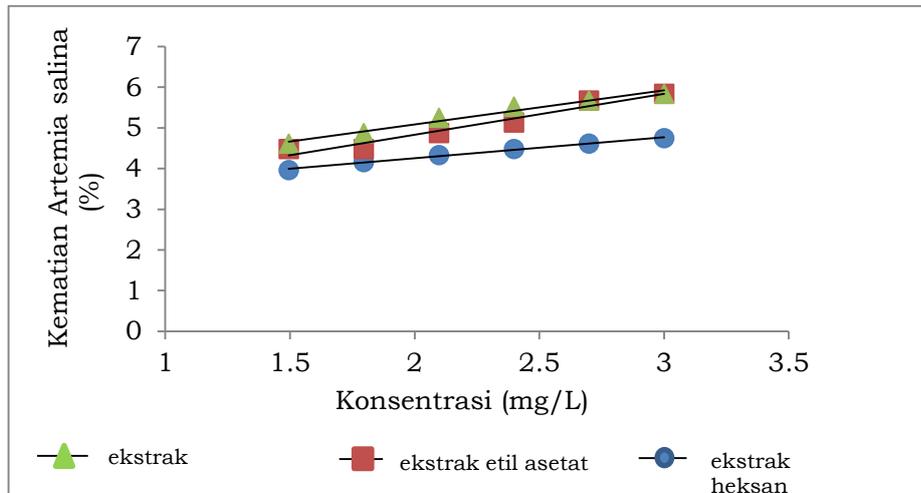
**Tabel 5.** Nilai fenolik total ekstrak kulit batang kedondong

No.	Ekstrak	Fenolik total (mg GAE/ 10 mg ekstrak kering)
1.	Metanol	3,593
2.	Etil asetat	2,307
3.	Heksan	0,902

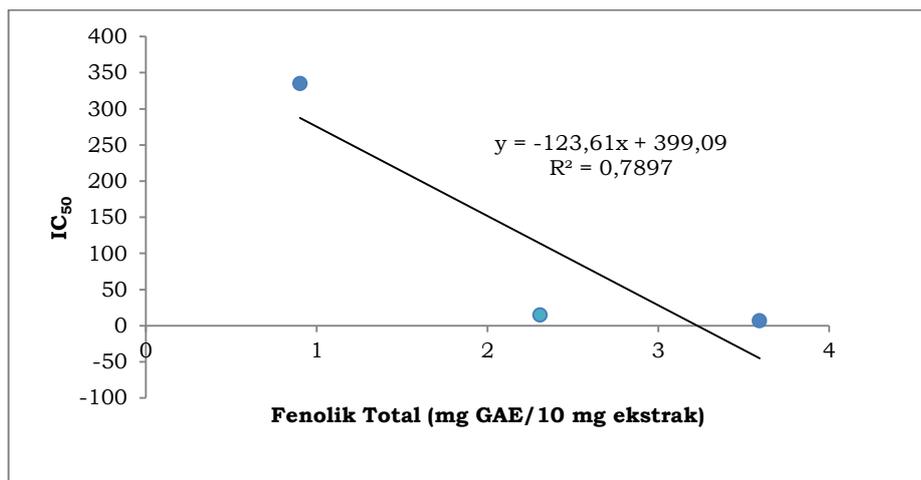




**Gambar 1.** Aktivitas antioksidan dari ekstrak metanol (a); ekstrak etil asetat (b); ekstrak heksana kulit batang kedondong (c); dan asam askorbat (d)



**Gambar 2.** Hubungan log konsentrasi dengan nilai probit uji sitotoksik



**Gambar 3.** Kandungan fenolik total dalam ekstrak kulit batang kedondong

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan terhadap kulit batang kedondong, dapat disimpulkan bahwa kulit batang kedondong mengandung senyawa flavonoid, fenolik, steroid, dan alkaloid. Aktivitas antioksidan ekstrak metanol dan ekstrak etil asetat tergolong sangat kuat sebagai antioksidan dengan nilai  $IC_{50}$  berturut-turut 6,703 dan 14,802 mg/L, sedangkan ekstrak heksan tergolong lemah sebagai antioksidan dengan  $IC_{50}$  334,958 mg/L. Ekstrak metanol dan etil asetat kulit batang kedondong tergolong aktif sifat toksiknya terhadap larva udang *Artemia salina*. Ekstrak metanol kulit batang kedondong memiliki kandungan fenolik total (3,593 mg GAE/10 mg ekstrak kering) paling banyak dibandingkan ekstrak etil asetat dan heksan. Kandungan fenolik total semakin tinggi dalam ekstrak maka aktivitas antioksidannya semakin kuat.

#### Referensi

1. Kinho, Julianus.: Tumbuhan Obat Tradisional di Sulawesi Utara Jilid II; Balai Penelitian Kehutanan, 2011.
2. Supardi, S.; Susyanty, A.L.: Penggunaan Obat Tradisional dalam Upaya Pengobatan Sendiri di Indonesia. *Peneliti Kesehatan*, 2010, 38, 2 : 80-88.
3. Salmia.: *Analisis Kadar Flavonoid Total Ekstrak Kulit Batang Kedondong Bangkok (Spondias dulcis) dengan Metode Spektrofotometri UV-Vis*, Skripsi, Universitas Islam Negeri Alauddin, Makasar, 2016.
4. Siburian, Nicholas.: Isolasi Senyawa Flavonoida dari Daun Tumbuhan Kedondong Laut (*Nothopanax fruticosum* (L.) Miq), Skripsi., Departemen Kimia, Universitas Sumatera Utara, Medan, 2011.
5. Sudira, I. W.; Merdana, I.M.; Wibawa, I. P. A. H.: Uji Daya Hambat Ekstrak Daun Kedondong (*Lannea Grandis* Engl) terhadap Pertumbuhan Bakteri *Erwinia Carotovora*, *Buletin Veteriner Udayana*, 2011, 3, 1, 45-50.
6. Triyandi, Ramadhan.; Nopiansyah.; Pratama, R. W.: Pengaruh Fraksi Air Daun Kedondong Bangkok (*Spondias dulcis*) terhadap Penurunan Kadar Glukosa Darah pada Mencit Putih Jantan, *Jurnal Farmasi Lampung*, 2018, 7, 2.
7. Kamal, Mustafa.; Kristiani, G.O.; Salni.: Kemampuan Ekstrak Daun Kedondong (*Spondias Dulcis* Forst.) sebagai Larvasida Nabati terhadap Larva Instar III *Culex Quinquefasciatus*, *Jurnal Penelitian Sains*, 2018, 20, 2.
8. Sari, Z. W. P.; Ismail, Akhmad.; Dhanardhono, Tuntas.: Aktivitas Antibakteri Ekstrak Daun Kedondong Laut terhadap Pertumbuhan *Staphylococcus aureus* Resisten Metisilin, *Jurnal Kedokteran Diponegoro*, 2019, 8, 1.
9. Fitriani, Silvia.; Raharjo.; Trimulyono, Guntur.: Aktivitas Antifungi Ekstrak Daun Kedondong (*Spondias pinnata*) dalam Menghambat Pertumbuhan *Aspergillus flavus*, *LenteraBio*, 2013, 2, 2, 125-129.
10. Ariantari, N. P.; Kusuma, P. A. C.; Purwani, S. T. D.; Kardena, I. M.: Pemberian Ekstrak Etanol Daun Kedondong Hutan Meningkatkan Berat Ginjal Mencit Jantan Galur Balb/C, *Jurnal Farmasi Udayana*, 2020, 65-67.
11. Asnani.; Rahayu, W. P.; Jenie, B. S. L.; Yuliana, N. D.: Aktivitas Antibakteri dan Sitotoksisitas Ekstrak Daun Kedondong Hutan, *Jurnal Teknologi dan Industri Pangan*, 2017, 28, 2, 169-179.
12. Savitri, L. P. V. A .; Ariantari, N. P.; Dwija, I. B. N. P: Potensi Antituberkulosis Ekstrak n-Heksana Daun Kedondong Hutan (*Spondias pinnata* (L.f.) Kurz.), *Jurnal Farmasi Udayana*, 2013, 105-107.
13. Itam, A.; Wulandari, A.; Rahman, M.; Ferdinal, N.: *Preliminary Phytochemical Screening, Total Phenolic Content, Antioxidant and Cytotoxic Activities of Alstonia scholaris R. Br Leaves and Steam Bark Extracts*.journal of

- pharmaceutical Sciences and Research, 2018, 10, 3, 518-522.
14. Harrizul, Rivai.: Penentuan Pengaruh Jenis Pelarut Pengekstrak Terhadap Perolehan Kadar Senyawa Fenolat Dan Aktifitas Antioksidan Dari Daun Jambu Biji (*Psidium guajava* L.), *Jurnal Farmasi Higea*, 2012, 4, 1, 16-23.
  15. Viranda, Putri Mariska.: Pengujian kandungan Senyawa yang terdapat dalam Tomat. *Skripsi*. Fakultas Kedokteran, Universitas Indonesia, 2009.
  16. Dhruuti, M.; Bhavika, P.; Meonis, P.: Studies on Phytochemical constituents and antioxidant activity of *Alstonia scholaris*, *International Journal of Life Sciences*, 2016, 4, 4, 529-538.
  17. Sandriani A.O.; Fatimawali.; Bodhi, Widdhi.: Uji Toksisitas Ekstrak Tanaman Patah Tulang (*Euphorbia tirucalli* L.) terhadap *Artemia salina* dengan Metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) sebagai Studi Pendahuluan Potensi Anti Kanker. *Jurnal Ilmiah Farmasi*, 2014. 3, 3, 2302 – 2493.
  18. Afifah, D. N.; Fridayanti, A.; Masruhim, M. A.: Uji Aktivitas Antioksidan Fraksi Etil Asetat Daun Miana (*Coleus Atropurpureus* Benth), *Prosiding Seminar Nasional Kefarmasian Ke-1*, Samarinda, 2015.
  19. Jumanah, Rafika Aris.: Penentuan Aktivitas Antioksidan, Toksisitas, dan Kandungan Fenolik Total dari Ekstrak Kulit Batang Jambu Air Kultivar Pink (*Syzygium aqueum* Burm. F. Alston). *Skripsi*, Universitas Andalas, Padang, 2018.
  20. Cahyaningrum, K.; Husni, A.; Budhiyanti, S.: Antioxidant Activity of Brown Seaweed (*Sargassum polycystum*) Extracts, *Agritech*, 2016, 2, 36, 137-144.
  21. Rohman, A.; Riyanto, S.; Hidayati, N. K.: Aktivitas Antioksidan Kandungan Fenolik Total, dan Flavonoid Total Daun Mengkudu (*Morinda citrifolia* L). *Agritech*, 2007, 4, 27, 147-151.
  22. Aulia, Rajiatul.: Uji Aktivitas Antioksidan dan Kandungan Fenolik Total dari Berbagai Fraksi Daun Kedondong (*Spondias dulcis* Parkinson). *Skripsi*, Universitas Andalas, Padang, 2017.
  23. Ismail, N. Z.; Arsad, H.; Samian, M. R.; Hamdan, M. R.: Determination of Phenolic and Flavonoid Contents, Antioxidant Activities and GC-MS Analysis of *Clinacanthus nutans* (Acanthaceae) in Different Locations. *Agrivita*, 2017, 39, 3, 335-344.
  24. Elsyana,V.; Bintang, M.;Priosoeryanto, B. P.: Cytotoxicity and Antiproliferative Activity Assay of Clove Mistletoe (*Dendrophthoe pentandra* (L.) Miq.) Leaves Extracts. *Advances in Pharmacological Sciences*, 2016.

# SINTESIS *La-doped* SrTiO<sub>3</sub> NANOKUBUS DENGAN METODE SOLVOTERMAL SERTA MEMPELAJARI HANTARAN LISTRIKNYA

Yulia Eka Putri, Diana Vanda Wellia, Meyrizka Arnel\*

<sup>1</sup>Laboratorium Kimia Material, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas  
Kampus Limau Manis, Pauh, Padang, Sumatera Barat, Indonesia 25163  
\*E-mail : [meyrizkaarnel9905@gmail.com](mailto:meyrizkaarnel9905@gmail.com)

**Abstrak** : SrTiO<sub>3</sub> dan *La-doped* SrTiO<sub>3</sub> telah disintesis melalui metode solvotermal menggunakan pelarut isopropanol dengan penambahan cetil trimetil ammonium bromida (CTAB) sebagai zat penjaga bentuk (*capping agent*) dan tert-butilamin (TBA) sebagai mineralizer untuk mengontrol morfologi partikel. Pendopingan La bertujuan untuk meningkatkan hantaran listriknnya melalui penambahan elektron pembawa (donor elektron) dalam struktur perovskit SrTiO<sub>3</sub>. Data yang dilaporkan merupakan gabungan data primer dari hasil penelitian dan data sekunder dari artikel ilmiah yang relevan. Produk sintesis SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan *La-doped* SrTiO<sub>3</sub> berupa bubuk memiliki kristalinitas tinggi dan kecocokan dengan pola XRD SrTiO<sub>3</sub> standar. Pola XRD pada sampel *La-doped* SrTiO<sub>3</sub> mengalami sedikit pergeseran ke kiri pada nilai  $2\theta = 32^\circ$  yang disebabkan oleh jari-jari ion La<sup>3+</sup> lebih kecil dibandingkan jari-jari ion Sr<sup>2+</sup>, akan tetapi hal ini tidak merubah struktur kristal SrTiO<sub>3</sub>. Spektrum FTIR SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan *La-doped* SrTiO<sub>3</sub> menunjukkan adanya interaksi antara sampel dengan CTAB dan TBA. Studi literatur menunjukkan bahwa sintesis SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan *La-doped* SrTiO<sub>3</sub> melalui metode solvotermal dengan penambahan *capping agent* menghasilkan bentuk kubus yang simetri dengan ukuran partikel kecil dari 100 nm. Pendopingan lantanum mempengaruhi nilai hantaran listrik dan energi celah pita pada sampel dimana peningkatan jumlah doping menyebabkan nilai hantaran listrik meningkat yang disertai dengan penyempitan energi celah pita

**Kata kunci** : SrTiO<sub>3</sub>, *La-doped* SrTiO<sub>3</sub>, solvotermal, nanokubus, hantaran listrik

## 1. Pendahuluan

Pada saat ini kebanyakan energi yang bersumber dari bahan bakar fosil seperti minyak bumi, batu bara, dan gas alam masih menjadi sumber energi utama yang paling banyak digunakan di setiap generasi. Ketersediaan di alam yang terbatas dan tingginya biaya yang dibutuhkan untuk pengolahannya telah meningkatkan pencarian terhadap pengembangan sumber energi alternatif seperti sel surya, biodiesel, gelombang laut, panas bumi, energi angin dan termoelektrik. Di antara sumber energi alternatif yang menjanjikan yaitu termoelektrik (TE)[1].

Material termoelektrik yang ideal harus memenuhi 3 parameter yang diatur interkorelasinya seperti konduktivitas listrik yang tinggi, koefisien *Seebeck* tinggi, dan konduktivitas termal yang rendah, sehingga memiliki nilai *ZT* yang tinggi [2]. Untuk nilai *ZT* dievaluasi menggunakan angka tanpa satuan yaitu *figure of merit* (*ZT*) dengan rumus :

$$ZT = \frac{S^2 \sigma}{\kappa} T$$

di mana *S* adalah koefisien *Seebeck* ( $\mu\text{V/K}$ ),  $\sigma$  adalah konduktivitas listrik (S/cm), dan  $\kappa$  adalah hantaran panas (W/mK).

Salah satu kandidat material yang menjanjikan sebagai material pada generator termoelektrik adalah oksida semikonduktor strontium titanat (SrTiO<sub>3</sub>) yang memiliki struktur perovskit dengan unit sel berbentuk kubus. Senyawa ini memiliki sifat termoelektrik yang unggul berdasarkan beberapa parameter yang dimilikinya, yaitu memiliki hantaran listrik (S/cm) dan koefisien *Seebeck* ( $\mu\text{V/K}$ ) yang tinggi. Akan tetapi, dikarenakan hantaran panas (W/mK) yang juga tinggi mengakibatkan menurunnya nilai *ZT*, sehingga efisiensi konversi energinya menjadi tidak maksimal. Salah satu cara yang efektif untuk meningkatkan nilai *ZT* adalah menurunkan hantaran panas dengan memodifikasi morfologi SrTiO<sub>3</sub> melalui pembentukan desain struktur 3-dimensi (3D) nanokubus atau yang disebut juga dengan SrTiO<sub>3</sub> 3D-*nanoarchitecture* [3].

Sintesis *La-doped* SrTiO<sub>3</sub> nanokubus dengan metode solvotermal menggunakan pelarut isopropanol dengan bantuan cetil trimetil ammonium bromida (CTAB)

sebagai zat penjaga bentuk (*capping agent*) dan tert-butilamina (TBA) sebagai *mineralizer*. Kondisi sintesis merujuk pada penelitian sebelumnya, dimana perbandingan mol Sr:Ti adalah 1:1,25 sementara suhu dan waktu divariasikan [4]. Pendopingan dengan ion bervalensi tinggi, yaitu lantanum ( $\text{La}^{3+}$ ) terhadap sisi ion strontium ( $\text{Sr}^{2+}$ ) bertujuan untuk meningkatkan hantaran listriknya melalui penambahan elektron pembawa (donor elektron) dalam struktur perovskit  $\text{SrTiO}_3$  [5]. Selanjutnya data yang dilaporkan merupakan gabungan data primer dari hasil penelitian dan data sekunder dari artikel ilmiah yang relevan.

## 2. Metodologi Penelitian

### 2.1 Metode Penelitian

Analisis pada sampel  $\text{SrTiO}_3$  dan *La-doped*  $\text{SrTiO}_3$  dilakukan melalui data primer hasil penelitian dan pengumpulan data sekunder dengan merujuk pada beberapa artikel yang relevan sehingga bisa menjadi acuan dalam mempelajari pengaruh doping lantanum terhadap struktur kristal, interaksi gugus fungsi, morfologi, struktur elektronik dan sifat hantaran listrik. Pengumpulan artikel berdasarkan tahun terbit yang tidak lebih dari 10 tahun dan lebih diutamakan yang lima tahun sebelumnya.

**Tabel 1.** Rincian data hasil penelitian yang dibedakan menjadi 2 data, yaitu data primer dan data sekunder

Sampel	Produk Sintesis	XRD	FTIR	TEM	$\sigma$ (S/cm)	UV-DRS
a	√	√	√	X	X	X
b	√	√	√	X	X	X
c	√	X	√	X	X	X
d	√	X	√	X	X	X

Keterangan : Tanda √ = data primer , Tanda X = data sekunder, **sampel a** =  $\text{SrTiO}_3$  Tanpa doping 200 °C 96 jam, **sampel b** =  $\text{SrTiO}_3$  Tanpa doping 220°C 120 jam , **sampel c** = *La-doped*  $\text{SrTiO}_3$  0,0125 mol 220°C 120 jam , **sampel d** = *La-doped*  $\text{SrTiO}_3$  0,025 mol 220 °C 120 jam

### 2.2 Alat dan Bahan

Peralatan yang digunakan adalah beberapa peralatan gelas, lumpang dan alu, Teflon, *parr bomb*, oven, magnetic stirrer, magnetic bar, batang pengaduk, spatula, timbangan analitik, mikropipet,

*X-Ray Diffractometer* (XRD) PAN Analytical X-pert PRO , *Fourier Transform Infrared* (FTIR) JEOL JSM 6950.

Bahan yang digunakan isopropanol ( $\text{C}_3\text{H}_7\text{OH}$ ) (Sigma Aldrich), (NaOH) (Sigma Aldrich), ( $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ ) (Sigma Aldrich), Titanium Tetra Isopropoksida (TTIP) (Sigma Aldrich), Cetyl Trimetil Ammonium Bromida (CTAB) (Sigma Aldrich), Tert-butilamin (TBA) (Sigma Aldrich), ( $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) (Sigma Aldrich), *Aquabidest*.

### 2.3 Prosedur Penelitian

Sintesis  $\text{SrTiO}_3$  tanpa doping dilakukan dengan mempersiapkan larutan yang dibuat dengan melarutkan titanium tetra isopropoksida (TTIP) ke dalam 12,5 mL isopropanol tetes demi tetes, sambil diaduk selama 10 menit (300 rpm). Setelah homogen, larutan ditambahkan 7 mL NaOH 1 M dan diaduk selama 10 menit (300 rpm) sampai pH mendekati 14, sehingga terbentuk koloid berwarna putih. Kemudian ke dalam koloid tersebut ditambahkan  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  dengan perbandingan mol Sr:Ti (1:1,25) yang ditempatkan dalam *ice bath* terlebih dahulu karena  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  mudah larut dalam air dingin, sambil tetap diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai homogen 20 menit (300 rpm) sehingga dihasilkan koloid putih yang tidak begitu kental. Setelah homogen, kedalam koloid ditambahkan CTAB dan TBA dengan perbandingan mol STO : CTAB : TBA adalah 1 : 0,5 : 1 sambil tetap di aduk sampai homogen. Kemudian koloid dimasukan ke dalam teflon bejana dan ditempatkan dalam *parr bomb*. Proses solvotermal dilakukan pada suhu 200°C, 96 jam dan suhu 220°C, 120 jam.

Untuk sintesis *La-doped*  $\text{SrTiO}_3$  prosedur pengerjaan sama dengan sintesis  $\text{SrTiO}_3$  tanpa doping, perbedaannya hanya pada saat melakukan penambahan doping lantanum nitrat heksahidrat ( $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), suhu dan waktu yang digunakan pada proses solvotermal. Setelah ditambahkan  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$  ke dalam koloid yang diaduk selama 20 menit. Kemudian kedalam koloid ditambahkan doping lantanum nitrat heksanitrat ( $\text{La}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) dengan variasi mol 0,0125 dan 0,025 mol sambil tetap diaduk dengan *magnetic stirrer* sampai homogen 20 menit (300 rpm). Setelah itu ditambahkan CTAB dan TBA diaduk sampai homegen. Lalu koloid dimasukkan ke dalam teflon bejana dan ditempatkan dalam *parr bomb* dan proses solvotermal

dilakukan pada suhu 220°C selama 120 jam.

Setelah proses solvotermal selesai pada sintesis SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub>, koloid didinginkan dan disaring menggunakan kertas saring whattman No.41, endapan dicuci dengan akuabides dan isopropanol. Endapan dikeringkan dalam oven pada suhu 105°C selama 5 jam.

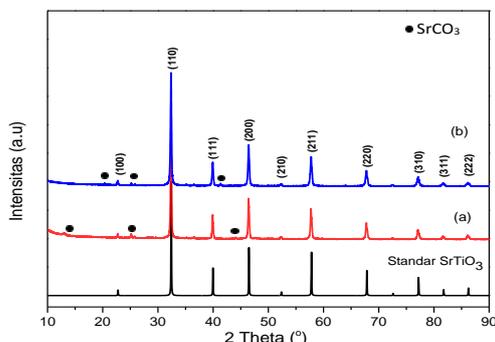
### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Produk Hasil Sintesis SrTiO<sub>3</sub> Tanpa Doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> Nanokubus

Senyawa SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> disintesis menggunakan pelarut isopropanol (C<sub>3</sub>H<sub>7</sub>OH) dengan penambahan TTIP yang berfungsi sebagai sumber Ti<sup>4+</sup>, Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> sebagai sumber Sr<sup>2+</sup> dan NaOH berfungsi untuk mempercepat terjadinya hidrolisis pada TTIP [6]. Perbandingan mol antara Sr:Ti yang digunakan pada sintesis SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan SrTiO<sub>3</sub> doping yaitu 1:1,25 dikarenakan perbandingan mol ini telah menghasilkan SrTiO<sub>3</sub> dengan jumlah pengotor yang tidak signifikan oleh peneliti sebelumnya. Pada sintesis ini juga ditambahkan *capping agent* CTAB untuk mengontrol pembentukan dan pertumbuhan SrTiO<sub>3</sub> dan ditambahkan penggunaan TBA sebagai zat aditif dalam mempercepat pertumbuhan SrTiO<sub>3</sub> nanokubus [4]. Selanjutnya pada sintesis La-doped SrTiO<sub>3</sub> dilakukan variasi mol lantanum yaitu 0,0125 : 0,025 Produk yang dihasilkan dari sampel SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan SrTiO<sub>3</sub> doping berupa *powder* (bubuk) tanpa adanya perubahan yang signifikan.

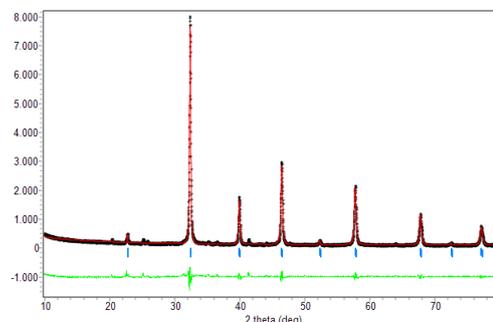
#### 3.2 Analisis XRD SrTiO<sub>3</sub> Tanpa Doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> Nanokubus

##### a. SrTiO<sub>3</sub> Tanpa Doping



**Gambar 1.** Pola difraksi SrTiO<sub>3</sub> (a) sampel a (b) sampel b

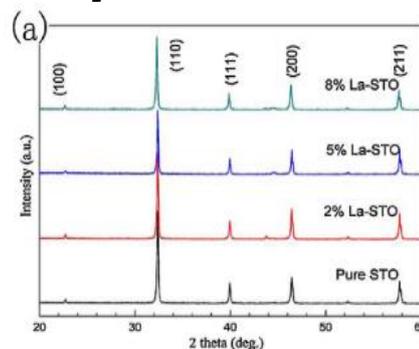
Pola difraksi SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping yang disintesis pada waktu dan suhu yang berbeda menunjukkan bahwa sampel memiliki kristalinitas tinggi dan sesuai dengan standar SrTiO<sub>3</sub> (#ICDS 94573) yang terindeks sebagai kristal SrTiO<sub>3</sub> struktur perovskit dengan unit sel kubus yang ditunjukkan pada Gambar 1 [4].



**Gambar 2.** Hasil penghalusan struktur kristal sampel b

Selanjutnya dilakukan penghalusan struktur kristal (Gambar 2) dengan teknik *Le Bail* untuk menguji kecocokan XRD pada sampel yang diperoleh dengan pola XRD standar menggunakan nilai Rwp terkecil. Dimana nilai Rwp terkecil diperoleh dari sampel b yaitu 9,98. Untuk ukuran kristal ditentukan dengan nilai *Full Width at Half Maximum* (FWHM), dalam hal ini sampel b memiliki ukuran kristal yang lebih besar (~40, 76 nm) dari sampel a dikarenakan sintesis yang dilakukan pada suhu tinggi dan waktu yang lebih lama yaitu 220°C, 120 jam. Adapun faktor yang mempengaruhi ukuran kristal selain suhu dan waktu adalah pematangan *Oswald* yang sempurna sehingga menghasilkan kristal dengan keteraturan tinggi [4][7].

##### b. La-doped SrTiO<sub>3</sub>



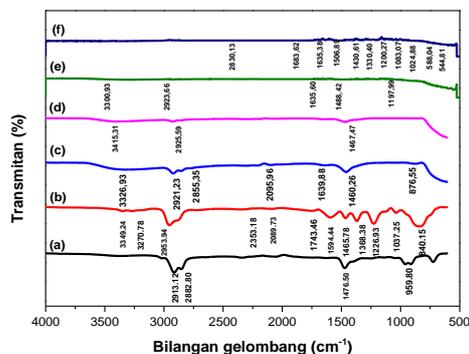
**Gambar 3.** Pola XRD sampel La-doped SrTiO<sub>3</sub> dengan konsentrasi La (0%, 2%, 5%, 8%) (Gambar diadopsi dari referensi Liu D dkk, 2017) [5]

Gambar 3 merupakan pola XRD SrTiO<sub>3</sub> doping lantanum dengan variasi

konsentrasi yaitu 0%; 2%; 5%; 8% yang dilaporkan oleh Liu D dkk, 2017 [5]. Berdasarkan pola ini dapat dilihat bahwa puncak sampel yang didoping sesuai dengan standar kristalin tunggal (standar JCPDS : 035-0734) [8]-[9] pada  $2\theta$  yang terindeks sebagai kristal dengan struktur perovskit. Liu melaporkan bahwa telah terjadi pergeseran puncak utama bidang (1 1 0) pada pola XRD La-doped SrTiO<sub>3</sub> yang mengindikasikan adanya pergeseran ke sudut yang lebih kecil seiring peningkatan konsentrasi La, hal ini disebabkan karena adanya perbedaan jari-jari ion La<sup>3+</sup> memiliki jari-jari ionik lebih kecil (1,36 Å) dibandingkan dengan ion Sr<sup>2+</sup> (1,44 Å)[10]-[11].

Sama halnya dengan yang dilaporkan oleh peneliti lain tentang pola XRD La-doped SrTiO<sub>3</sub> seperti P. Songwattanasin dkk, 2019 melaporkan pola XRD dari Sr<sub>1-x</sub>La<sub>x</sub>TiO<sub>3</sub> (x = 0, 0,10, 0,20, 0,30, 0,40 dan 0,50) [8] dan Yang D dkk, 2018 melaporkan La-doped SrTiO<sub>3</sub> dengan konsentrasi doping lantanum yang berbeda, mulai dari 0; 0,1; 0,2; 0,5 hingga 1 % (b/b) [12] yang dapat disimpulkan bahwa sampel SrTiO<sub>3</sub> yang didoping menggunakan La sesuai dengan standar La-doped SrTiO<sub>3</sub> (data standar JCPDS: 00-035-0734) [10]-[11] dengan struktur perovskit. Keberhasilan pendopingan ditunjukkan dengan kesamaan pola XRD sampel La-doped SrTiO<sub>3</sub>, sehingga tidak ditemukan adanya puncak-puncak lain yang merujuk pada pembentukan fasa baru atau fasa pengotor. Selain itu, pendopingan lantanum pada sisi strontium akan merubah posisi puncak utama dengan adanya sedikit pergeseran pada nilai  $2\theta$ , hal ini disebabkan oleh perbedaan jari-jari ionik ion La<sup>3+</sup> dan ion Sr<sup>2+</sup> [5]-[12].

### 3.3 Analisis FTIR SrTiO<sub>3</sub> Tanpa Doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub>



**Gambar 4.** Spektrum FTIR SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> (a) CTAB (b) TBA (c) sampel a (d) sampel b (e) sampel c (f) sampel d

Interaksi gugus fungsi yang terjadi antara sampel SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping yang disintesis dengan CTAB dan TBA dilakukan dengan membandingkan masing-masing spektrum FTIR senyawa sedangkan FTIR untuk sampel La-doped SrTiO<sub>3</sub> untuk mengidentifikasi apakah terjadi perubahan pada spektrum berdasarkan pergeseran angka gelombang.

Pada kedua spektrum sampel a dan b (Gambar 4) ini terdapat puncak pada bilangan gelombang yang hampir sama. Perbedaan terlihat hanya pada ketajaman puncak dan sedikit pergeseran bilangan gelombang pada puncak 2882,80 cm<sup>-1</sup>. Pada bilangan gelombang 2921,23 cm<sup>-1</sup> dan 2925,59 cm<sup>-1</sup> yang mengindikasikan adanya CH<sub>2</sub> asimetri *stretching* CTAB dan untuk puncak pada bilangan gelombang 2855,35 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya CH<sub>3</sub> simetri *stretching* TBA [4]. Pada spektrum sampel (b), puncak pada bilangan gelombang 2855,35 cm<sup>-1</sup> mengalami penurunan intensitas dikarenakan berkurangnya interaksi antara sampel b dengan CTAB dan TBA. Adanya puncak pada bilangan gelombang ini menandakan keberadaan interaksi gugus fungsi CTAB dan TBA pada permukaan sampel selama sintesis berlangsung.

Sedangkan pada spektrum sampel c dan sampel d (Gambar 4), dimana kedua sampel ini merupakan sampel yang didoping menggunakan lantanum. spektrum FTIR SrTiO<sub>3</sub> doping La pada sisi strontium di dalam struktur SrTiO<sub>3</sub> menunjukkan tidak ada perubahan struktur [12]. Puncak yang diamati pada 500 cm<sup>-1</sup> dan 616 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan adanya vibrasi ulur Ti-O pada ikatan O-Ti-O yang terdapat pada struktur oktahedron (TiO<sub>6</sub>) [13]. Hasil dari FTIR mengkonfirmasi semakin besar konsentrasi lantanum maka puncak yang terbentuk semakin landai dengan intensitas yang rendah [12]. Hal ini menandakan bahwa vibrasi ulur Ti-O tidak lagi teramati dikarenakan mulai muncul vibrasi ulur Ti-O-La pada bilangan gelombang 600 cm<sup>-1</sup> sampai 950 cm<sup>-1</sup> [13]-[14].

### 3.4 Analisis Morfologi SrTiO<sub>3</sub>

Tujuan dilakukan analisis morfologi ini untuk menentukan bentuk dan ukuran partikel dari sampel, dimana morfologi yang diharapkan pada sampel SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> adalah berbentuk nanokubus.

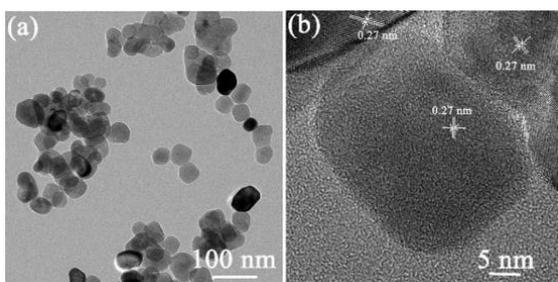
Metode yang digunakan pada sintesis SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan SrTiO<sub>3</sub> doping

tidak hanya menggunakan metode solvotermal saja, tetapi juga metode lain yaitu metode hidrotermal. Ukuran dan bentuk partikel yang dihasilkan baik dari metode solvotermal/hidrotermal dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti sifat prekursor, konsentrasi prekursor, suhu, waktu, dan jenis pelarut [15].

### a. SrTiO<sub>3</sub> Tanpa Doping

Wan S dkk, 2019 (Gambar 5) melaporkan hasil analisis morfologi berupa foto TEM dan HR-TEM untuk sampel SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping. Sampel ini disiapkan dengan metode solvotermal pada suhu 433 K selama 24 jam. Bahan utama yang digunakan untuk mensintesis senyawa ini adalah TTIP, Sr(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>, NaOH dan pelarut etanol. Pada Gambar (a) morfologi struktur SrTiO<sub>3</sub> yang dihasilkan pada karakterisasi TEM menunjukkan bahwa bentuk SrTiO<sub>3</sub> seperti nanokubus dengan ukuran partikel sekitar 30 nm, dan menunjukkan SrTiO<sub>3</sub> dapat mengkristal dengan baik tanpa adanya cacat atau dislokasi. Gambar (b) dapat diamati hasil analisis morfologi SrTiO<sub>3</sub> nanokubus menggunakan HR-TEM, dimana struktur SrTiO<sub>3</sub> nanokubus memiliki jarak kisi 0,27 nm yang sesuai dengan bidang kisi (1 1 0) pada pola XRD [16].

Selain itu peneliti lain seperti Shahabuddin S dkk, 2019 [17] dan Nakashima K dkk, 2013 [18] juga melaporkan bahwa struktur dari SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping berbentuk kubus yang simetris dengan ukuran partikel yang teratur dan kurang dari 100 nm.

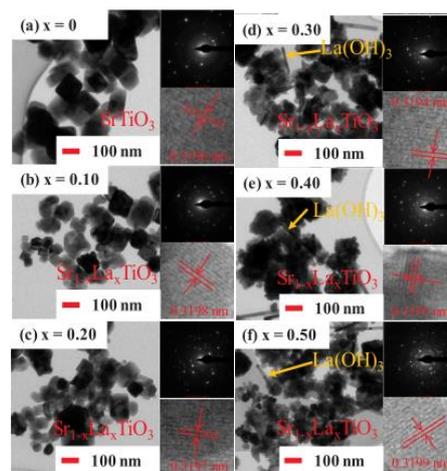


**Gambar 5.** Analisa morfologi pada SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping nanokubus (a) TEM, (b) HR-TEM (gambar diadopsi dari referensi Wan S dkk, 2019)[16]

### b. La-doped SrTiO<sub>3</sub>

Morfologi dari semua sampel La-doped SrTiO<sub>3</sub> yang disintesis menggunakan metode hidrotermal dan dilaporkan oleh Songwattanasin P dkk, 2019 (Gambar 6). Sintesis La-doped SrTiO<sub>3</sub> ini menggunakan bahan utama seperti Sr(CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>2</sub>, (La(CH<sub>3</sub>CO<sub>2</sub>)<sub>3</sub>·xH<sub>2</sub>O, C<sub>16</sub>H<sub>2</sub>O<sub>6</sub>Ti dalam isopropanol, KOH, etilen

glikol dan asam sitrat (5:1) yang disintesis dengan metode hidrotermal.



**Gambar 6.** HR-TEM dan pola SEAD SrTiO<sub>3</sub> dengan konsentrasi La 0; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40 dan 0,50 (gambar diadopsi dari referensi Songwattanasin dkk, 2019)[8]

Morfologi yang terbentuk dari sampel SrTiO<sub>3</sub> murni dengan La-doped yang memiliki konsentrasi La yang rendah (0,1 dan 0,2) menunjukkan bentuk kubus yang lebih homogen dibandingkan sampel dengan konsentrasi La yang tinggi meskipun ukuran partikelnya sedikit lebih besar yang diakibatkan oleh aglomerasi. Sedangkan pada konsentrasi La yang lebih tinggi (0,3; 0,4 dan 0,5) terdapat campuran morfologi jarum antara morfologi kubik dimana ukuran partikel berbentuk kubus mengalami penurunan dan ukuran partikel dari morfologi jarum mengalami peningkatan [8].

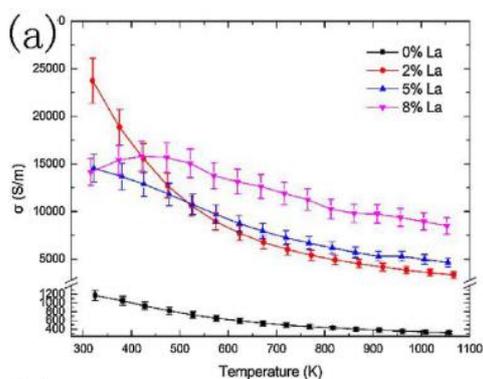
Selain doping lantanum, dilakukan juga analisis morfologi SrTiO<sub>3</sub> nanokubus yang didoping dengan atom atau ion lain sehingga bisa diketahui pengaruh doping terhadap perubahan morfologi SrTiO<sub>3</sub>. Analisis morfologi SrTiO<sub>3</sub> dan Mn-doped SrTiO<sub>3</sub> yang dilaporkan oleh Wu G dkk, 2015 [19], Bantawal H dkk, 2020 melaporkan analisis morfologi SrTiO<sub>3</sub> nanokubus dengan adanya doping vanadium (V-doped SrTiO<sub>3</sub>) nanokubus [20], dan Xiao Z dkk, 2017 melaporkan analisis morfologi SrTiO<sub>3</sub> yang didoping menggunakan Er<sup>3+</sup> dan Yb<sup>3+</sup> pada sisi titanium [21]. Sehingga dapat disimpulkan bahwa SrTiO<sub>3</sub> yang di doping dikonfirmasi memiliki struktur seperti kubus.

Jika dibandingkan dengan kerja yang dilakukan, maka ada sedikit perbedaan dalam mensintesis SrTiO<sub>3</sub> dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> nanokubus yaitu menggunakan

tambahan zat aditif yaitu CTAB dan TBA dengan variasi mol. Oleh karena itu, dari beberapa hasil kerja yang dilaporkan oleh peneliti diatas, dapat diprediksi bahwa morfologi beberapa sampel yang telah dihasilkan sebelumnya, baik sampel SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping maupun sampel La-doped SrTiO<sub>3</sub> memiliki morfologi kubus dengan bentuk yang simetri dengan ukuran partikel yang dihasilkan kurang dari 100 nm.

### 3.5 Analisis pengukuran hantaran listrik SrTiO<sub>3</sub>

Salah satu faktor yang akan dibahas pada analisis kali ini adalah bagaimana efek doping terhadap hantaran listrik sampel dan pengaruh pendopongan terhadap struktur elektroniknya. Selain itu untuk menentukan nilai energi celah pita yang terdapat dalam sampel maka dibuktikan dengan pengukuran UV-DRS.



**Gambar 7.** Hantaran listrik ( $\sigma$ ) pada sampel SrTiO<sub>3</sub> dengan variasi konsentrasi La(2%,5%,8%) (gambar diadopsi dari referensi Liu D dkk, 2018) [5]

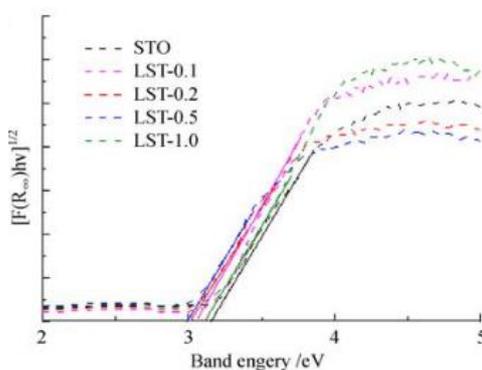
Liu D dkk, 2018 (Gambar 7) melaporkan hasil pengukuran hantaran listrik sampel SrTiO<sub>3</sub> yang dipengaruhi oleh pendopongan lantanum dengan variasi konsentrasi lantanum adalah 0%, 2%, 5%, dan 8%. Dapat dibandingkan nilai hantaran listrik yang dihasilkan oleh sampel SrTiO<sub>3</sub> dari penambahan konsentrasi lantanum yang rendah sampai dengan konsentrasi yang tinggi. Semakin tinggi pendopongan La maka nilai hantaran listriknya akan semakin meningkat [5].

Begitu juga dengan hasil kerja yang dilaporkan oleh Shang P dkk, 2011 menyatakan adanya pengaruh pendopongan lantanum terhadap perubahan hantaran listrik pada sampel La<sub>x</sub>Sr<sub>1-x</sub>TiO<sub>3</sub>, dengan variasi konsentrasi doping lantanum 0,04, 0,06, 0,08, dan 0,12 mol. Peningkatan hantaran listrik ini

diakibatkan karena adanya peningkatan konsentrasi pembawa (elektron) [22].

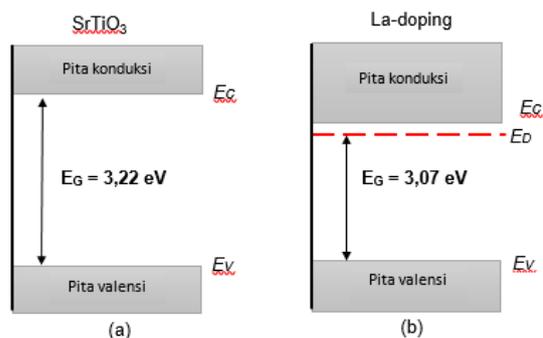
Salah satu pengukuran yang bisa dilakukan untuk membuktikan adanya perubahan struktur elektronik karena pendopongan adalah menentukan nilai energi celah pita yang terdapat dalam sampel SrTiO<sub>3</sub> melalui pengukuran UV-DRS.

Energi celah pita partikel La-doped SrTiO<sub>3</sub> dengan variasi konsentrasi lantanum (0.1, 0.2, 0.5, 1.0) yang dilaporkan oleh Yang D dkk, 2018 menunjukkan bahwa Nilai celah pita yang dihasilkan oleh LST-0.1, LST-0.2, LST-0.5 dan LST-1.0 masing-masing 3.05 eV, 3.00 eV, 2.98 eV dan 3.12 eV, dimana nilai celah pita ini lebih rendah dari pada SrTiO<sub>3</sub> murni yaitu 3.16 eV [12].



**Gambar 8.** Energi celah pita La-doped SrTiO<sub>3</sub> (gambar diadopsi dari referensi Yang D dkk, 2018) [12]

Sedangkan hasil kerja analisis energi celah pita La-doped SrTiO<sub>3</sub> yang dilaporkan oleh Abdi M dkk, 2020 (Gambar 8) dengan membandingkan 5 sampel yaitu LSTO1, LSTO2, LSTO3, LSTO4, dan LSTO5 (dengan konsentrasi La 1, 2, 3, 4, 5%). Dari kelima sampel diperoleh nilai celah pita sampel doping lebih rendah daripada nilai celah pita SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping. Hal ini menunjukkan kesenjangan celah pita yang terus menurun dengan meningkatnya konsentrasi pendopongan [9].



**Gambar 9.** Ilustrasi pengaruh doping terhadap energi celah pita (a) SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping, (b) La-doped SrTiO<sub>3</sub> (referensi ilustrasi diadopsi dari Abdi M dkk, 2020)[9]

Ilustrasi penurunan energi celah pita yang disebabkan oleh pendopingan seperti yang diilustrasikan pada Gambar 9. Ilustrasi ini menjelaskan bahwa penambahan doping akan menyebabkan terbentuknya pita energi baru (pita donor) sehingga dapat memperpendek jarak celah pita antara pita valensi dan pita konduksi pada material semikonduktor SrTiO<sub>3</sub>.

#### 4. Kesimpulan

Berdasarkan gabungan data primer dan data sekunder yang digunakan pada penelitian ini maka disimpulkan bahwa, produk yang dihasilkan dari sintesis SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> berupa *powder* (bubuk) dan secara fisik tidak ada perbedaan yang signifikan. Analisis XRD SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> mengindikasikan bahwa SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping (sampel b) yang disintesis pada suhu 220°C dan waktu 120 memiliki kristalinitas tinggi dimana nilai Rwp adalah 9,98. Sementara, studi literatur menunjukkan bahwa puncak utama pada pola XRD La-doped SrTiO<sub>3</sub> mengalami sedikit pergeseran ke arah kiri pada nilai  $2\theta = 32^\circ$  yang disebabkan oleh adanya sedikit perbedaan jari-jari ion La<sup>3+</sup> yang lebih kecil dari ion Sr<sup>2+</sup>, namun hal ini tidak mengubah struktur kristalnya.

Analisis spektrum FTIR SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> menandakan adanya interaksi gugus fungsi antara permukaan sampel dengan CTAB dan TBA. Analisis morfologi SrTiO<sub>3</sub> tanpa doping dan La-doped SrTiO<sub>3</sub> yang disintesis dengan metode solvotermal dikonfirmasi memiliki bentuk partikel seperti kubus (*cubelike*) dengan bentuk yang simetri dan ukuran partikel kurang dari 100 nm. Pendopingan La mampu meningkatkan nilai hantaran listrik dan merubah energi celah pita SrTiO<sub>3</sub>.

Semakin besar konsentrasi doping La yang digunakan maka nilai hantaran listriknya akan semakin tinggi disertai terjadinya menyempitan celah pita.

#### 5. Ucapan Terimakasih

Penulis ingin mengucapkan terimakasih kepada analis laboratorium Material dan semua pihak yang membantu penelitian.

#### Referensi

- [1] A. C. Iyasara, W. L. Schmidt, R. Boston, D. C. Sinclair, and I. M. Reaney, "La and Sm Co-doped SrTiO<sub>3-δ</sub> Thermoelectric Ceramics," *Mater. Today Proc.*, vol. 4, no. 12, pp. 12360–12367, 2017.
- [2] C. Gayner and K. K. Kar, "Recent advances in thermoelectric materials," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 83, pp. 330–382, 2016.
- [3] Y. E. Putri, S. M. Said, and M. Diantoro, "Nanoarchitected titanium complexes for thermal mitigation in thermoelectric materials," *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 101, no. October 2018, pp. 346–360, 2019.
- [4] Y. E. Putri *et al.*, "Peran Capping Agent terhadap Morfologi SrTiO<sub>3</sub> Bulat Berongga yang Terbentuk dari Susunan Nanokubus melalui Metode Solvotermal," *J. Kim. Val.*, vol. 5, no. 1, pp. 124–132, 2019.
- [5] D. Liu, Y. Zhang, H. Kang, J. Li, Z. Chen, and T. Wang, "Direct preparation of La-doped SrTiO<sub>3</sub> thermoelectric materials by mechanical alloying with carbon burial sintering," *J. Eur. Ceram. Soc.*, vol. 38, no. 2, pp. 807–811, 2018.
- [6] Y. Abate, A. Schwartzberg, D. Strasser, and S. R. Leone, "Nanometer-Scale Size Dependent Imaging of Cetyl Trimethyl Ammonium Bromide (CTAB) Capped and Uncapped Gold Nanoparticles by Apertureless Near-Field Optical Microscopy," *Chem. Phys. Lett.*, vol. 474, no. 1–3, pp. 146–152, 2009.
- [7] M. Mirhosseini, A. Rezanian, L. Rosendahl, and B. B. Iversen, "Effect of Thermal Cycling on Zinc Antimonide Thin Film Thermoelectric Characteristics," *Energy Procedia*, vol. 142, pp. 519–524, 2017.
- [8] P. Songwattanasin *et al.*, "Influence of La concentration on structural, morphological, optical and

- magnetic properties of Sr<sub>1-x</sub>La<sub>x</sub>TiO<sub>3</sub> nanopowders,” *Phys. B Condens. Matter*, vol. 571, no. July, pp. 213–221, 2019.
- [9] M. Abdi, V. Mahdikhah, and S. Sheibani, “Visible light photocatalytic performance of La-Fe co-doped SrTiO<sub>3</sub> perovskite powder,” *Opt. Mater. (Amst.)*, vol. 102, no. February, p. 109803, 2020.
- [10] Z. I. Booq and S. K. Alghaith, “Structural Study of SrTiO<sub>3</sub> Doped with Mn Using X-Ray Diffraction,” *Int. J. Theor. Appl. Nanotechnol.*, no. June, 2017.
- [11] C. Y. Guo and X. Qi, “RF magnetron sputter deposition and electrical properties of La and Y doped SrTiO<sub>3</sub> epitaxial films,” *Mater. Des.*, vol. 179, pp. 1–7, 2019.
- [12] D. Yang, X. Zou, Y. Sun, Z. Tong, and Z. Jiang, “Fabrication of three-dimensional porous La-doped SrTiO<sub>3</sub> microspheres with enhanced visible light catalytic activity for Cr(VI) reduction,” *Front. Chem. Sci. Eng.*, vol. 12, no. 3, pp. 440–449, 2018.
- [13] N. H. Park, T. Akamatsu, T. Itoh, N. Izu, and W. Shin, “Rapid synthesis and formation mechanism of core-shell-structured la-doped SrTiO<sub>3</sub> with a Nb-doped shell,” *Materials (Basel)*, vol. 8, no. 7, pp. 3992–4003, 2015.
- [14] P. Eghbali, A. Hassani, B. Sündü, and Ö. Metin, “Strontium titanate nanocubes assembled on mesoporous graphitic carbon nitride (SrTiO<sub>3</sub>/mpg-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>): Preparation, characterization and catalytic performance,” *J. Mol. Liq.*, vol. 290, p. 111208, 2019.
- [15] G. Canu and V. Buscaglia, “Hydrothermal synthesis of strontium titanate: Thermodynamic considerations, morphology control and crystallisation mechanisms,” *CrystEngComm*, vol. 19, no. 28, pp. 3867–3891, 2017.
- [16] S. Wan, M. Chen, M. Ou, and Q. Zhong, “Plasmonic Ag nanoparticles decorated SrTiO<sub>3</sub> nanocubes for enhanced photocatalytic CO<sub>2</sub> reduction and H<sub>2</sub> evolution under visible light irradiation,” *J. CO<sub>2</sub> Util.*, vol. 33, no. June, pp. 357–364, 2019.
- [17] S. Shahabuddin *et al.*, “Polyaniline-SrTiO<sub>3</sub> nanocube based binary nanocomposite as highly stable electrode material for high performance supercapattery,” *Ceram. Int.*, vol. 45, no. 9, pp. 11428–11437, 2019.
- [18] K. Nakashima, M. Kera, I. Fujii, and S. Wada, “A new approach for the preparation of SrTiO<sub>3</sub> nanocubes,” *Ceram. Int.*, vol. 39, no. 3, pp. 3231–3234, 2013.
- [19] G. Wu *et al.*, “Hydrothermal synthesis and visible-light-driven photocatalytic degradation for tetracycline of Mn-doped SrTiO<sub>3</sub> nanocubes,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 333, pp. 39–47, 2015.
- [20] H. Bantawal, U. S. Shenoy, and D. K. Bhat, “Vanadium-Doped SrTiO<sub>3</sub> Nanocubes: Insight into role of vanadium in improving the photocatalytic activity,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 513, no. February, p. 145858, 2020.
- [21] Z. Xiao *et al.*, “Enhanced up-conversion luminescence intensity in single-crystal SrTiO<sub>3</sub>: Er<sup>3+</sup> nanocubes by codoping with Yb<sup>3+</sup> ions,” *J. Alloys Compd.*, vol. 724, pp. 139–145, 2017.
- [22] P. P. Shang, B. P. Zhang, Y. Liu, J. F. Li, and H. M. Zhu, “Preparation and thermoelectric properties of la-doped SrTiO<sub>3</sub> ceramics,” *J. Electron. Mater.*, vol. 40, no. 5, pp. 926–931, 2011.

# UJI KESTABILAN PELAPISAN NANOKOMPOSIT $TiO_2SiO_2$ /KITOSAN PADA KATUN TEKSTIL DAN APLIKASINYA SEBAGAI TEKSTIL ANTIBAKTERI *Bacillus Subtilis*

Fajar Nurrahman, Imelda, Yetria Rilda\*

Laboratorium Kimia Material Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas  
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163  
\*E-mail: yetriarilda@yahoo.com

**Abstrak:** Pengujian kestabilan pelapisan nanokomposit  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan pada serat kain katun tekstil dilakukan berdasarkan perlakuan pencucian terhadap serat katun tekstil secara berulang (1 dan 3 kali). Dari hasil pengujian, diperoleh konversi massa yang menunjukkan penurunan massa serat katun sebesar 5-6% pada pencucian ke-3. Katun tekstil yang memiliki kestabilan paling baik adalah katun yang dilapisi  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan dengan menggunakan cross link asam akrilat 50% dengan komposisi Ti dan Si (2:1), dan dari hasil analisis permukaan serat menunjukkan bahwa distribusi pertikel yang lebih merata. Hasil FT-IR menunjukkan bahwa efek pencucian tidak memberikan pergeseran angka gelombang secara signifikan dan angka gelombang  $1700\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya interaksi esterifikasi dan proses pelapisan  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan pada serat kain katun. Uji katun tekstil antibakteri terhadap bakteri *Bacillus subtilis* menunjukkan daya hambat tekstil terbesar yakni pada komposisi Ti dan Si (2:1) dengan menghasilkan zona inhibisi sebesar 33,5 mm pada perlakuan tanpa pencucian dan pada pencucian ketiga mengalami penurunan menjadi 11,5 mm.

**Kata kunci:** Nanokomposit,  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan, Cross link, *Bacillus subtilis*

## 1. Pendahuluan

Nanoteknologi merupakan ilmu dan rekayasa suatu material agar bersifat lebih unggul jika dibandingkan dengan *raw material*. Produk yang dihasilkan berupa material nanosize yang berukuran 0 – 100 nm. Material nanosize memiliki luas permukaan besar dengan jumlah atom lebih banyak, memiliki energi dan tegangan permukaan yang tinggi, sehingga permukaan bersifat sangat reaktif untuk berlangsungnya reaksi kimia. Beberapa penelitian pada abad ke-21 ini telah beralih pada penggunaan konsep nanoteknologi untuk mendesain suatu material agar dapat diterapkan pada beberapa industri, seperti tekstil, katalis, device hardisk pada komputer, elektronik, kosmetik, obat-obatan, makanan, karena memiliki prospek ekonomis tinggi [1].

Tekstil merupakan material yang menjadi kebutuhan pokok manusia dalam berbagai aspek kehidupan. Industri tekstil memproduksi berbagai jenis tekstil sesuai dengan kebutuhan konsumen seperti sifat, jenis bahan, kualitas dan fungsinya. Salah satu jenis tekstil yang banyak digunakan adalah katun. Katun tekstil lebih populer di kalangan masyarakat karena memiliki sifat-sifat yang baik antara lain, seratnya

terasa lembut, biodegradasi, higroskopik, mudah dalam perawatan dan harganya terjangkau, namun katun yang tersedia secara komersial belum memiliki sifat multifungsi [2].

Sifat multifungsi adalah sifat ganda yang dimiliki oleh produk tekstil misalnya, tahan terhadap panas dan sinar UV, antinoda, antibakteri, dan antikerut[3]. Tekstil berkualitas adalah tekstil yang nyaman digunakan dan memiliki manfaat bagi kesehatan. Katun merupakan serat alami yang berasal dari tumbuhan kapas, seratnya berpori dan kelembabannya dapat menyesuaikan suhu tubuh, sehingga sangat kondusif untuk terkontaminasi oleh mikroorganisme seperti bakteri, ragi dan jamur. Bakteri yang berkembang biak pada bahan tekstil akan berdampak pada kualitas tekstil dan kesehatan manusia[4].

Sebagai langkah awal dalam mengatasi permasalahan pada tekstil adalah dengan mendesain serat katun yang memiliki sifat antimikroba melalui pelapisan senyawa nanomaterial oksida logam, seperti  $TiO_2$ , ZnO dan kompositnya. Rilda, Y. et al (2010) melaporkan bahwa senyawa  $TiO_2$  yang di-*doped* dengan logam transisi untuk mendapatkan produk M- $TiO_2$ , produk ini telah diaplikasikan secara luas sebagai

desinfektan untuk beberapa spesies mikroba patogen seperti *Escherichia coli*, *Staphylococcus*, *Bacillus.s*, *Aspergillus niger*, *Penicillum sp.* dan *Fusarium semitectrum* [5]. Senyawa ini ternyata memiliki keunggulan yaitu memiliki daya hambat hingga  $85 \pm 5\%$ [6]. Senyawa  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  merupakan senyawa semikonduktor bersifat fotokatalis. Bila disinari dengan sinar UV-Vis, senyawa  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  akan mengalami fotodegradasi dan membebaskan radikal bebas ( $\bullet\text{OH}$  dan  $\bullet\text{O}_2$ ). Senyawa radikal hidroksil dan anion superoksida ini merupakan zat oksidatif yang sangat efektif untuk menghambat pertumbuhan mikroorganisme [7].

Pada aplikasinya, tekstil yang telah dimodifikasi dengan material yang memberikan sifat antibakteri akan mengalami berbagai perlakuan seperti tarikan, perubahan suhu, dan pencucian berulang[8]. Pada penelitian ini dilakukan pengujian kestabilan pelapisan nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  terhadap perlakuan pencucian berulang dan menguji sejauh mana kestabilan sifat antibakteri dari tekstil terhadap bakteri *Bacillus subtilis*. Serat katun dalam proses pelapisannya diberi perlakuan perbedaan konsentrasi *cross link* asam akrilat, dan nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  yang digunakan memiliki perbedaan komposisi Ti dan Si.

*Bacillus subtilis* dipilih sebagai bakteri uji dengan pertimbangan ini mewakili bakteri gram positif, bersifat patogen, dan resisten terhadap lingkungan ekstrim[12]. Selanjutnya dilakukan karakterisasi untuk memperoleh informasi kestabilan pelapisan  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  terhadap pencucian berulang dengan menggunakan *Fourier Transform Infrared Spectroscopy* (FT-IR), *Scanning Electron Microscopy* (SEM), mikroskop fotooptik, dan uji aktivitas terhadap bakteri *Bacillus subtilis* dengan penyinaran UV.

## 2. Metodologi Penelitian.

### 2.1 Alat

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah alat-alat gelas (tabung reaksi, gelas piala, erlenmeyer dan sebagainya), magnetic stirrer, spatula, oven, sarung tangan, masker, neraca analitis, petridish, inkubator sinar UV. Alat karakterisasi yang

digunakan adalah mikroskop foto optik, FT-IR (*Fourier Transform Infra-Re*) dan SEM (JEOL JSM-IT-300)

### 2.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah serat katun yang telah dilapisi senyawa nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  dengan komposisi molar Ti dan Si (2:1) dan (1:2) dengan menggunakan *cross link* asam akrilat 25% dan 50%, deterjen, alkohol 70%, aquadest, media Nutrien Agar (NA) dan isolat bakteri *Bacillus subtilis*.

### 2.3 Prosedur Kerja

#### 2.3.1 Pencucian berulang dan karakterisasi serat katun dilapisi

Serat katun(1,5 cm x 1 cm) yang sudah dilapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  dicuci menggunakan 50 ml deterjen dengan pengocokan menggunakan stirrer selama 5 menit. Selanjutnya dilakukan pembilasan menggunakan 50 ml aquadest sebanyak 3 kali. Serat katun dikeringkan pada suhu  $80^\circ\text{C}$  menggunakan oven selama 5 menit untuk setiap kali pembilasan. Dilakukan penimbangan massa serat katun, lalu dikarakterisasi dengan FT-IR, Mikroskop fotooptik dan SEM.

#### 2.3.2 Persiapan Isolat Bakteri *Bacillus subtilis*

Bakteri *Bacillus subtilis* ditumbuhkan pada media agar miring (NA) secara aseptis dengan 2-3 kali pengulangan.

#### 2.3.3 Pengujian Katun Tekstil Antibakteri

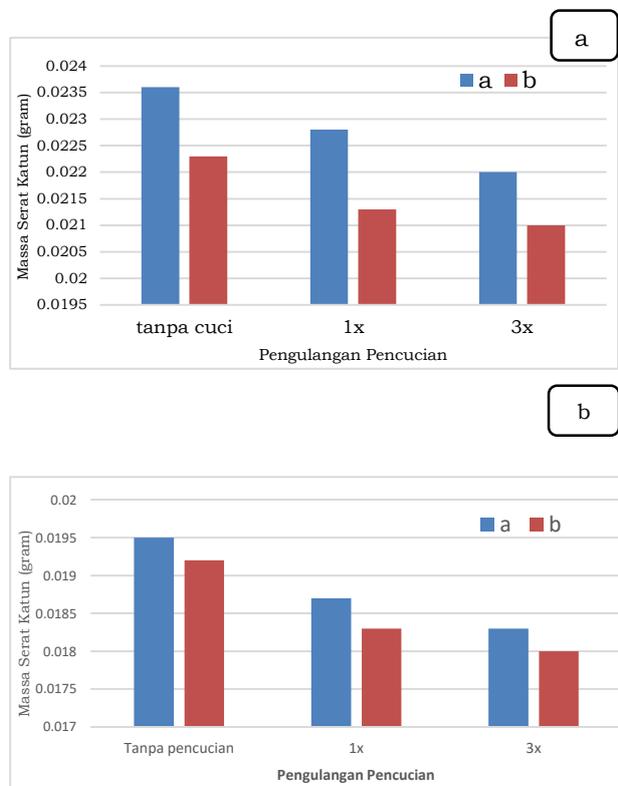
Serat katun yang sudah dilapisi  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  dan dicuci dipotong berbentuk cakram dengan diameter 0,6 cm, ditempatkan pada petridish media NA yang berisi isolat biakan bakteri *Bacillus Subtilis*. Petridish diinkubasi pada suhu  $27^\circ\text{C}$  dalam inkubator dan dilakukan penyinaran menggunakan lampu Uv selama 24 - 48 jam. Dilakukan pengukuran zona inhibisi yang dihasilkan dengan alat calipers dan penggaris.

## 3. Hasil dan Diskusi

### 3.1 Analisis Perubahan Massa Serat katun

Perubahan massa serat katun yang dilapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  sebelum dan setelah pencucian dihitung sebagai konversi massa jumlah  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  yang hilang. Pengamatan dilakukan secara

gravimetri berdasarkan penimbangan massa katun, perubahan massa katun ditampilkan pada gambar 1(a) dan 1(b) menunjukkan bagaimana pengaruh komposisi Ti dan Si pada konversi massa katun dilapisi nanokomposit  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan setelah pencucian berulang.



**Gambar 1.** Grafik massa serat katun (a). as. akrilat 50 % a.Ti :Si (2:1), b.Ti :Si (1:2) (b). as.akrilat 25% a.Ti:Si (2:1) b.Ti:Si (1:2)

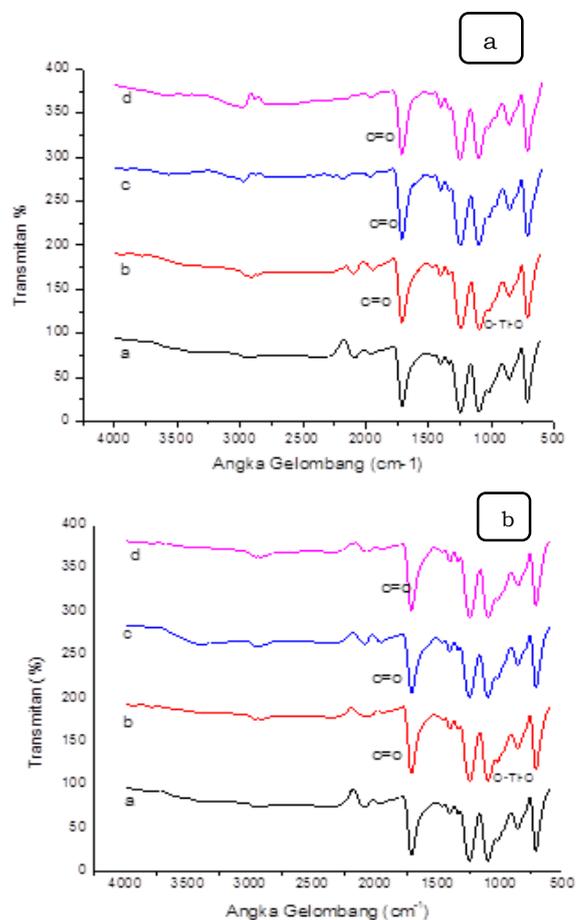
Pada gambar 1 dapat dilihat serat katun dilapisi  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan dengan komposisi Ti dan Si (2:1) memberikan massa yang lebih besar pada konsentrasi *cross link* asam akrilat yang sama.. Data pada gambar 1 menunjukkan bagaimana pengaruh komposisi Ti dan Si pada konversi massa katun dilapisi nanokomposit  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan katun setelah pencucian berulang. Pengukuran massa pada serat katun yang dilapisi nanokomposit  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan dengan variasi komposisi Ti dan Si serta konsentrasi *cross link* asam akrilat menunjukkan terjadinya pengurangan massa, yang menandakan adanya pengaruh pencucian secara berulang terhadap kestabilan pelapisan  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan pada serat katun.

Pada sampel katun terlapisi yang dicuci secara berulang 1 hingga 3 kali diperoleh kehilangan masa lebih kecil

terjadi pada serat katun dilapisi dengan  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan dengan variasi asam akrilat 50%. Hal tersebut menunjukkan variasi konsentrasi *crosslink agent* memiliki pengaruh terhadap kestabilan pelapisan  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan pada serat katun

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

Pada pola FT-IR di gambar 2 (a), dapat dilihat pada katun yang tidak dilapisi oleh nanokomposit  $TiO_2-SiO_2$ /kitosan, adanya intensitas gugus C=O *stretching* yang lebih rendah. Diperoleh juga pergeseran angka gelombang dari  $1700\text{ cm}^{-1}$  hingga  $1712\text{ cm}^{-1}$  pada spektrum (b),(c), dan (d) yang menunjukkan terbentuknya reaksi esterifikasi sebagai akibat interaksi antara gugus karboksilat pada *cross link* asam akrilat dengan gugus hidroksil pada serat katun.



**Gambar 2** Pola FT-IR serat katun (a) Ti :Si (2:1) as.akrilat 50%.(b) Ti :Si (2:1) as.akrilat 25%

Data pengukuran FT-IR menunjukkan intensitas gugus C=O yang bertambah tinggi karena teridentifikasinya gugus karboksilat *cross link* asam akrilat. Pada spectrum 2(a) pada panjang gelombang  $1101\text{ cm}^{-1}$  teridentifikasi vibrasi Si-O-Si,

selain itu diperoleh juga pada angka panjang gelombang  $1021\text{ cm}^{-1}$  adanya interaksi gugus O-Ti-O dan pada panjang gelombang  $858\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya vibrasi gugus O-Si-O, sedangkan vibrasi molekul C=O ditandai dengan adanya spektrum pada panjang gelombang di angka  $1710\text{ cm}^{-1}$ .

Pada Gambar 2(b) dimana didapatkan gugus karboksilat yang berasal dari asam akrilat membentuk interaksi elektrostatik dengan  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$ , sehingga intensitas gugus C=O *stretching* menjadi berkurang. Interaksi kimia antara nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2$  dengan serat permukaan katun tekstil dapat diamati pada daerah angka gelombang  $1100\text{ cm}^{-1}$  –  $970\text{ cm}^{-1}$ . Interaksi tersebut menunjukkan telah terjadi pelapisan senyawa *cross link* asam akrilat dan  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  pada sampel katun tekstil

Pola spektrum FT-IR pada gambar 2(b) menunjukkan daerah spektrum antara katun tanpa pelapisan, katun yang dilapisi, dengan perbandingan komposisi Ti dan Si (2:1) variasi konsentrasi asam akrilat 25%. Dengan perlakuan tanpa pencucian, 1 kali dan 3 kali pencucian. Pada gambar 2(b) dapat dilihat tidak terjadi pergeseran panjang gelombang yang signifikan pada daerah angka gelombang  $1700\text{ cm}^{-1}$  hingga angka gelombang  $850\text{ cm}^{-1}$  setelah pencucian, namun terjadi pergeseran pada daerah angka gelombang  $2200\text{ cm}^{-1}$  dan pada panjang gelombang diatas  $3000\text{ cm}^{-1}$  setelah pencucian berulang hingga 3 kali yang menunjukkan adanya vibrasi gugus OH yang mulai terbentuk dari molekul air yang masih terikat akibat adanya pencucian berulang.

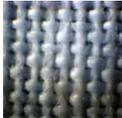
### 3.3 Analisis Foto Optik Serat Katun

Foto optik dari serat katun tekstil yang telah dilapisi dengan  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  dapat dilihat pada tabel 1. Analisis foto optik sampel katun pada pembesaran 40 kali memperlihatkan pada permukaan serat katun adanya totonan putih yang menandakan terdapatnya nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  yang dilapisi dan terdistribusi pada permukaan serat katun.

Pada sampel serat katun tanpa pencucian, totonan putih terlihat jelas, dan semakin berkurang seiring dilakukannya pencucian secara berulang 1 hingga 3 kali

pada sampel serat katun yang dilapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$ .

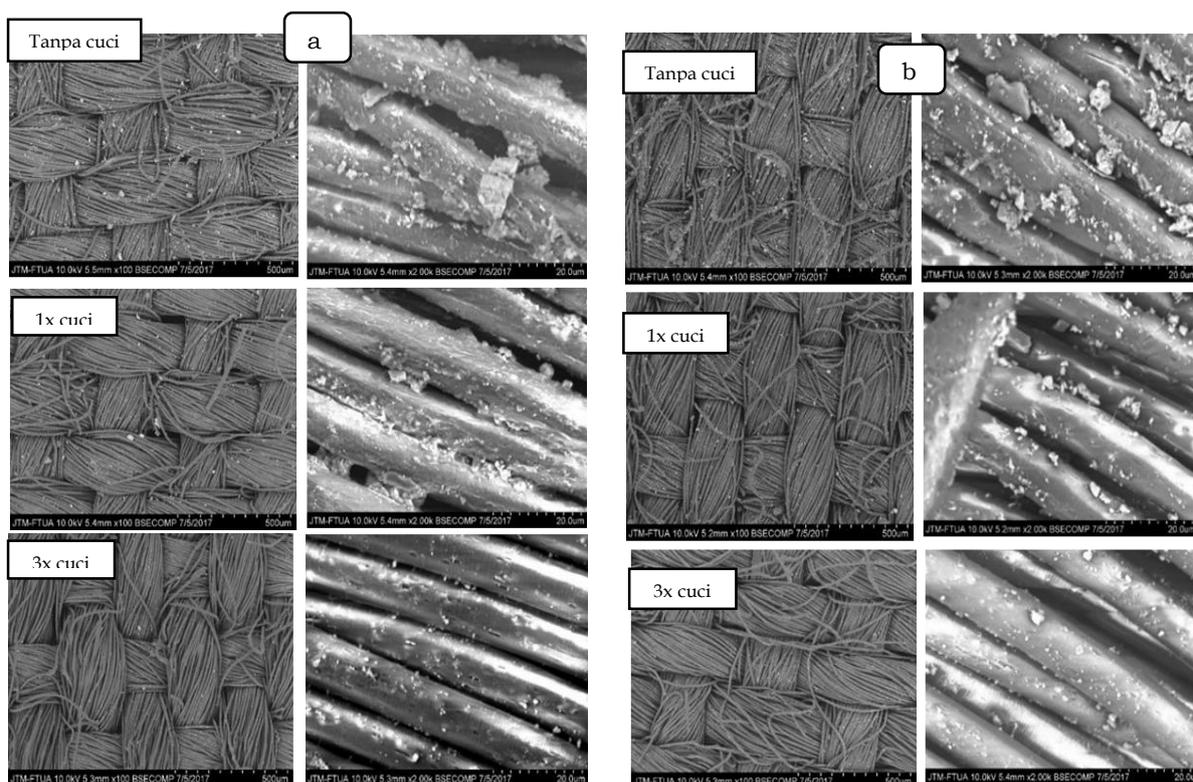
**Tabel 1.** Foto optik serat katun dilapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$

Sampel serat katun terapis	Jumlah Pengulangan Pencucian		
	Tanpa Pencucian	1 kali	3 kali
T :Si (2:1) as.akrilat 25%			
Ti:Si (2:1) as.akrilat 50%			
Ti:Si (1:2) as.akrilat 50%			
Ti:Si (1:2) as.akrilat 25%			

### 3.4 Analisis SEM (Scanning Electron Microcopy)

Analisis SEM sampel katun terlapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  dapat dilihat pada gambar 3. Analisis SEM menunjukkan tampilan perbesaran 100 dan 2000 kali dari morfologi serat katun yang memperlihatkan distribusi senyawa nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{Kitosan}$  pada permukaan serat katun dengan perbandingan Ti dan Si (2:1) 50% asam akrilat tanpa pencucian. Dihadirkan bagaimana nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  yang terdistribusi merata.

Gambar 3(a) merupakan kondisi morfologi serat katun dilapisi komposisi Ti dan Si (2:1) *cross link* asam akrilat 50% dengan perlakuan pencucian 1 sampai 3 kali pada perbesaran 100 dan 2000 kali. Dimana, dari gambar SEM fpst dilihat terjadi pengurangan nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  yang menempel pada serat katun.



**Gambar 3.** Foto SEM serat katun terlapis  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{Kitosan}$  komposisi Ti:Si (2:1) (a) *crosslink* asam akrilat 50 % (b). *crosslink* asam akrilat 25%

Pengaruh pencucian terhadap ketahanan pelapisan senyawa  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  juga dapat diamati pada sampel serat katun dengan perbandingan Ti dan Si (2:1) dengan variasi konsentrasi asam akrilat 25% pada gambar 3(b). Terjadi penurunan jumlah distribusi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  yang menempel pada serat katun seiring dengan banyaknya pencucian yang dilakukan. Analisa SEM pada gambar 3(b) menunjukkan terdapat distribusi senyawa  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  dengan jumlah yang lebih sedikit dibandingkan dengan serat katun dilapisi menggunakan 50% asam akrilat sebagai *cross link* pada gambar 3(a).

Hasil analisis SEM menunjukkan pengaruh pencucian berulang terhadap ketahanan nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  yang dilapisi pada serat katun, akibat adanya interaksi serat katun yang dilapisi dengan deterjen dan air.

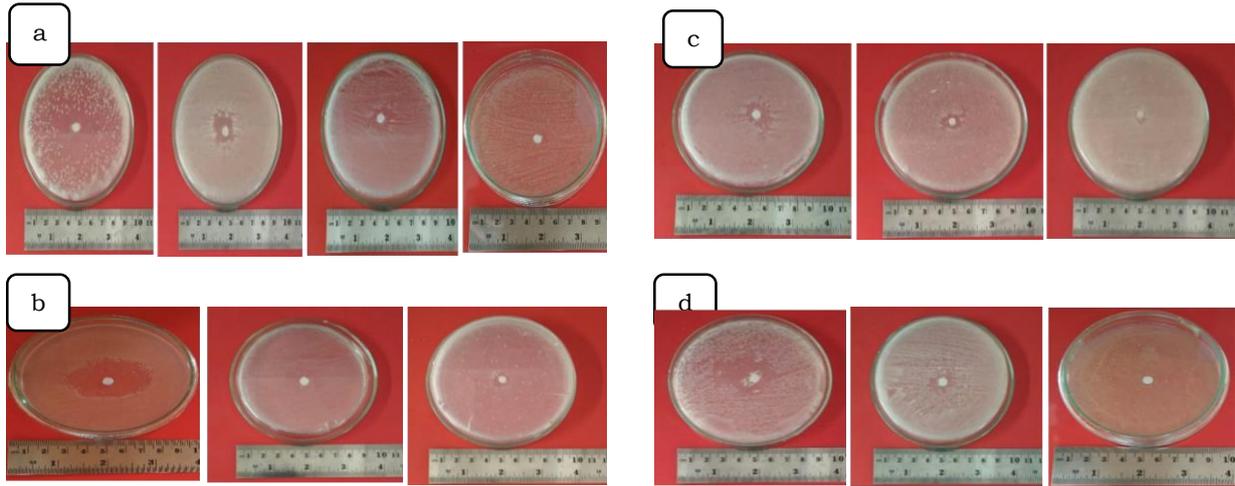
#### 4.4 Uji Aktivitas Katun Tekstil Antibakteri

Pengujian aktivitas antibakteri sampel serat katun dapat diamati pada gambar 4. Pengujian dilakukan dengan mengamati terbentuknya zona inhibisi pada sampel serat katun jika disinari dengan lampu Uv

pada  $\lambda_m = 365 \text{ nm}$  dengan intensitas lampu 536 lux dengan waktu 24 sampai 48

jam. Hasil uji aktivitas antibakteri dari katun tanpa pelapisan (kontrol negatif) tidak memberikan zona inhibisi terhadap bakteri *Bacillus subtilis*. Gambar 4 (a) memperlihatkan zona inhibisi dari serat katun dilapisi  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  dengan komposisi Ti dan Si (2:1) asam akrilat 50% tanpa pencucian menghasilkan zona inhibisi sebesar 33,5 mm, dan terjadi penurunan daya hambat pertumbuhan bakteri *Bacillus subtilis* setelah 1 kali dan 3 kali pencucian, yang dapat diamati melalui penurunan zona inhibisi hingga 11,5 mm pada pencucian ketiga.

Gambar 4(b) menunjukkan serat katun dilapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2/\text{kitosan}$  komposisi Ti dan Si (2:1) asam akrilat 25 % menghasilkan angka zona inhibisi sebesar 30,5 mm dan zona inhibisinya menurun menjadi 9,8 mm setelah dilakukan tiga kali pencucian. Gambar 4(c) menunjukkan serat katun dengan komposisi Ti dan Si (1:2) asam akrilat 50 % yang menghasilkan zona inhibisi sebesar 29,5 mm dan menurun menjadi 8,5 mm pada pencucian ketiga kali.



**Gambar 4.** Zona inhibisi *Bacillus subtilis* serat katun (a) Ti :Si (2:1) as.akrilat 50% (b)Ti:Si (2:1) as.akrilat 25%, (c)Ti:Si (1:2) as. akrilat 50%, (d)Ti:Si(1:2) as.akrilat 25%

**Tabel 2** Zona inhibisi *Bacailus subtilis*

Sampel Serat Katun	Komposisi Ti:Si	Asam akrilat (%)	Zona inhibisi (mm)
Tanpa pelapisan	-	-	-
Tanpa pencucian	2:1	50	33,50
1 kali cuci	2:1	50	21,88
3 kali cuci	2:1	50	11,50
Tanpa pencucian	2:1	25	30,50
1 kali cuci	2:1	25	17,50
3 kali cuci	2:1	25	9,80
Tanpa pencucian	1:2	50	29,50
1 kali cuci	1:2	50	15,50
3 kali cuci	1:2	50	8,50
Tanpa Pencucian	1:2	25	16,80
1 kali cuci	1:2	25	10,50
3 kali cuci	1:2	25	7,28

Gambar 4(d) menunjukkan sampel serat katun dilapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2\text{/kitosan}$  dengan perbandingan komposisi Ti:Si (1:2) variasi *cross link* asam akrilat 25% yang menghasilkan zona inhibisi paling kecil, yaitu sebesar 16,8 mm pada perlakuan tanpa pencucian dan menurun hingga 7,28 mm pada pencucian ketiga kali.

Data pada tabel 2 memperlihatkan pengaruh komposisi  $\text{TiO}_2$  pada pengujian aktivitas antibakteri. Hal itu dilihat dari zona inhibisi yang terbentuk, dimana pada serat katun tanpa pencucian dan setelah pencucian berulang, serat katun yang dilapisi dengan komposisi Ti:Si(2:1) menghasilkan zona inhibisi lebih besar. Hal ini karena senyawa  $\text{TiO}_2$  merupakan salah satu material semikonduktor yang mempunyai aktivitas katalitik yang tinggi

sehingga memiliki keefektifan sebagai agen antibakteri [10].

#### 4.Kesimpulan

Pada penelitian ini telah berhasil dilakukan pengujian kestabilan pengaruh pencucian terhadap pelapisan nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2\text{/kitosan}$  pada serat katun. Hasil pengujian memperlihatkan pelapisan yang lebih baik pada katun yang dilapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2\text{/kitosan}$  dengan komposisi Ti:Si (2:1) dan asam akrilat 50% sebagai *crosslink agent*. Pengaruh pencucian berulang dapat menurunkan efek daya hambat katun tekstil terlapisi nanokomposit  $\text{TiO}_2\text{-SiO}_2\text{/kitosan}$  terhadap bakteri *Bacillus subtilis* yang ditunjukkan dengan menurunnya zona inhibisi, dimana sebelum pencucian dihasilkan zona inhibisi sebesar 33,5 mm dan setelah pencucian

berulang hingga 3 kali dihasilkan zona inhibisi sebesar 11,5 mm.

### 5. Ucapan Terima Kasih

Terima kasih kepada Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Andalas yang telah memberikan segala fasilitas dalam menyelesaikan penelitian ini.

### Referensi

- [1] Shi, Lei, Yan Zhao, Xiaodong Zhang, Haijia Su, Tianwei Tan. Antibacterial and anti-mildew behavior of chitosan/nano-TiO<sub>2</sub> composite emulsion. State Key Laboratory of Chemical Resource Engineering, Beijing University of Chemical Technology, China. Korean Journal Chemistry. 2008. 25(6):1434-1438
- [2] Aristianti, Deswita: Daya Hambat Komposit Kitosan/Ag dengan Lapisan pada Serat katun Katun terhadap Aktivitas Bakteri Escherichia Coli. Skripsi Sarjana Sains, Fakultas MIPA, Universitas Sebelas Maret, 2011.
- [3] Rilda, Y, Dkk. Efek Doping Ni (Ii) Pada Aktivitas Fotokatalitik Dari TiO<sub>2</sub> untuk Inhibisi Bakteri Patogenik. Makara Sains. 2010. 14(1) : 7-14.
- [4] Rilda, Y., A, Admin ., K, Silvi.. Sintesis Titania –Silikat Nanokomposit Berbasis Anatase Dengan Variasi Waktu Pemeraman Dan Kristalisasi. Jurusan Kimia-FMIPA UNAND. 2014.
- [5] Rilda Y., Fadhli., Syukri., Alif A., Nur H., Self-Cleaning TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> Cluster On Cotton Textile Prepared By Dip-Spin Coating Process. Jurnal Teknologi (Science and Engineering). 2016. 78(7) : 113-120
- [6] Karimi, Loghan, Mohammad Mirjalili, M. Esmail Yazdanshenas, Ali Nazari. Effect of Nano TiO<sub>2</sub> on self Cleaning Property of Cross Linking Cotton Fabric with Succinic Acid Under UV Irradiation. Textile Department, Islamic Azad University, Yazd Branch, Yazd, Iran, Journal of Photochemistry and Photobiology. 2010, 5 (86) : 1030-1037
- [7] Ju, Jiahe: Super-hydrophilic SiO<sub>2</sub>-doped TiO<sub>2</sub> photocatalysts for self-cleaning applications. Department of Materials Science and Engineering, MingDao University, ChungHua Taiwan, Republic of China. 2010, 3 (4) : 123 – 139.
- [8] Rilda, Yetria, Admin, A. Pengembangan Metode Sintesis Nanokristal Titania (TiO<sub>2</sub>) Mesopori Melalui Hibridisasi Dengan SiO<sub>2</sub>/Kitosan. Laporan Akhir Penelitian Hibah Fundamental. Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas, Padang. 2013.
- [9] Delvinas, Vivi. Studi Pelapisan Nanokristal TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub>/Kitosan Pada Katun Tekstil dan Aplikasinya Sebagai Senyawa Antibakteri Staphylococcus Aureus Jurusan Kimia FMIPA-UNAND. 2014
- [10] Mahardika, Gita : Studi Pelapisan Nanokomposit TiO<sub>2</sub>-SiO<sub>2</sub> Pada Katun Tekstil dan Aplikasinya Sebagai Antijamur. Jurusan Kimia FMIPA-UNAND. 2015.
- [11] Hogg, Jhon Wiley & Sons, Galkina, OL, A. Sycheva., Blagodatskiy A., Kaptay G., Katanaev V.L., G.A. Essential Microbiology, The University of Glamorgan: Ltd, UK, 2005, p.51-63. 22
- [12] Graumann P. Bacillus: Cellular and Molecular Biology. Caister Academic Press. 2007

# KARAKTERISASI MINYAK ATSIRI TANAMAN JAHE (*Zingiber officinale*) DARI DAERAH KABUPATEN TANAH DATAR DENGAN GAS CHROMATHOGRAPHY MASS SPECTROMETRY (GC MS) SERTA UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN DAN SITOTOKSIK

Adlis Santoni\*, Annisa Rahmi Z.J, Daimon Syukri

Laboratorium Kimia Bahan Alam, Jurusan Kimia FMIPA, Universitas Andalas  
Laboratorium Instrumentasi Pusat, Jurusan Teknologi Hasil Pertanian, Universitas Andalas  
Jurusan Kimia FMIPA Unand, Kampus Limau Manis, 25163

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

**Abstrak:** Jahe (*Zingiber officinale*) merupakan tanaman obat tradisional yang memiliki bau khas karna adanya minyak atsiri dan berfungsi sebagai perlindungan untuk tanaman. Komposisi dan kuantitas minyak atsiri pada tanaman jahe dihipotesiskan berbeda berdasarkan daerah tempat tumbuhnya. Tujuan penelitian ini yaitu untuk mengetahui komposisi dan karakteristik senyawa kimia minyak atsiri jahe dari daerah Tanah Datar serta pengaruh bioaktivitasnya terhadap aktivitas antioksidan dan sitotoksik. Minyak atsiri jahe diperoleh menggunakan proses disitilasi air, karakterisasi senyawa kimia dilakukan dengan *Gas Chromathography-Mass Spectrometry* (GC-MS), Uji aktivitas antioksidan dan sitotoksik dilakukan dengan metode 1,1-Difenil-2-Pikrilhidrazil (DPPH) dan *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT). Hasil analisis menunjukkan terdapat 41 senyawa dalam minyak atsiri rimpang jahe dengan senyawa yang dominan yaitu *Citral* (20,14%), *Champene* (12,86%), *1,4-Cineole* (12,45%) dan 39 senyawa dalam minyak atsiri daun jahe dengan senyawa yang dominan yaitu *4,11,11-Trimethyl-8-Methylenebicyclo[7.2.0]Undec-4-Ene* (42,34%), *Caryophyllene Oxide* (6,92%), *Citral* (6,64%). Setelah dibandingkan dengan literatur yang ada, komponen senyawa kimia dalam minyak atsiri jahe Tanah Datar ini memiliki karakter yang berbeda dengan daerah lainnya, hal ini berpengaruh terhadap sifat bioaktivitas yang diberikan. Aktivitas antioksidan minyak atsiri jahe Kabupaten Tanah Datar tidak menunjukkan aktivitas antioksidan dengan nilai IC<sub>50</sub> yang cukup besar yaitu 8134 mg/L sedangkan aktivitas sitotoksik menunjukkan nilai LC<sub>50</sub> sebesar 85.901 mg/L dan merupakan senyawa yang bersifat sangat toksik.

**Keywords:** Antioksidan, GC-MS, Minyak atsiri jahe, Minyak atsiri daun jahe, sitotoksik.

## 1. Pendahuluan

Metabolit sekunder merupakan senyawa kimia yang dihasilkan tanaman dalam jumlah yang kecil dan tidak memiliki pengaruh langsung terhadap pertumbuhan dan perkembangan tanaman, tetapi digunakan sebagai perlindungan agar terhindar dari gangguan mikroba, gangguan dari herbivora dan juga berfungsi sebagai pertahanan pada kondisi lingkungan yang ekstrim. produk metabolit yang dihasilkan oleh tanaman memiliki sifat yang spesifik dan kadar yang berbeda untuk setiap spesies tanaman. selain itu perbedaan kandungan metabolit yang dihasilkan juga dapat dipengaruhi oleh faktor kondisi geografis lingkungan seperti ketinggian tempat, temperatur, curah hujan, jenis tanah dan faktor lainnya[1], [2].

Kabupaten Tanah datar merupakan salah satu daerah yang berada di provinsi Sumatera Barat yang

berada di daerah dataran tinggi dan merupakan salah satu daerah penghasil jahe di Sumatera Barat, hal ini diketahui dari data Badan Pusat Statistik pada tahun 2019 produksi jahe di Kabupaten Tanah Datar yaitu sekitar 232.522 kg[3]. Daerah ini berada diantara 3 pegunungan dengan ketinggian antara 750-1000 mdpl dengan suhu udara yaitu 22°C-33°C[4]. Jahe (*Zingiber officinale*) yang termasuk kedalam famili *Zingebereceae* telah lama dikenal dan digunakan oleh masyarakat sebagai salah satu obat tradisional karna mengandung senyawa metabolit sekunder golongan flavonoid, fenolik, serta terpenoid yaitu minyak atsiri jahe yang menyebabkan adanya bau khas pada jahe[5]. Jahe banyak digunakan dalam berbagai pengobatan tradisional seperti mual, muntah, asma, jantung berdebar, peradangan, dyspepsia, kehilangan nafsu makan dan sembelit[6].

Jahe segar mengandung 80,9% kandungan air, 2,3% protein, 0,9% lemak,

1,2% mineral, 2,4% serat, dan 12,3% karbohidrat. Mineral yang terkandung dalam jahe adalah zat besi, kalsium, fosfor, dan vitamin[7]. Jahe juga mengandung 2 komponen utama yaitu *volatile oil* (minyak menguap) dan *non volatile oil* (minyak tak menguap).

#### 1. *Volatile oil*

*Volatile oil* atau yang lebih dikenal dengan nama minyak atsiri merupakan komponen pemberi aroma pada jahe. Umumnya larut dalam pelarut organik dan tidak larut dalam air[5].

#### 2. *Non volatile oil*

*Non volatile oil* atau yang lebih dikenal dengan oleoresin dan merupakan komponen pemberi rasa pedas dan pahit. Oleoresin merupakan minyak berwarna coklat tua, kandungan oleoresin dapat digunakan untuk menentukan jenis jahe[5].

Berdasarkan penelitian Baldin *et al.*, (2019) minyak atsiri jahe diketahui memiliki aktivitas antimikroba dan sitotoksik terhadap *mycobacterium tuberculosis*[6]. serta pada penelitian Bellik *et al.*, (2014) juga melaporkan oleoresin dari jahe mampu menunjukkan aktivitas antioksidan yang tinggi[8]

Radikal bebas merupakan suatu atom atau molekul yang mengandung elektron tidak berpasangan pada orbital terluarnya yang bersifat tidak stabil dan bersifat sangat reaktif sehingga dapat menyebabkan reaksi berantai dan merusak sel-sel penting dalam tubuh[9]. Radikal bebas dapat menimbulkan penyakit degeneratif akibat proses oksidasi yang menghasilkan senyawa beracun yang dapat merusak sel sehingga fungsi organ akan menjadi sangat berkurang[10]. Sebuah antioksidan dibutuhkan sebagai substansi kimia yang dapat mencegah oksidasi bahan kimia lainnya. Antioksidan akan melindungi dengan menetralkan efek berbahaya dari radikal bebas[9].

Senyawa sitotoksik merupakan suatu senyawa atau zat yang dapat merusak sel normal dan sel kanker serta juga dapat digunakan untuk menghambat pertumbuhan sel tumor malignon[11]. Uji aktivitas sitotoksik metode *Brine Shrimp Lethality Test* digunakan sebagai pengujian pendahuluan dalam penapisan senyawa antikanker dari bahan alam[12]. Nilai mortalitas ditentukan dengan menggunakan analisa probit untuk menentukan nilai toksisitas menggunakan *Lethal concentration* (LC<sub>50</sub>).

Berdasarkan studi literatur, penentuan kandungan senyawa kimia

tanaman jahe telah dilakukan sebelumnya, namun penentuan karakteristik senyawa kimia minyak atsiri tanaman jahe yang berasal dari daerah Sumatera Barat dan sifatnya terhadap bioaktivitas belum dilaporkan, maka peneliti tertarik melakukan penelitian terhadap jahe di daerah Tanah Datar untuk melihat karakteristik minyak atsiri yang dihasilkan, serta seberapa besar sifat minyak atsiri yang dihasilkan terhadap bioaktivitas antioksidan dan sitotoksik dari jahe yang berasal dari Tanah Datar. Peneliti melakukan analisis kandungan senyawa kimia menggunakan analisis GC-MS, aktivitas antioksidan dengan metode DPPH serta aktivitas sitotoksik dengan metode BSLT.

## 2. Material dan Metode

### 2.1. Bahan

Tanaman jahe diperoleh dari Nagari Singgalang, Kabupaten Tanah Datar dengan umur panen 1 tahun 6 bulan. Aquades untuk pelarut distilasi, pereaksi Mayer untuk identifikasi alkaloid, pereaksi *Liebermann Burchad* untuk identifikasi triterpenoid dan steroid. Serbuk Mg dan HCl untuk identifikasi flavonoid, Besi (III) Klorida untuk identifikasi fenolik. Untuk uji kadar total fenolik digunakan Reagen Follin-Ciocalteu, Untuk uji antioksidan digunakan 1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH), Asam Askorbat dan metanol. Untuk uji sitotoksik digunakan dimetilsulfoksida (DMSO).

### 2.1 Intsrumen

Alat distilasi, neraca analitik, beberapa peralatan gelas, botol vial, plat tetes, aluminium foil, *Gas Chromatography-Mass Spectra* (GC-MS) GC-MS-QP-2010 (Shimadzu, Tokyo, Japan) dan Spektrofotometer UV-Vis.

### 2.3 Persiapan dan Identifikasi Sampel

Daun dan rimpang Jahe diperoleh dari Nagari Singgalang, Kabupaten Tanah Datar, Provinsi Sumatera Barat dengan waktu panen 1 tahun 6 bulan. Sampel tanaman jahe (*Zingiber officinale*) diidentifikasi di Laboratorium Herbarium Universitas Andalas (ANDA).

### 2.4 Uji Kandungan Metabolit Sekunder

Sampel daun dan rimpang jahe dipotong dan diiris tipis kemudian diekstraksi menggunakan pelarut metanol. Direndam selama 24 jam. Hasil ekstrak kemudian dipisahkan dengan cara disaring[13].

**a. Uji Flavonoid**

Sebanyak 1 mL ekstrak metanol daun dan rimpang jahe dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan 2 tetes Asam klorida pekat, kemudian larutan dikocok dan ditambahkan serbuk Mg. Adanya flavonoid dibuktikan dengan terbentuknya larutan berwarna jingga.

**b. Uji Fenolik**

Sebanyak 1 mL ekstrak metanol daun dan rimpang jahe dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambah larutan besi (III) klorida dan diamati perubahan warna larutan. Apabila larutan berwarna biru atau ungu menandakan positif mengandung senyawa fenolik.

**c. Saponin**

Sebanyak 1 ml ekstrak metanol daun dan rimpang jahe masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi, kemudian ditambahkan 2 tetes larutan HCl pekat dan larutan dikocok. Adanya terbentuk busa yang tidak hilang setelah didiamkan selama 1 menit menunjukkan adanya senyawa saponin.

**d. Uji Triterpenoid dan Steroid**

Ekstrak metanol daun dan rimpang jahe dipipet dan diteteskan pada lubang plat tetes, ditambah asam sulfat pekat dan anhidrida asetat. Apabila terbentuk warna merah atau coklat, menandakan sampel mengandung senyawa triterpenoid. Serta apabila terbentuk warna hijau atau biru, menandakan sampel mengandung senyawa steroid.

**e. Uji Alkaloid**

Sebanyak 1 mL ekstrak metanol dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan 2 mL kloroform-amonia 0,05 M. Kemudian ditambahkan asam sulfat dan dikocok. Larutan yang terbentuk dipisahkan. Lapisan asam dipisahkan dan ditambahkan pereaksi Mayer. Apabila timbul endapan berwarna putih, maka sampel mengandung alkaloid.

**2.5 Ekstraksi Minyak Atsiri Tanaman Jahe**

Sebanyak 400 g rimpang jahe dan 120 g daun jahe dimasukkan ke dalam labu distilasi yang berbeda, selanjutnya dilakukan proses distilasi menggunakan pelarut aquades. Distilasi dilakukan selama 12-14 jam hingga diperoleh hasil distilasi berupa air dan minyak atsiri. Minyak atsiri dipisahkan dari air dan

dihitung volumenya serta disimpan dalam botol vial[14].

**2.6 Analisis Komponen Minyak Atsiri dengan GC-MS**

Identifikasi kandungan senyawa kimia minyak atsiri dilakukan menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) seri Shimadzu (QP-2010) (Tokyo, Jepang) yang dilengkapi dengan AOC-20i auto-sampler. Kolom yang digunakan merupakan kolom kapiler Rxi-5MS (30 m × 0,25 mm i.d., 0,25 µm). Gas helium digunakan sebagai gas pembawa. Suhu awal kolom diatur pada 60 °C selama 1 menit dan ditingkatkan hingga 210°C, peningkatan dilakukan setiap 10°C/menit. Suhu injektor dan detektor masing-masing adalah 200°C dan 230°C. Energi ionisasi yang digunakan adalah 70 eV dengan waktu pemindaian 0,3 detik dan range massa yaitu 45-500 AMU. Senyawa hasil identifikasi dibandingkan dengan data dari *National Institute of Standards and Technologies, Mass Spectra Libraries* 14 (NIST).

**2.7 Penentuan Kandungan Fenolik Total**

Penentuan kandungan fenolik total dilakukan terhadap minyak atsiri dengan menggunakan metode Folin-Ciocalteu[15], [16].

**a. Pembuatan Larutan Standar Asam Galat**

Larutan standar dibuat dengan melarutkan asam galat sebanyak 10 mg dalam labu ukur 10 mL dengan metanol dan didapatkan konsentrasi 1.000 mg/L. Selanjutnya dibuat variasi konsentrasi larutan standar yaitu dengan konsentrasi 10; 20; 40; 60; 80; 100 mg/L. Larutan sampel diambil sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL kemudian ditambahkan dengan 0,5 mL reagen Folin-Ciocalteu dan didiamkan selama 5 menit. Selanjutnya ditambahkan dengan larutan natrium karbonat 20% dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Campuran didiamkan selama dua jam dan dilakukan pengukuran absorbansi pada panjang gelombang 765 nm. Berdasarkan nilai absorbansi yang didapatkan, dibuat kurva kalibrasi dan didapatkan persamaan regresi dari larutan standar.

**b. Pembuatan Larutan Uji**

Minyak atsiri rimpang jahe ditimbang sebanyak 50 mg dan dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 50 mL sehingga

didapatkan konsentrasi larutan sebesar 1.000 mg/L. Kemudian larutan dipipet sebanyak 0,5 mL dan dimasukkan dalam labu ukur 10 mL dan ditambahkan dengan 0,5 mL reagen Folin-Ciocalteu dan didiamkan selama 5 menit. Selanjutnya ditambahkan 1 mL larutan natrium karbonat 20% dan diencerkan dengan aquades hingga tanda batas. Campuran didiamkan selama 2 jam dan diukur absorbannya pada panjang gelombang 765 nm. Kandungan fenolik total larutan uji ditentukan dari kurva persamaan regresi larutan standar. Kandungan fenolik total dinyatakan dalam *Galic Acid Equivalent* (GAE).

### 2.8 Uji Aktivitas Antioksidan

Untuk pengujian antioksidan dilakukan terhadap minyak atsiri jahe dengan metode DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil).

#### a. Pembuatan Larutan DPPH

Sebanyak 0,004 g DPPH ditimbang kemudian dimasukkan ke dalam labu ukur 100 mL dan dilarutkan dengan metanol hingga tanda batas. Dan didapatkan larutan DPPH 0,1 mM[13], [16].

#### b. Pembuatan Larutan Uji

Minyak atsiri jahe sebanyak 0,1 g dilarutkan dalam labu ukur 100 mL menggunakan metanol untuk mendapatkan larutan induk dengan konsentrasi 1.000 mg/L. Kemudian dibuat larutan uji dengan variasi konsentrasi menggunakan pengenceran bertingkat dalam labu ukur 10 mL. Variasi konsentrasi yang digunakan yaitu 800; 600; 400; 200; 100 mg/L.

#### c. Pembuatan Larutan Kontrol Positif

Asam askorbat sebanyak 10 mg dilarutkan dengan metanol dalam labu ukur 10 mL untuk mendapatkan larutan induk dengan konsentrasi 100 mg/L. Selanjutnya dibuat variasi konsentrasi larutan menggunakan pengenceran bertingkat dalam labu ukur 10 mL. Variasi konsentrasi yang digunakan yaitu 50; 25; 12,5; 10; 5 mg/L

#### d. Penentuan Aktivitas Antioksidan.

Larutan uji pada setiap variasi konsentrasi dipipet sebanyak 2 mL, kemudian ditambahkan 3 mL larutan DPPH, lalu didiamkan selama 30 menit dan dihindarkan dari cahaya. Selanjutnya diukur absorbansi masing-masing

konsentrasi larutan uji dan kontrol pada panjang gelombang 517 nm.

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

Nilai persentase inhibisi yang didapatkan digunakan untuk membuat kurva perbandingan dengan masing-masing konsentrasi larutan uji sehingga didapatkan persamaan regresi. Dari data dapat diketahui nilai IC<sub>50</sub> dari masing-masing larutan uji.

### 2.9 Uji Sitotoksik

Uji sitotoksik pada penelitian ini dilakukan dengan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT)[17].

#### a. Pembenihan Larva Udang *Artemia Salina* Leach

Pembenihan larva udang dilakukan dalam wadah yang terdiri dari dua bagian yaitu gelap dan terang serta dilengkapi dengan lampu, penutup dan aerator, selanjutnya dimasukkan air laut kedalam wadah. Telur udang dimasukkan ke dalam bagian gelap kontainer dan dibiarkan selama 48 jam. Setelah 48 jam, maka telur akan menetas menjadi larva dan kemudian akan bergerak ke bagian terang kontainer. Larva inilah yang akan digunakan sebagai hewan percobaan uji sitotoksik pada penelitian ini.

#### b. Pembuatan Larutan Uji

Minyak atsiri jahe sebanyak 10 mg dilarutkan dalam labu ukur 10 mL dengan menggunakan pelarut metanol hingga tanda batas sehingga diperoleh larutan induk dengan konsentrasi 1000 mg/L. Variasi konsentrasi larutan uji dibuat dengan cara memipet sebanyak 250; 125; 62,5; 31,25; dan 15,5 µL dari larutan induk untuk memperoleh konsentrasi larutan 50; 25; 12,5; 6,125 dan 3,125 µg/ml. kemudian pelarut tersebut diuapkan selama 24 jam.

#### c. Pengujian Aktivitas Sitotoksik

Larutan DMSO Sebanyak 50 µL dimasukkan ke dalam masing – masing larutan uji dan dilakukan vortex hingga semua larut. Setelah itu, 10 ekor larva udang dimasukkan ke dalam larutan sampel. Kemudian dimasukkan air laut pada sampel sampai volumenya 5 mL. Setelah itu dilakukan pengamatan terhadap larva udang di dalam larutan sampel dengan cara menghitung jumlah larva udang yang mati setelah 24 jam. Hasil pengamatan dimasukkan ke dalam tabel dan diolah untuk mendapatkan nilai LC<sub>50</sub>. Hal yang sama juga dilakukan untuk

larutan kontrol negatif (tanpa penambahan ekstrak minyak atsiri).

### 3. Hasil dan Pembahasan

#### 3.1 Uji Kandungan Metabolit Sekunder

Uji kandungan metabolit sekunder merupakan tahap awal untuk mengetahui

kandungan senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam tanaman. Hasil uji kandungan metabolit sekunder dari tanaman jahe dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1 Hasil uji kandungan metabolit sekunder.

Kandungan metabolit sekunder	Pereaksi	Ekstrak metanol	
		Daun Jahe	Rimpang Jahe
Flavonoid	HCl pekat dan Bubuk Mg	+	+
Fenolik	Besi (III) klorida	+	+
Saponin	HCl 2N	+	-
Triterpenoid	<i>Liebermann-Burchard</i>	+	+
Steroid	<i>Liebermann-Burchard</i>	-	-
Alkaloid	Mayer	-	-

Keterangan : (+) Mengandung senyawa metabolit sekunder

(-) Tidak mengandung senyawa metabolit sekunder

Berdasarkan Tabel 1 dapat diketahui bahwa daun dan rimpang jahe memiliki kandungan metabolit sekunder yang berbeda. Pada daun jahe terdapat senyawa flavonoid, fenolik, saponin, dan triterpenoid, sedangkan pada rimpang jahe senyawa metabolit sekunder yang terkandung yaitu flavonoid, fenolik, dan triterpenoid.

#### 3.2 Ekstraksi Minyak Atsiri Tanaman Jahe

Minyak atsiri daun dan rimpang jahe diperoleh dengan menggunakan proses distilasi air. Dalam proses ekstraksi, perlu diperhatikan beberapa hal yang dapat mempengaruhi hasil rendemen minyak, yaitu seperti penggunaan pelarut, suhu, dan lamanya ekstraksi[18]. Pada lamanya ekstraksi digunakan waktu selama 12-14 jam agar semakin besar kemungkinan kontak antara akuades dengan minyak sehingga minyak atsiri yang terekstrak menjadi lebih banyak. Hasil rendemen yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 2 yaitu minyak yang diperoleh sebesar 0,08% (v/b) untuk daun jahe dan 0,37% (v/b) untuk rimpang jahe.

Rendemen minyak atsiri daun dan rimpang jahe yang diperoleh dari Tanah Datar ini memiliki kadar yang berbeda dengan daerah lainnya, seperti untuk rendemen minyak atsiri daun jahe dari

Negeri Sembilan, Malaysia yaitu (0,03%)[19], Kairo, Mesir (0,15%)[20], sedangkan rendemen minyak atsiri rimpang jahe dari Kalimantan Timur yaitu (0,45%)[21], Negeri Sembilan, Malaysia (0,02%)[19], Majulay, India (1,92%)[22]. Hal ini dapat disebabkan oleh adanya perbedaan jumlah kadar air yang terdapat dalam jahe[21].

Tabel 2 Hasil Ekstraksi Minyak Atsiri Tanaman Jahe

Sampel	Berat sampel (gram)	Volume minyak atsiri (mL)	Rendemen (%)
Daun jahe	720	0,6	0,08
Rimpang jahe	3700	13,6	0,37

#### 3.3 Analisis Komponen minyak atsiri dengan GC-MS

Analisis komponen minyak atsiri dilakukan dengan menggunakan *Gas Chromatography – Mass Spectra (GC-MS)*. Hal ini karna GC-MS dapat menganalisis campuran senyawa yang mudah menguap dan stabil terhadap panas. Hasil analisis GC-MS minyak atsiri rimpang jahe yaitu terdapat 41 senyawa yang terdeteksi dalam minyak atsiri rimpang jahe. Komponen minyak atsiri rimpang jahe dapat dilihat pada dan Tabel 3.

Tabel 3 Komponen Minyak Atsiri Rimpang Jahe

No	Nama Senyawa	Rumus Molekul	Waktu Retensi (menit)	% Area
1	Hexanal	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	5,221	0,73
2	2-Heptanone	C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O	6,639	0,90
3	2-Heptanol	C <sub>7</sub> H <sub>16</sub> O	6,781	1,73
4	1,7 Trimethyltricyclo (2.2.1.0(2.6))Heptane	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	7,314	1,34
5	2-Pinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	7,518	4,46
6	Camphene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	7,877	12,86
7	1,2,3,5,8,8a-Hexahydronaphthalene	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	7,973	0,21
8	Sabinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,158	0,36
9	2-Methyl-2-Hepten-6-One	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O	8,297	1,38
10	β-Pinen	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,375	1,54
11	1,3,3-Trimethyl-2-Oxabicyclo [2.2.2] Oct-5-Ene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	8,465	0,13
12	Octanal	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	8,554	0,54
13	1-Phellandrene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,677	0,90
14	3-Carene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,785	0,24
15	1,4-Cineole	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	9,224	12,45
16	2,7-Dimethyl-1,6- Octadiene	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub>	9,417	0,29
17	(E)-Oct-2-Enal	C <sub>8</sub> H <sub>14</sub> O	9,486	0,18
18	P-Mentha-1,4-Diene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	9,560	0,15
19	2-Nonanone	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	10,012	1,15
20	β-Linalool	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	10,195	2,29
21	(2e)-3,7-Dimethyl-2,6-Octadienenitrile	C <sub>10</sub> H <sub>15</sub> N	10,877	0,76
22	β-Citronellal	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	11,002	0,70
23	Camphor	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	11,085	0,32
24	4,6,6-Trimethylbicyclo[3.1.1] Hept-3-En-2-Ol	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	11,173	1,20
25	Borneol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	11,466	5,33
26	P-Menth-1-En-4-Ol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	11,557	0,69
27	β-Fenchyl Alcohol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	11,743	2,43
28	Myrtenal	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub> O	11,878	0,15
29	(2E)-3,7-Dimethyl-1-Octa-2,6-Dienol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	12,776	2,28
30	Citral	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	13,024	20,14
31	2-Undecanone	C <sub>11</sub> H <sub>22</sub> O	13,134	0,88
32	Citronellol Acetate	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub> O <sub>2</sub>	13,836	1,96
33	Neryl Acetate	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	14,277	3,03
34	α-Curcumene	C <sub>15</sub> H <sub>22</sub>	15,730	4,10
35	α-Cedrene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	15,890	5,25
36	β-Bisabolene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	16,039	1,35
37	β-Sesquiphellandrene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	16,262	2,42
38	sesquisabinene hydrate	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	17,018	0,72
39	Zingiberenol	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	17,491	1,46
40	Anethofuran	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	18,140	0,61
41	Cedr-8(15)-En-9-ol	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	18,260	0,36

Secara umum, minyak atsiri rimpang jahe terdiri atas golongan senyawa Monoterpen hidrokarbon, Monoterpen teroksigenasi, Sesquiterpen hidrokarbon dan Sesquiterpen teroksigenasi. Pada minyak atsiri rimpang jahe Tanah Datar, golongan senyawa yang paling banyak ditemukan yaitu Monoterpen teroksigenasi (48,72%), Monoterpen hidrokarbon (22,35%), Sesquiterpen hidrokarbon (13,12%), Sesquiterpen teroksigenasi (2,54%). Kadar masing-masing golongan senyawa ini jika dibandingkan dengan daerah lainnya juga menghasilkan kadar yang berbeda, seperti

di Bhaisa, India, golongan senyawa yang paling banyak ditemukan yaitu Monoterpen teroksigenasi (39,9%) [22], sedangkan Parana, Brazil yang paling banyak ditemukan yaitu Sesquiterpen hidrokarbon (49,04%) [6].

### 3.4 Analisis komponen minyak atsiri daun jahe

Hasil analisis minyak atsiri daun jahe yaitu menunjukkan adanya 39 komponen senyawa kimia yang terdeteksi. Komponen senyawa dari minyak atsiri daun jahe ini dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4 Komponen minyak atsiri daun jahe

No	Nama Senyawa	Rumus Molekul	Waktu Retensi (menit)	% area
1	2-Pinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	7,504	2,59
2	Sabinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,160	0,23
3	β-Pinene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,269	1,90
4	β-Myrcene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,349	0,61
5	Octanal	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O	8,552	0,14
6	Tricyclene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,677	0,07
7	3-Carene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	8,792	0,16
8	P-Cymene	C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	9,009	0,18
9	P-Mentha-1(7),2-Diene	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	9,123	3,81
10	α-Ocimen	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub>	9,302	0,59
11	2-Nonanol	C <sub>9</sub> H <sub>20</sub> O	10,123	0,95
12	Nonanal	C <sub>9</sub> H <sub>18</sub> O	10,215	0,10
13	(5z)-2,6,10-Trimethyl-1,5,9-Undecatriene	C <sub>14</sub> H <sub>24</sub>	10,398	0,58
14	1-(1-Methyl-1-Cyclopent-2-Enyl)Ethanone	C <sub>8</sub> H <sub>12</sub> O	10,634	0,32
15	2-Isopentylbornane	C <sub>12</sub> H <sub>22</sub>	10,914	0,23
16	Citronellal	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	11,000	0,17
17	α-Cyclocitral	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	11,070	0,36
18	Borneol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	11,397	0,57
19	β-Fenchyl Alcohol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	11,707	0,19
20	Decanal	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	11,776	0,17
21	Citronellol	C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> O	12,105	0,32
22	(2e)-3,7-Dimethyl-2,6-Octadienal	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	12,381	1,89
23	(2e)-3,7-Dimethyl-2,6-Octadien-1-Ol	C <sub>10</sub> H <sub>18</sub> O	12,509	1,29
24	Citral	C <sub>10</sub> H <sub>16</sub> O	12,791	6,64
25	2-Undecanone	C <sub>11</sub> H <sub>22</sub> O	13,060	3,81
26	2-Undecanol	C <sub>11</sub> H <sub>24</sub> O	13,129	0,99
27	2H-1-Benzopyran,3,4,4a,5,6,8a hexahydro-2,5,5,8a-tetramethyl-, (2.alpha.,4a.alpha.,8a.alpha.)	C <sub>13</sub> H <sub>22</sub> O	13,226	0,80
28	Ethanone, 1-(1a,2,3,5,6a,6b-hexahydro-3,3,6a-trimethyloxireno[g]benzofuran-5yl)-	C <sub>13</sub> H <sub>22</sub> O	13,307	0,31
29	Methyl (2e)-3,7-Dimethyl-2,6-Octadienoate	C <sub>11</sub> H <sub>18</sub> O <sub>2</sub>	13,472	0,89
30	Neryl Acetate	C <sub>12</sub> H <sub>20</sub> O <sub>2</sub>	14,259	1,38

31	Copaene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	14,435	3,17
32	β-Bourbonene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	14,591	1,15
33	4,11,11-Trimethyl-8-Methylenebicyclo[7.2.0]Undec-4-Ene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	15,282	42,34
34	α-Humulene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	15,562	1,96
35	Farnesene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	15,951	5,65
36	1-Epi-Bicyclosquiphellandrene	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub>	16,150	4,60
37	Nerolidol	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	16,652	1,42
38	Caryophyllene Oxide	C <sub>15</sub> H <sub>24</sub> O	17,253	6,92
39	Methyl (2e)-3,7-Dimethyl-2,6-Octadienoate	C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O	17,943	0,58

Secara umum, minyak atsiri daun jahe juga terdiri atas golongan senyawa Monoterpen hidrokarbon, Monoterpen teroksigenasi, Sesquiterpen hidrokarbon dan Sesquiterpen teroksigenasi, namun kadarnya berbeda dengan yang terkandung dalam minyak atsiri rimpang jahe. Pada minyak atsiri daun jahe, golongan senyawa yang paling dominan yaitu Sesquiterpen hidrokarbon (58,87%), kemudian Monoterpen teroksigenasi (10,59%), Monoterpen hidrokarbon (10,14%) serta Sesquiterpen teroksigenasi (8,92%). Dan jika dibandingkan dengan daerah lainnya kadar yang dimiliki juga berbeda, seperti dari daerah Kairo, Mesir, golongan senyawa yang paling banyak ditemukan pada minyak atsiri daun jahe yaitu Monoterpen teroksigenasi (30,38%) dan Monoterpen hidrokarbon (23,83%)[20].

Kandungan senyawa kimia yang terdapat pada tanaman jahe memiliki

jenis dan kadar yang berbeda-beda. Hal ini dapat terlihat pada Tabel 5, Kandungan senyawa kimia utama yang terdapat dalam minyak atsiri jahe dari berbagai negara di Asia. walaupun beberapa senyawa ada yang sama seperti Zingiberen tetapi kadarnya juga berbeda, seperti di Thailand kandungan Zingiberen (30,81%)[23], India (16,3%)[22] dan Vietnam (10,3%)[24] sementara di Indonesia dan Malaysia tidak terdapat Zingiberen. Hal ini dapat disebabkan karna tanaman yang berada dalam satu spesies dapat memiliki komposisi yang berbeda jika area geografisnya juga berbeda, karna faktor-faktor seperti kondisi lingkungan tempat tumbuh tanaman jahe yaitu perbedaan ketinggian tempat tumbuh jahe, suhu lingkungan, curah hujan, waktu panen jahe akan mempengaruhi kadar dan jenis senyawa metabolit sekunder yang dihasilkan[25].

Tabel 5 Komposisi Senyawa kimia minyak atsiri jahe dari berbagai negara di Asia

Tanah Datar, Indonesia	Thailand[23]	Malaysia[19]	India[22]	Vietnam[24]
Citral (19,99%)	Zingiberene (30,81%)	Champene (14,5%)	Geranyl acetate (18,8%)	ar-curcumene (12,6%)
Champene (12,76%)	Citral (5,39%)	Geranial (14,3%)	Zingiberene (16,3%)	α-Zingiberene (10,3%)
1,4 Cineole (12,36%)	Myrecene (4,58%)	Geranial Acetate (4,82%)	Geranial (8,2%)	β-Bisabolene (8,1%)
α-cedrene (5,20%)	1,8 Cineol (3,87%)	Neral (7,7%)	Geraniol (4,00%)	β-Sesquiphellandrene (7,4%)

Secara umum, rimpang jahe terdiri atas senyawa golongan terpenoid, dibuktikan dengan tingginya kadar monoterpen dan sesquiterpen sedangkan senyawa lainnya hanya memiliki kadar yang sedikit. Hal ini dapat mempengaruhi sifat bioaktivitas yang diberikan yaitu terhadap aktivitas antioksidan dan sitotoksik.

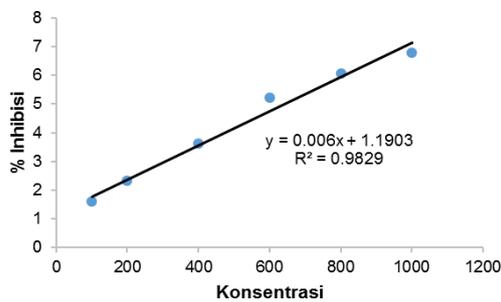
### 3.5 Penentuan Kandungan Fenolik Total

Metode yang digunakan dalam penentuan kandungan fenolik total yaitu metode Folin-Ciocalteu dengan larutan standar yang digunakan yaitu standar asam galat. Hasil persamaan regresi yang diperoleh yaitu  $Y=0,0042x-0,0059$ . Persamaan regresi ini digunakan untuk penentuan fenolik total dari larutan minyak atsiri.

Data hasil perhitungan diperoleh kadar fenolik total minyak atsiri rimpang jahe yaitu sebesar 0,347 mg GAE / g.

**3.6 Uji Aktivitas Antioksidan**

DPPH merupakan salah satu molekul radikal bebas yang bersifat stabil. Larutan DPPH yang berwarna ungu akan berubah menjadi warna kuning ketika direaksikan dengan antioksidan, antioksidan akan memberikan satu elektronnya sehingga terjadi peredaman pada radikal bebas DPPH. Nilai persen peredamannya dihitung menggunakan rumus persen inhibisi. Kurva antioksidan dapat dilihat pada Gambar 1



Gambar 1 Kurva uji aktivitas antioksidan minyak atsiri jahe

Berdasarkan Gambar 1 diketahui bahwa semakin besar konsentrasi larutan yang digunakan maka nilai persen inhibisinya juga semakin besar. Berdasarkan kurva, dapat diketahui nilai persamaan regresi linear yaitu  $Y=0,006x+1,1903$  dengan koefisien korelasi  $R=0,98$ . Dari persamaan regresi tersebut didapatkan nilai  $IC_{50}$  dari minyak atsiri jahe yang diperoleh yaitu

sebesar 8134 g/mL. Nilai tersebut menunjukkan bahwa minyak atsiri rimpang jahe tidak memiliki aktivitas antioksidan, karna memiliki  $IC_{50}>250$  g/mL. Hal ini dapat disebabkan karna pada saat distilasi beberapa komponen fenolik ada yang mengalami penguapan dan umumnya senyawa yang bersifat polar seperti salah satunya yaitu senyawa fenolik yang berfungsi pendonor atom hidrogen untuk meredam radikal bebas ikut terekstrak dan larut dalam air[26], [27], hal ini juga terlihat dari rendahnya nilai kadar fenolik total minyak atsiri jahe, sehingga aktivitas antioksidan yang dihasilkan juga rendah.

Kontrol positif yang digunakan yaitu asam askorbat yang memiliki nilai  $IC_{50}$  sebesar 4,541 g/mL. Asam askorbat tergolong kepada antioksidan yang sangat kuat karna memiliki nilai  $IC_{50}<10$  mg/L dan memiliki perbedaan yang cukup jauh dengan minyak atsiri jahe. Tingkat kekuatan antioksidan yaitu bersifat sangat kuat bila  $IC_{50}<10$  mg/L, kuat jika  $IC_{50}$  10-50 mg/L, sedang jika  $IC_{50}$  50-100 mg/L dan lemah jika  $IC_{50}>100-250$  mg/L dan tidak aktif jika  $>250$  mg/L[28].

**3.6 Uji Aktivitas Sitotoksik**

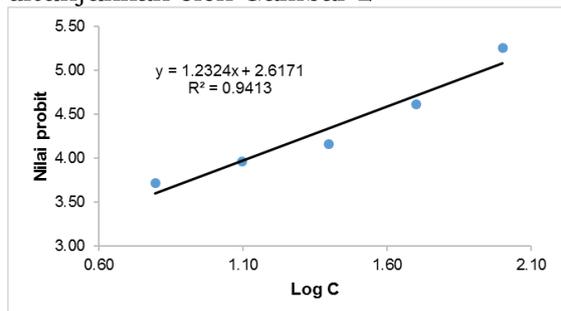
Uji aktivitas sitotoksik metode *Brine Shrimp Lethality Test* digunakan sebagai pengujian pendahuluan dalam penapisan senyawa antikanker dari bahan alam. Pada metode ini dilakukan penentuan nilai  $LC_{50}$  untuk melihat sitotoksitas dari suatu senyawa. Hasil uji sitotoksik minyak atsiri jahe dapat dilihat pada Tabel 6.

Tabel 4.1 Hasil pengamatan uji aktivitas sitotoksik

Ekstrak	Konsentrasi (µg/mL)	Rata-rata larva yang Mati (ekor)	Persen Kematian (%)	Nilai Probit	log C	$LC_{50}$ (mg/L)
Minyak atsiri	3,125	1	10	3,72	0,7959	85,901
	6,25	1,5	15	3,96	1,0969	
	12,5	2	20	4,16	1,3979	
	25	3,5	35	4,61	1,6990	
	50	6	60	5,25	2,0000	
Kontrol	0	0	0	0	0,0000	

Keterangan: larva udang yang dimasukkan ke dalam vial berjumlah 10 ekor

Kurva sitotoksik dari minyak atsiri jahe ditunjukkan oleh Gambar 2



Gambar 4.1 Kurva uji aktivitas sitotoksik minyak atsiri jahe

Pada Gambar 2 Dapat diketahui bahwa terjadi peningkatan kematian berdasarkan kenaikan konsentrasi. Dari persamaan kurva dapat ditentukan nilai  $LC_{50}$  yaitu sebesar 85,901 mg/L. Berdasarkan nilai tersebut dapat diketahui bahwa minyak atsiri jahe bersifat sangat toksik. Hal ini dapat disebabkan karna tingginya kandungan senyawa terpenoid dalam minyak atsiri jahe. Hal ini didasarkan pada penelitian Sukandar, *et al* (2009) melaporkan bahwa ekstrak daun pandan wangi bersifat toksik terhadap larva *Artemia Salina* Leach dan senyawa yang terkandung didalamnya adalah senyawa terpenoid[29]. Suatu senyawa dikatakan bersifat sangat toksik jika memiliki nilai  $LC_{50}$  0-250 mg/L, bersifat toksik jika nilai  $LC_{50}$  250-500 mg/L, bersifat sedang jika nilai  $LC_{50}$  500-750 mg/L dan bersifat lemah jika nilai  $LC_{50}$  750-100 mg/L.

#### 4. Kesimpulan

Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ekstraksi minyak atsiri tanaman jahe dengan menggunakan distilasi air menghasilkan rendemen minyak atsiri rimpang jahe Tanah Datar sebesar 0,37% dan daun jahe sebesar 0,08%. Karakterisasi tanaman jahe dengan menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectra* (GC-MS) menghasilkan komposisi senyawa kimia rimpang jahe yaitu sebanyak 41 senyawa dan untuk daun jahe sebanyak 39 senyawa, dengan senyawa utama minyak atsiri rimpang jahe yaitu Citral (20,14%), Champene (12,86%), 1,4-Cineole (12,45%), Borneol (5,33%),  $\alpha$ -Cederene (5,25%). Sedangkan senyawa utama yang paling banyak terdapat dalam minyak atsiri daun jahe yaitu 4,11,11-Trimethyl-8-Methylenebicyclo [7.2.0] Undec-4-Ene (42,34%), Caryophyllene Oxide (6,92%), Citral (6,64%) dan Farnesene (5,65%). Kelompok senyawa yang paling banyak

ditemukan pada rimpang jahe Tanah Datar yaitu Monoterpen teroksigenasi (48,35%) sedangkan pada daun jahe adalah Sesquiterpen hidrokarbon (53,09%). Setelah dibandingkan dengan literature, komponen senyawa kimia yang terdapat dalam minyak atsiri jahe Tanah Datar ini memiliki kadar yang berbeda dengan daerah lainnya yang juga mempengaruhi sifat minyak atsiri terhadap bioaktivitas yang diberikan. Uji bioaktivitas minyak atsiri jahe tidak menunjukkan aktivitas antioksidan dengan nilai  $IC_{50}$  cukup besar yaitu 8,134 mg/L sedangkan aktivitas sitotoksik minyak atsiri jahe menunjukkan aktivitas yang sangat toksik dengan nilai  $LC_{50}$  yaitu 85,901 mg/L.

#### Referensi

- [1] T. S. Julianto, *F1. Julianto, T. S. Fitokimia Tinjauan Metabolit Sekunder dan Skrining Fitokimia. (Universitas Islam Indonesia, 2019). itokimia Tinjauan Metabolit Sekunder dan Skrining Fitokimia. Yogyakarta: Universitas Islam Indonesia, 2019.*
- [2] A. Ilyas, *Kimia Organik Bahan Alam. Makasar: Alauddin University Press, 2013.*
- [3] B. P. Statistika, "Produksi Tanaman Biofarma (Obat) 2019," 2019. .
- [4] S. K. T. D. POKJA, *Dokumen Strategi Sanitasi Kabupaten (SSK) Kabupaten Tanah Datar 2016-2020. Tanah Datar, 2015.*
- [5] Yenita, "Kandungan Sipadeh Jahe (*Zingiber officinale*)," *Ibnu Sina*, vol. 4, pp. 133-139, 2009.
- [6] V. P. Baldin *et al.*, "Ginger essential oil and fractions against *Mycobacterium* spp.," *J. Ethnopharmacol.*, vol. 244, no. April, 2019, doi: 10.1016/j.jep.2019.112095.
- [7] J. B. Zadeh and N. M. Kor, "Physiological and pharmaceutical effects of Ginger (*Zingiber officinale* Roscoe ) as a valuable medicinal plant Faculty of Animal Science , Shahid Bahonar University , Kerman , Iran Jalal Bayati Zadeh and Nasroallah Moradi Kor," *Pelagia Res. Libr. Eur.*, vol. 4, no. 1, pp. 87-90, 2014.
- [8] Y. Bellik, "Total antioxidant activity and antimicrobial potency of the essential oil and oleoresin of *Zingiber officinale* Roscoe," *Asian Pacific J. Trop. Dis.*, vol. 4, no. 1, pp. 40-44, 2014, doi:

- 10.1016/S2222-1808(14)60311-X.
- [9] F. Kusriani, H.; Subarnas, A.; Diantini, A.; Iskandar, Y.; Marpaung, S.; Juliana, M.; Silalahi, "Aktivitas Antioksidan dan Sitotoksik Serta Penetapan Kadar Senyawa Fenol Total Ekstrak Daun, Bunga dan Rimpang Kecombrang (*Etlingera elatior*)," *Pharmacy*, vol. 14, pp. 51–63, 2017.
- [10] A. V Badarinath *et al.*, "A Review on In-vitro Antioxidant Methods: Comparisons, Correlations and Considerations," *Int. J. PharmTech Res.*, vol. 2, no. 2, pp. 1276–1285, 2010.
- [11] F. Tianandari and R. Rasidah, "Uji Sitotoksik Ekstrak Etanol Buah Ketumbar (*Coriandrum Sativum* Linn) Terhadap *Artemia Salina* Leach Dengan Metode Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)," *Action Aceh Nutr. J.*, vol. 2, no. 2, p. 86, 2017, doi: 10.30867/action.v2i2.59.
- [12] S. Dirgantara, R. H. R. Tanjung, H. K. Maury, and E. Meiyanto, "Cytotoxic Activity and Phytochemical Analysis of *Breynia cernua* from Papua Aktivitas Sitotoksik dan Analisis Fitokimia dari Tumbuhan *Breynia cernua* Asal Papua," *Indones. J. Pharm. Sci. Technol.*, vol. 1, no. 1, pp. 31–36, 2018.
- [13] A. R. Lantah, P.L.; Montolalu, L.A.D.Y.; Reo, "Kandungan Fitokimia dan Aktivitas Antioksidan Ekstrak Metanol Rumpun Laut," *J. Media Teknol. Has. Perikan.*, vol. 5, no. 3, pp. 167–173, 2017.
- [14] E. I. C. López *et al.*, "Antimicrobial Activity of Essential Oil of *Zingiber officinale* Roscoe (*Zingiberaceae*)," *Am. J. Plant Sci.*, vol. 08, no. 07, pp. 1511–1524, 2017, doi: 10.4236/ajps.2017.87104.
- [15] P. R. Shirin Adel and J. Prakash, "Chemical composition and antioxidant properties of ginger root (*Zingiber officinale*)," *J. Med. Plants Res.*, vol. 4, no. 24, pp. 2674–2679, 2010, doi: 10.5897/jmpr09.464.
- [16] S. S. Rahayu, "Penentuan Kandungan Fenolik Total, Uji Aktivitas Antioksidan dan Uji Sitotoksik Ekstrak Metanol dan Fraksi Dari Ekstrak Kulit Nanas (*Ananas comosus* L. Merr)," 2019.
- [17] N. Alfi, "Uji Toksisitas Minyak Atsiri Serai Wangi (*Cymbopogon nardus* L. Rendle. Dengan Metode Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)," Medan, 2017.
- [18] A. S. Gomarjoyo, H.; Khomeini, A.; Rahman, D.; Sanjaya, "Pengaruh Jenis Pelarut Terhadap Rendemen Minyak Sereh Wangi," *Ekueilibrium*, vol. 14, no. 2, pp. 57–61, 2015.
- [19] Y. Sivasothy, W. Keng, A. Hamid, I. M. Eldeen, S. Fariza, and K. Awang, "Essential oils of *Zingiber officinale* var. *rubrum* Theilade and their antibacterial activities," *Food Chem.*, vol. 124, no. 2, pp. 514–517, 2011, doi: 10.1016/j.foodchem.2010.06.062.
- [20] N. M. Mostafa, "Antibacterial Activity of Ginger (*Zingiber officinale*) Leaves Essential Oil Nanoemulsion against the Cariogenic *Streptococcus mutans*," vol. 8, no. 09, pp. 34–41, 2018, doi: 10.7324/JAPS.2018.8906.
- [21] N. Pujilestari, T.; Lestari, "Analisis senyawa Kimia Pada Tiga Jenis Jahe dan Penggunaannya Untuk Keperluan Industri," *J. Ris. Teknol. Ind.*, vol. 3, no. 6, pp. 32–38, 2009.
- [22] I. Sasidharan, V. V. Venugopal, and A. N. Menon, "Essential oil composition of two unique ginger (*Zingiber officinale* Roscoe) cultivars from Sikkim," *Nat. Prod. Res.*, vol. 26, no. 19, pp. 1759–1764, 2012, doi: 10.1080/14786419.2011.571215.
- [23] Z. Sultan, M.; Bhatti, H.N.; Iqbal, "Chemical Analysis of Essential Oil of Ginger (*Zingiber officinale*)," *Pakistan J. Biol. Sci.*, vol. 8, no. 11, pp. 1576–1578, 2005.
- [24] L. Stoyanova, A.; Konakchjev, A.; Damyanova, S.; Stoilova, "Composition and Antimicrobial Activity of Ginger Essential Oil From Vietnam," *J Essent Oil Bear Plants*, vol. 9, no. 1, pp. 93–98, 2006.
- [25] S. S. Astuti, E; Sunarminingsih, R; Jenie, U.A.; Mubarika, "Pengaruh Lokasi Tumbuh, Umur Tanaman dan Variasi Jenis Destilasi Terhadap Komposisi Senyawa Minyak Atsiri Rimpang Curcuma mangga Produksi Beberapa Sentra di Yogyakarta," *J. Mns. dan Lingkungan.*, vol. 21, no. 3, pp. 323–330, 2014.
- [26] M. Ibrahim, S.; Sitorus, *Teknik Laboratorium Kimia Organik*. Yogyakarta: Graha Ilmu, 2013.
- [27] J. González Guevara, G. Madrigal

- Redondo, R. Vargas Zúñiga, and S. Rodriguez Sibaja, "Physicochemical characterization of medicinal essential oil from the rizome of *Zingiber officinale* (ginger), grown in San Carlos, Costa Rica," *J. Appl. Pharm. Sci.* vol.4(1),pp.9-18, 2017.
- [28] S. Phongpaichit, J. Nikom, N. Rungjindamai, and J. Sakayaroj, "Biological activities of extracts from endophytic fungi isolated from *Garcinia* plants Biological activities of extracts from endophytic fungi isolated from *Garcinia* plants," no. January, 2008, doi: 10.1111/j.1574-695X.2007.00331.x.
- [29] E. Sukandar, D.; Hermanto, S.; Lestari, "Uji Potensi Aktivitas Anti Kanker Ekstrak Daun Pandan Wangi (*Pandanus amaryllifolius* Roxb.) Dengan Metode Brine Shrimp Lethality Test (BSLT)," *JKTI*, vol. 11, no. 1, pp. 32-38, 2009.