

Pemanfaatan Serat Limbah Daun Cengkeh (*Syzygium aromaticum* L.) Hasil Penyulingan Sebagai Penstabil Oksigen Singlet Terhadap Fotooksidasi Asam Askorbat

Rahmania Azizah¹, Edi Suryanto^{1*}, Lidya Irma Momuat¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sam Ratulangi, Manado

*Email korespondensi: edisuryanto@unsrat.ac.id

ABSTRAK

Produk makanan atau minuman yang mengandung asam askorbat atau vitamin C mudah mengalami kerusakan jika terpapar cahaya akibat teroksidasi oleh oksigen singlet yang dihasilkan dari reaksi fotooksidasi. Eritrosin sebagai pewarna sintetik berfungsi sebagai fotosensitizer. Keberadaan senyawa fotosensitizer dalam produk yang mengandung vitamin C dapat mempercepat terjadinya proses oksidasi. Daun cengkeh hasil penyulingan merupakan bahan alam yang dapat menjadi sumber potensial untuk dimanfaatkan sebagai agen penstabil oksigen singlet. Hasil pengujian lignoselulosa menunjukkan serat daun cengkeh H2J memiliki kandungan selulosa (36,08%) dan lignin (52,20%) yang tertinggi. Hasil FTIR serat daun cengkeh sebelum hidrotermal dan setelah perlakuan hidrotermal menunjukkan spektrum gugus fungsi yang tidak berbeda yang mengindikasikan bahwa bahan aktif serat tidak mengalami kerusakan selama perlakuan hidrotermal. Serat daun cengkeh hasil perlakuan hidrotermal mampu mendegradasi zat pewarna sintetik eritrosin, baik pada kondisi cahaya maupun tanpa cahaya. Perlakuan hidrotermal 2 jam menunjukkan aktivitas degradasi tertinggi hingga 99,72% dalam kondisi cahaya, dan 71,94% dalam kondisi tanpa cahaya. Hasil karakterisasi XRD serat daun cengkeh tanpa perlakuan menunjukkan puncak dengan posisi 2θ yaitu $15,26^\circ$ dan $29,30^\circ$ sedangkan serat daun cengkeh perlakuan hidrotermal yaitu $18,28^\circ$ yang menunjukkan terjadi perubahan kristal menjadi amorf. Hasil aktivitas penstabil oksigen singlet terhadap fotooksidasi asam askorbat menunjukkan bahwa serat daun cengkeh H2J memiliki aktivitas penstabil oksigen singlet paling terbaik yang ditunjukkan dengan tidak terjadinya degradasi yang drastis selama pencahayaan (15, 30, 45, dan 60 menit) yaitu sebesar 13,40% dibandingkan dengan kontrol sebesar 95,18%.

Keywords: daun cengkeh hasil penyulingan, asam askorbat, eritrosin, fotooksidasi, penstabil oksigen singlet.

ABSTRACT

Food or beverage products containing ascorbic acid or vitamin C are highly susceptible to damage when exposed to light due to oxidation by singlet oxygen produced through photooxidation reactions. Erythrosine, as a synthetic dye, functions as a photosensitizer. The presence of photosensitizing compounds in products containing vitamin C can accelerate the oxidation process. Clove leaves obtained from distillation are natural materials that have the potential to be utilized as singlet oxygen stabilizing agents. Testing on lignocellulose shows that H2J clove leaf fibers have the highest content of cellulose (36.08%) and lignin (52.20%). FTIR analysis of clove leaf fibers before and after hydrothermal treatment shows no difference in the functional group spectra, indicating that the active compounds in the fibers remain intact during hydrothermal treatment. Hydrothermally treated clove leaf fibers are capable of degrading the synthetic dye erythrosine, both under light and dark conditions. A 2-hour hydrothermal treatment demonstrated the highest degradation activity, reaching up to 99.72% under light conditions and 71.94% in the absence of light. XRD characterization of untreated clove leaf fibers showed peaks at 2θ positions of 15.26° and 29.30° , whereas hydrothermally treated fibers showed a peak at 18.28° , indicating a transformation from crystalline to amorphous structure. The singlet oxygen stabilizing activity test against photooxidation of ascorbic acid showed that H2J clove leaf fibers exhibited the best singlet oxygen stabilization activity, indicated by minimal degradation during exposure to light (15, 30, 45, and 60 minutes), with only 13.40% degradation compared to 95.18% in the control.

Keywords:.. distilled clove leaves, ascorbic acid, erythrosine, photooxidation, singlet oxygen stabilizer.

PENDAHULUAN

Produk makanan atau minuman khususnya yang mengandung lemak tidak jenuh, protein, dan vitamin mudah mengalami kerusakan atau perubahan aroma jika terpapar cahaya akibat teroksidasi oleh

oksigen singlet yang dihasilkan dari reaksi fotooksidasi selama penyimpanan atau penjualan. Pencahayaan sering digunakan dengan tujuan agar dapat meningkatkan daya tarik konsumen. Padahal, pencahayaan ini justru dapat memicu reaksi oksidasi terutama jika adanya pewarna sintetik seperti eritrosin (Suryanto & Katja, 2017). Eritrosin sebagai pewarna sintetik berfungsi sebagai fotosensitizer. Keberadaan senyawa fotosensitizer dalam produk yang mengandung vitamin C dapat mempercepat terjadinya proses oksidasi. Fotosensitizer mampu menyerap energi cahaya dan mentransfer energi tersebut ke oksigen triplet sehingga akan terbentuk oksigen singlet (Katja & Suryanto, 2019). Fotosensitizer berperan sebagai pemicu reaksi fotooksidasi. Fotooksidasi merupakan oksidasi yang disebabkan oleh intensitas cahaya dan melibatkan sensitizer yang mengubah oksigen triplet menjadi oksigen singlet. Pengaruh intensitas cahaya yang tinggi dapat menyebabkan terjadinya degradasi (Fitriyani dkk., 2017). Oksigen singlet dapat dengan cepat merusak kandungan nutrisi, menyebabkan timbulnya aroma yang tidak diinginkan, serta menyebabkan perubahan warna pada bahan makanan maupun minuman yang diproduksi. Selain itu, proses oksidasi ini juga berpotensi menghasilkan senyawa toksik yang berdampak negatif terhadap kesehatan (Sibuea, 2023).

Tanaman cengkeh merupakan salah satu komoditas unggulan yang banyak dibudidayakan di Kabupaten Bolaang Mongondow, Sulawesi Utara (Dilapanga dkk., 2020). Selain bernilai ekonomi tinggi sebagai rempah-rempah, pengolahan cengkeh juga menghasilkan limbah, terutama dari daun yang telah disuling. Limbah daun cengkeh ini sering kali dianggap tidak berguna dan dibuang begitu saja. Padahal, berdasarkan berbagai penelitian, limbah tersebut memiliki potensi sebagai sumber bahan baku yang bernilai tambah, salah satunya sebagai sumber serat alami.

Serat alami dari tumbuhan pada umumnya tersusun atas lignoselulosa, yaitu gabungan dari tiga komponen utama: selulosa, hemiselulosa, dan lignin (Bahri, 2017). Komponen ini merupakan bagian penting dari struktur dinding sel tanaman dan menjadi fokus dalam berbagai pemanfaatan biomassa. Di antara ketiga komponen tersebut, lignin memiliki karakteristik yang menonjol karena mengandung gugus hidroksil fenolik yang berfungsi sebagai antioksidan (Sari & Anggerta, 2023). Antioksidan dari lignin mampu menstabilkan radikal bebas, khususnya oksigen singlet, akibat paparan cahaya dan proses oksidatif lainnya. Selain itu, kandungan selulosa juga memiliki kemampuan sebagai adsorben, sehingga berpotensi digunakan dalam proses degradasi polutan seperti zat warna (Huda & Yulitaningtyas, 2018).

Salah satu tantangan dalam sistem pangan modern adalah keberadaan zat warna sintesis seperti eritrosin. Zat ini berfungsi sebagai sensitizer yang dapat menyerap energi cahaya dan menghasilkan oksigen singlet, yang kemudian memicu reaksi fotooksidasi. Reaksi ini berpotensi merusak stabilitas dan mutu produk pangan, terutama yang sensitif terhadap cahaya. Oleh karena itu, penting dilakukan upaya untuk mendegradasi eritrosin melalui pendekatan berbasis material alam, termasuk pemanfaatan serat dari limbah tanaman yang kaya akan lignoselulosa (Apituley dkk., 2014). Pendekatan ini tidak hanya ramah lingkungan, tetapi juga dapat meningkatkan nilai guna limbah pertanian.

Metode hidrotermal merupakan salah satu teknik yang efektif dalam mendegradasi zat warna. Teknik ini memanfaatkan suhu dan tekanan tinggi dalam medium air untuk memodifikasi struktur material. Penelitian yang dilakukan oleh Nugrahadi (2020) menunjukkan bahwa metode hidrotermal mampu menyerap dan menurunkan konsentrasi zat warna secara signifikan. Selain itu, metode ini juga efektif dalam memperluas luas permukaan dan meningkatkan porositas serat, sehingga meningkatkan kapasitas adsorpsinya terhadap berbagai senyawa target, termasuk zat warna sintetik.

Sejauh ini pemanfaatan daun cengkeh hasil penyulingan sebagai sumber serat untuk agen penstabil oksigen singlet belum pernah dilakukan. Berdasarkan potensi kandungan lignoselulosa di dalamnya, peneliti tertarik untuk meneliti kemampuan serat dari daun cengkeh hasil penyulingan dalam menstabilkan oksigen singlet. Penelitian ini secara khusus bertujuan untuk mengkaji aktivitas penstabil oksigen singlet dari serat daun cengkeh terhadap proses fotooksidasi pada asam askorbat.

BAHAN DAN METODE

Limbah daun cengkeh hasil penyulingan diambil dari Kabupaten Bolaang Mongondow Timur, Sulawesi Utara. Bahan-bahan kimia yang digunakan yaitu asam askorbat (vitamin C), asam sulfat (H_2SO_4), aquades, eritrosin, etanol 96%, etil asetat, metanol, dan n-heksan.

Preparasi sampel

Daun cengkeh hasil penyulingan dibersihkan terlebih dahulu, kemudian dikeringkan menggunakan oven pada suhu 40-45 °C. Setelah kering, selanjutnya diblender selama 2 menit kemudian diayak menggunakan ayakan 80 mesh.

Ekstraksi sokletasi

Sebanyak 40 g serbuk daun cengkeh ditimbang kemudian dibungkus menggunakan kertas saring lalu dimasukkan ke dalam alat soklet untuk dilakukan sokletasi menggunakan pelarut n-heksan sebanyak 300 mL sampai menjadi bening ± 7 jam. Selanjutnya dengan proses yang sama dilanjutkan dengan menggunakan pelarut yang berbeda yaitu etil asetat, etanol, dan metanol. Residu yang diperoleh dari hasil sokletasi dikering-anginkan pada suhu ruang selama 24 jam. Setelah kering sampel kemudian dihaluskan menggunakan blender lalu diayak menggunakan ayakan 80 mesh.

Ekstraksi hidrotermal

Sebanyak 5 g serbuk daun cengkeh dimasukkan ke dalam wadah hidrotermal reaktor kemudian ditambahkan aquades sebanyak 100 mL. Wadah hidrotermal dikunci erat kemudian dimasukkan dalam oven pada suhu 180 °C. Proses hidrotermal dilakukan dengan variasi waktu 2 dan 4 jam. Setelah itu, hasil yang diperoleh kemudian disaring menggunakan kertas saring. Residu hasil hidrotermal dikering-anginkan pada suhu ruang selama 24 jam. Setelah kering sampel dihaluskan menggunakan blender lalu diayak menggunakan ayakan 80 mesh.

Penentuan kandungan lignoselulosa

Lignoselulosa terdiri atas hemiselulosa, selulosa, dan lignin. Penentuan kadar hemiselulosa, selulosa, dan lignin serat daun cengkeh dilakukan dengan menggunakan metode fraksinasi dari Chesson (1978) & Datta (1981). Sebanyak 2 g serbuk daun cengkeh (a) dimasukkan ke dalam gelas beker, ditambah aquades sebanyak 150 mL dan dipanaskan pada penangas air dengan suhu 100°C selama 2 jam. Selanjutnya disaring kemudian dicuci dengan aquades sampai volume filtrat tepat 300 mL. Residu dikeringkan dalam oven dengan suhu 105 °C lalu setelah kering ditimbang (b). Residu yang sudah kering dimasukkan ke dalam labu erlenmeyer 250 mL, kemudian ditambah 150 mL H₂SO₄ 1 N dan direfluks diatas penangas air pada suhu 100 °C selama 1 jam. Selanjutnya larutan disaring dan residu dicuci dengan aquades sampai volume filtrat mencapai 500 mL (netral). Residu dikeringkan lalu ditimbang (c). Residu kering dimasukkan lagi ke dalam erlenmeyer 250 mL ditambah 10 mL H₂SO₄ 72% dan didiamkan selama 4 jam pada suhu kamar, kemudian ditambah 150 mL H₂SO₄ 1 N dan direfluks pada suhu 100 °C selama 1 jam. Selanjutnya larutan disaring dan dicuci dengan air panas sampai volume filtrat mencapai 400 mL (netral). Residu dikeringkan lalu ditimbang (d), selanjutnya diabukan menggunakan dengan tanur kemudian hasilnya ditimbang (e).

$$\text{Kadar hemiselulosa} = \frac{b - c}{a} \times 100\%$$

$$\text{Kadar selulosa} = \frac{c - d}{a} \times 100\%$$

$$\text{Kadar lignin} = \frac{d - e}{a} \times 100\%$$

Keterangan: a = berat sampel; b = berat residu pertama; c = berat residu kedua; d = berat residu ketiga; dan e = berat sampel yang sudah diabukan

Penentuan aktivitas fotooksidasi zat pewarna sintetik

Penentuan aktivitas penyerapan zat pewarna sintetik menggunakan metode Bolilera dkk. (2023) dengan modifikasi. Dibuat terlebih dahulu larutan zat pewarna sintetik jenis eritrosin dengan konsentrasi 5 µg/mL. Selanjutnya masing-masing variasi sampel (Hidrotermal 0 Jam (H0J); Hidrotermal 2 Jam

(H2J); dan Hidrotermal 4 Jam (H4J)) ditimbang sebanyak 0,1 g dan dilarutkan dalam 10 mL eritrosin 5 µg/mL. Larutan divortex lalu didiamkan selama 1 jam dan setiap 15 menit sekali divortex. Setelah itu dimasukkan ke dalam botol vial lalu dicahayaakan pada kotak cahaya dengan lampu fluoresen 4.000 lux selama 1 jam. Absorbansi dibaca pada λ 526 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Absorbansi dibaca pada setiap interval waktu yaitu 15, 30, 45, dan 60 menit. % degradasi eritrosin dapat dihitung dengan menggunakan persamaan:

$$\% \text{ degradasi} = \frac{C_0 - C_t}{C_0} \times 100\%$$

Keterangan: C_0 = konsentrasi awal (µg/mL) dan C_t = konsentrasi setelah pencahayaan (µg/mL)

Penentuan aktivitas penstabil oksigen singlet terhadap fotooksidasi asam askorbat

Penentuan aktivitas penstabil oksigen singlet (SOQ) terhadap fotooksidasi asam askorbat (vitamin C) menggunakan metode Salim dkk. (2017) dengan modifikasi. Dibuat larutan eritrosin murni 5 µg/mL, asam askorbat murni 5 µg/mL, dan asam askorbat 5 µg/mL yang dilarutkan dalam eritrosin 5 µg/mL sebagai kontrol. Masing-masing variasi sampel (Hidrotermal 0 Jam (H0J); Hidrotermal 2 Jam (H2J); dan Hidrotermal 4 Jam (H4J)) ditimbang sebanyak 0,1 g dan dilarutkan dalam asam askorbat 5 µg/mL yang dilarutkan dalam eritrosin 5 µg/mL. Larutan divortex kemudian didiamkan selama 1 jam dan setiap 15 menit sekali divortex. Setelah itu dimasukkan ke dalam botol vial kemudian dicahayaakan pada kotak cahaya dengan lampu fluoresen 4.000 lux selama 1 jam. Absorbansi dibaca pada λ 264 nm menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Absorbansi dibaca pada setiap interval waktu yaitu 15, 30, 45, dan 60 menit.

Karakterisasi serat daun cengkeh

Serat daun cengkeh Hidrotermal 0 Jam (H0J) dan Hidrotermal 2 Jam (H2J) dikarakterisasikan menggunakan *Fourier Transform InfraRed* (FTIR) dan *X-Ray Diffraction* (XRD).

Analisis Data

Data penelitian dilakukan tiga kali ulangan dan hasilnya dinyatakan sebagai rata-rata $\pm$ SD. Analisis dilakukan menggunakan software SPSS versi 26.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Rendemen Serat

Proses ekstraksi dilakukan tujuannya untuk menarik semua zat aktif maupun komponen kimia yang terdapat dalam sampel (Ghozaly dkk., 2023). Proses ekstraksi yang digunakan dalam penelitian ini adalah sokletasi dan dilakukan ekstraksi lanjut dengan cara hidrotermal. Untuk memperoleh serat murni dari daun cengkeh hasil penyulingan, dilakukan proses ekstraksi guna menghilangkan senyawa-senyawa yang tidak termasuk dalam struktur serat. Oleh karena itu, tahap ekstraksi lanjutan diperlukan untuk meningkatkan kemurnian serat. Hasil rendemen serat daun cengkeh dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Rendemen serat daun cengkeh

Ekstraksi	Rendemen (%)
Hidrotermal 0 Jam	77,93%
Hidrotermal 2 Jam	51,20%
Hidrotermal 4 Jam	53,50%

Berdasarkan Tabel 1, rendemen tertinggi diperoleh pada ekstraksi hidrotermal 0 jam sebesar 77,93%, yang menunjukkan bahwa serat masih mengandung banyak senyawa non-serat sehingga kualitas seratnya belum sepenuhnya murni. Rendemen terendah terdapat pada ekstraksi 2 jam sebesar 51,20%, yang mengindikasikan kemurnian serat lebih tinggi karena zat pengotor atau senyawa non-serat telah terpisah secara maksimal.

Kandungan lignoselulosa

Komponen lignoselulosa yang terkait dengan serat pangan yaitu hemiselulosa, selulosa, dan lignin (Herminingsih, 2010). Serat berperan sebagai bahan penyusun dinding sel (Kusnandar, 2019). Hasil analisis kandungan lignoselulosa dari serat daun cengkeh dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. Kandungan hemiselulosa, selulosa, dan lignin dari daun cengkeh

Kandungan (%)	Sampel		
	Hidrotermal 0 Jam	Hidrotermal 2 Jam	Hidrotermal 4 Jam
Hemiselulosa	11,87 ± 0,45 ^b	5,57 ± 0,25 ^c	20,02 ± 0,75 ^a
Selulosa	12,28 ± 0,28 ^c	36,08 ± 0,13 ^a	28,90 ± 0,13 ^b
Lignin	23,92 ± 0,32 ^c	52,20 ± 0,13 ^a	43,60 ± 0,13 ^b

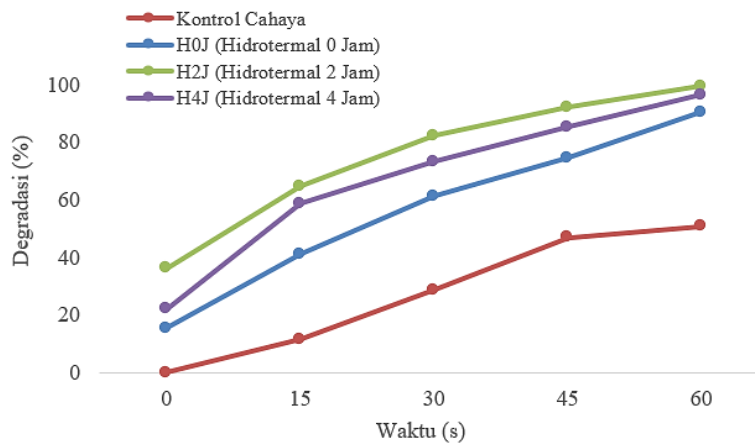
Keterangan: Huruf a, b, dan c digunakan untuk menunjukkan hasil uji statistik. Nilai-nilai yang diikuti huruf berbeda menunjukkan perbedaan nyata secara statistik, sedangkan nilai-nilai dengan huruf yang sama menunjukkan tidak ada perbedaan signifikan.

Berdasarkan Tabel 2, hasil analisis kandungan hemiselulosa daun cengkeh dari yang tertinggi yaitu H4J dengan persentase sebesar 20,02%, diikuti dengan H0J sebesar 11,87%, dan H2J sebesar 5,57%. Kandungan selulosa daun cengkeh dari yang tertinggi yaitu H2J dengan persentase sebesar 36,08%, diikuti dengan H4J sebesar 28,90%, dan H0J sebesar 12,28%. Kandungan selulosa yang tinggi dapat meningkatkan stabilitas struktural dan kekuatan mekanik serat, yang berpengaruh pada kemampuannya sebagai material pembawa (Credou & Berthelot, 2014). Kandungan lignin daun cengkeh dari yang tertinggi yaitu H2J dengan persentase sebesar 52,20%, diikuti dengan H4J sebesar 43,60%, dan H0J sebesar 23,92%. Kandungan lignin yang tinggi menunjukkan potensi sifat antioksidan yang kuat karena lignin mengandung gugus fenolik yang berperan sebagai penangkap radikal bebas (Vinardell & Mitjans, 2017).

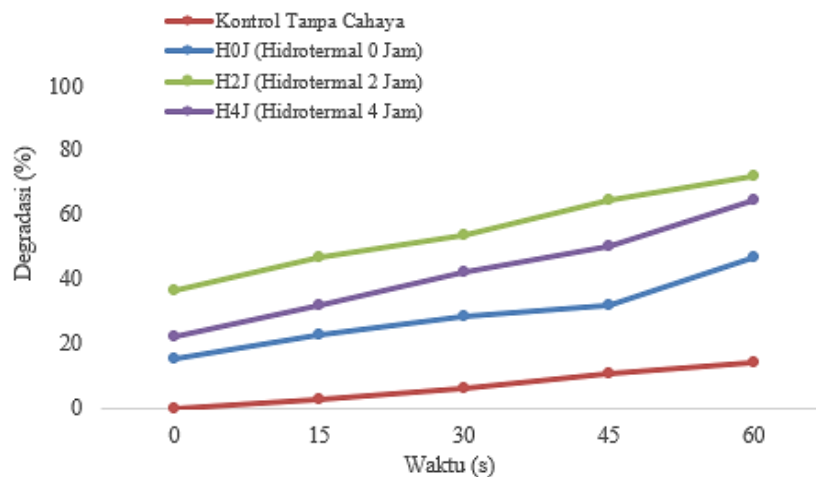
Aktivitas fotooksidasi zat pewarna sintetik

Eritrosin sebagai pewarna sintetik berfungsi sebagai fotosensitizer yang mampu menyerap energi cahaya dan mentransfer energi tersebut ke oksigen triplet sehingga akan terbentuk oksigen singlet (Katja dan Suryanto 2019). Oksigen singlet ini sangat reaktif dan dapat mempercepat proses oksidasi asam askorbat. Agar oksigen singlet bisa distabilkan, eritrosin tidak boleh aktif sebagai fotosensitizer. Maka dari itu, eritrosin perlu untuk didegradasi agar tidak menyerap cahaya dan menghasilkan oksigen singlet. Hal ini dapat dilakukan menggunakan serat daun cengkeh untuk menangkap oksigen singlet, atau mengurangi konsentrasi eritrosin dalam sistem. Adapun hasil aktivitas fotooksidasi zat pewarna sintetik yang dinyatakan dalam persentase terdegradasinya zat pewarna sintetik dengan adanya cahaya dan tanpa cahaya dapat dilihat pada Gambar 1 dan 2.

Berdasarkan Gambar 1, naiknya grafik % degradasi menyatakan bahwa proses degradasi telah terjadi pada zat pewarna sintetik eritrosin dengan dan tanpa menggunakan serat dalam kondisi cahaya dengan variasi waktu pencahayaan 15, 30, 45, dan 60 menit. % degradasi kontrol menjadi 50,88% setelah 60 menit pencahayaan. Hasil persentase serat daun cengkeh dalam mendegradasi eritrosin yang terbaik yaitu dengan menggunakan serat daun cengkeh Hidrotermal 2 Jam (H2J) dengan persentase sebesar 36,35% sebelum dicahayaakan (0 menit) dan setelah dicahayaakan sampai 60 menit persentasenya menjadi 99,72%. Kemudian diikuti dengan serat daun cengkeh Hidrotermal 4 Jam (H4J) dengan persentase sebesar 22,09% sebelum dicahayaakan (0 menit) dan setelah dicahayaakan sampai 60 menit persentasenya menjadi 96,56%. Hasil ketiga diikuti dengan serat daun cengkeh Hidrotermal 0 Jam (H0J) dengan persentase sebesar 15,43% sebelum dicahayaakan (0 menit) dan setelah dicahayaakan sampai 60 menit persentasenya menjadi 90,71%.



Gambar 1. Persentase (%) degradasi eritrosin dalam serat daun cengkeh pada kondisi cahaya



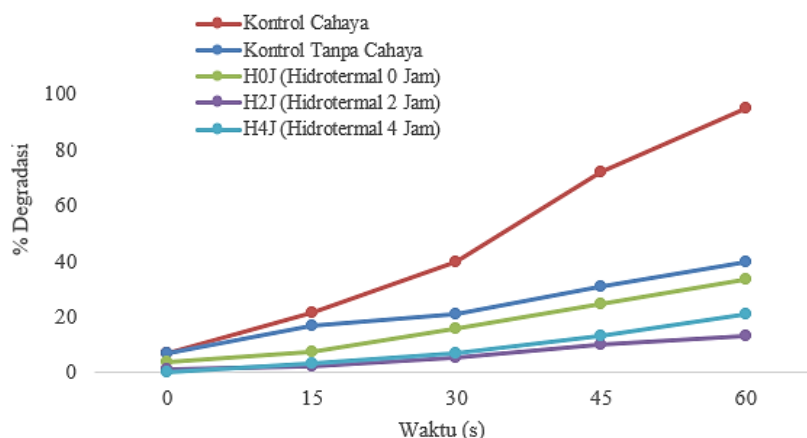
Gambar 2. Persentase (%) degradasi eritrosin dalam serat daun cengkeh pada kondisi tanpa cahaya

Berdasarkan Gambar 2, terlihat bahwa proses degradasi eritrosin tetap berlangsung meskipun dalam kondisi tanpa cahaya. Hasil persentase serat daun cengkeh dalam mendegradasi eritrosin yang terbaik yaitu dengan menggunakan serat daun cengkeh Hidrotermal 2 Jam (H2J) dengan persentase sebesar 36,35% sebelum diinkubasi (0 menit) dan setelah diinkubasi sampai 60 menit persentasenya menjadi 71,94%. Kemudian diikuti dengan serat daun cengkeh Hidrotermal 4 Jam (H4J) dengan persentase sebesar 22,09% sebelum diinkubasi (0 menit) dan setelah diinkubasi menjadi 60 menit persentasenya menjadi 64,54%. Lalu diikuti dengan serat daun cengkeh Hidrotermal 0 Jam (H0J) dengan persentase sebesar 15,43% sebelum diinkubasi (0 menit) dan setelah diinkubasi sampai 60 menit persentasenya menjadi 46,65%. Dibandingkan dengan kontrol yang hanya mengalami degradasi sebesar 14,42%, terlihat bahwa keberadaan serat sangat berperan dalam proses degradasi, terutama pada H2J dan H4J yang memiliki porositas lebih tinggi akibat perlakuan hidrotermal.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa serat daun cengkeh memiliki kemampuan yang baik dalam mendegradasi eritrosin, baik dalam kondisi cahaya maupun gelap atau tanpa cahaya. Serat daun cengkeh yang tidak melalui proses hidrotermal menunjukkan persen degradasi eritrosin yang lebih rendah dibandingkan dengan perlakuan hidrotermal. Hal ini menunjukkan bahwa proses hidrotermal berperan dalam meningkatkan efektivitas degradasi melalui peningkatan porositas dan luas permukaan serat. Proses hidrotermal dapat meningkatkan porositas serat, sehingga meningkatkan luas permukaan untuk adsorpsi dan degradasi (Sun dkk., 2021).

Aktivitas penstabil oksigen singlet terhadap fotooksidasi asam askorbat

Dalam penelitian ini, serat daun cengkeh digunakan sebagai agen penstabil oksigen singlet terhadap fotooksidasi asam askorbat. Pengujian aktivitas penstabil oksigen singlet terhadap fotooksidasi asam askorbat ditentukan berdasarkan seberapa besar persentase degradasi asam askorbat dari sampel tersebut. Adapun hasil aktivitas serat daun cengkeh dalam menstabilkan oksigen singlet terhadap fotooksidasi asam askorbat dapat dilihat pada Gambar 3.



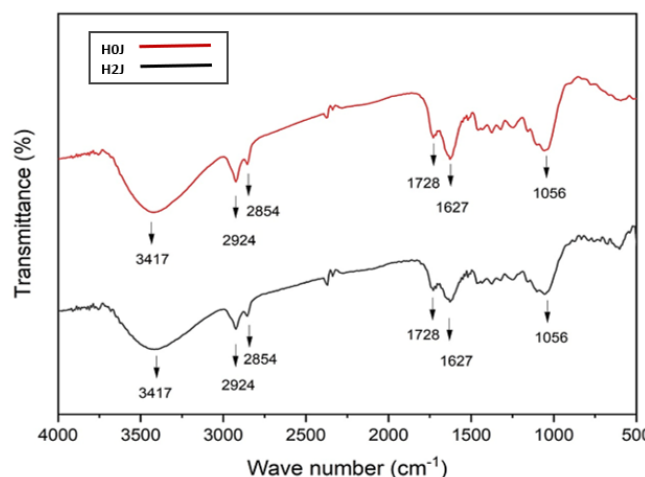
Gambar 3. Persentase (%) degradasi asam askorbat dalam serat daun cengkeh

Aktivitas penstabil oksigen singlet yang besar menunjukkan persentase degradasi yang kecil, sedangkan persentase degradasi yang besar menunjukkan bahwa terjadinya fotooksidasi asam askorbat sehingga sampel uji tersebut kurang efektif sebagai penstabil oksigen singlet. Berdasarkan Gambar 3, hasil menunjukkan adanya perbedaan signifikan pada degradasi asam askorbat antara kondisi cahaya dan tanpa cahaya pada sampel kontrol. Pada kondisi cahaya, terjadi penurunan drastis sebesar 95,18% setelah 60 menit pencahayaan, yang mengindikasikan terjadinya fotooksidasi yang intensif. Sebaliknya, pada kondisi tanpa cahaya, penurunan konsentrasi lebih moderat yaitu sebesar 40,11% setelah 60 menit. Hasil yang didapatkan sesuai dengan penelitian Salim dkk. (2017) yang menyatakan bahwa semakin lama waktu pencahayaan, maka semakin menurunnya konsentrasi asam askorbat. Hal ini disebabkan karena adanya eritrosin sebagai sensitiser yang dapat menyerap energi cahaya dan mentransfer kelebihan energinya ke oksigen triplet membentuk oksigen singlet. Oksigen singlet inilah yang mengoksidasi asam askorbat sehingga menyebabkan konsentrasinya berkurang. Kondisi tanpa cahaya, laju degradasi lebih lambat karena tidak ada eksitasi eritrosin, sehingga oksigen singlet yang terbentuk lebih sedikit dan fotooksidasi asam askorbat berkurang (Min & Boff, 2002).

Serat daun cengkeh H2J menunjukkan kemampuan penstabil oksigen singlet yang paling efektif dalam menstabilkan oksigen singlet karena degradasi asam askorbat paling kecil yaitu 13,40% setelah 60 menit pencahayaan, jauh lebih tinggi dibandingkan kontrol 95,18%. Hal ini menunjukkan bahwa serat H2J mampu melindungi asam askorbat dari fotooksidasi dengan baik. Efektivitas serat dan cengkeh H2J sebagai penstabil oksigen singlet sejalan dengan tingginya kandungan lignin, selulosa dan aktivitas penyerapan fotooksidasi zat pewarna sintetik eritrosin yang paling terbaik. Struktur permukaan serat H2J yang dimodifikasi oleh perlakuan hidrotermal dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi dan degradasi eritrosin. Perlakuan hidrotermal menyebabkan terjadinya perubahan fisik pada struktur serat, termasuk peningkatan porositas dan luas permukaan spesifik.

Analisis hasil pengujian FTIR

Analisis FTIR dilakukan untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada serat daun cengkeh hidrotermal 0 jam (tanpa perlakuan hidrotermal) dan setelah diperlakukan dengan hidrotermal 2 jam. Hasil uji FTIR dianalisa dengan menginterpretasikan puncak-puncak serapan dari spektrum inframerah. Adapun hasil karakterisasi FTIR serat daun cengkeh dapat dilihat pada Gambar 4.



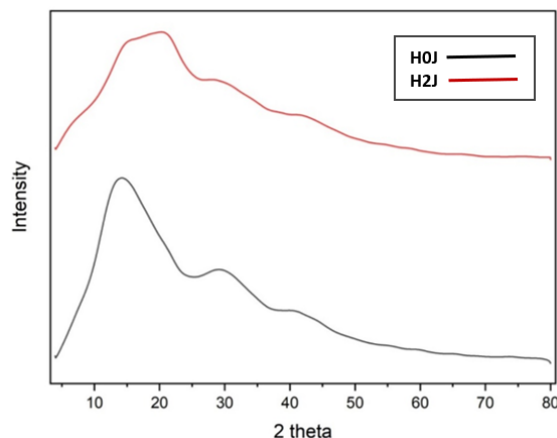
Gambar 4. Spektra FTIR dari serat daun cengkeh

Berdasarkan Gambar 4, terdeteksi bahwa serat daun cengkeh H0J dan H2J memiliki puncak serapan pada daerah bilangan gelombang 3417 cm^{-1} . Spektrum pada daerah serapan $3550\text{--}3200\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan getaran O-H yang dikaitkan dengan peregangan O-H dari gugus hidroksil terutama yang berasal dari selulosa (Milovanovic dkk., 2016). Spektrum dari H0J dan H2J juga menunjukkan dua pita serapan pada daerah bilangan gelombang 2924 cm^{-1} dan 2854 cm^{-1} yang mana daerah serapan $3000\text{--}2840\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan vibrasi C-H dari selulosa yang mengindikasikan kehadiran senyawa polisakarida (Abbasi dkk., 2016). Pada bilangan gelombang 1728 cm^{-1} menunjukkan adanya regangan pada gugus C=O yang umumnya terdapat pada hemiselulosa (Fan dkk., 2012). Serapan pada bilangan gelombang 1627 cm^{-1} menunjukkan adanya ikatan C=C aromatik pada lignin yang mana serapan $1600\text{--}1500\text{ cm}^{-1}$ mengindikasikan adanya vibrasi kerangka aromatik yang berasal dari lignin (Moran dkk., 2008). Terdapat serapan pada bilangan gelombang 1056 cm^{-1} dimana Peng dkk. (2010), menyatakan bahwa getaran yang menonjol di sekitar 1044 cm^{-1} merupakan peregangan C-O, C-C atau pembengkokan C-OH dalam xilan. Xilan merupakan komponen terbesar penyusun hemiselulosa.

Berdasarkan uraian tersebut, tidak ada perubahan yang signifikan dalam bentuk puncak spektrum FTIR serat daun cengkeh hidrotermal 0 jam dan setelah perlakuan hidrotermal 2 jam. Kedua sampel menunjukkan bilangan gelombang yang relatif sama yang mengindikasikan bahwa bahan aktif serat tidak mengalami kerusakan selama perlakuan hidrotermal.

Analisis hasil pengujian XRD

Analisis XRD dilakukan untuk mengidentifikasi struktur kristal pada serat daun cengkeh cengkeh hidrotermal 0 jam (tanpa perlakuan hidrotermal) dan setelah diperlakukan dengan hidrotermal 2 jam. Adapun hasil karakterisasi XRD dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Difraktogram XRD dari serat daun cengkeh

Berdasarkan Gambar 5, terdeteksi bahwa serat daun cengkeh hidrotermal 0 jam memiliki puncak dengan posisi 2θ yaitu $15,26^\circ$ dan $29,30^\circ$. Sedangkan serat daun cengkeh dengan perlakuan hidrotermal 2 jam memiliki puncak dengan posisi 2θ yaitu $18,28^\circ$. Daerah 2θ untuk standar selulosa menunjukkan dua puncak dominan yaitu $16,83^\circ$ dan $27,71^\circ$ (Bolilera dkk., 2020). Perlakuan hidrotermal dapat mengubah susunan kristal selulosa, menyebabkan pergeseran puncak difraksi. Pergeseran puncak ini mengindikasikan bahwa perlakuan hidrotermal telah memodifikasi struktur serat. Selain itu, serat daun cengkeh tidak hanya mengandung selulosa tetapi senyawa lain seperti lignin dan hemiselulosa yang dapat mempengaruhi pola difraksi sinar-X sehingga menyebabkan pergeseran puncak dibandingkan dengan selulosa murni.

Perbedaan posisi 2θ antara serat tanpa hidrotermal dan perlakuan dengan hidrotermal mengindikasikan adanya perubahan dalam struktur kristal. Perubahan ini menunjukkan bahwa perlakuan hidrotermal menyebabkan modifikasi pada struktur kristal serat. Hasil ini menunjukkan peningkatan sifat amorf. Transformasi dari struktur kristalin ke struktur amorf pada serat daun cengkeh setelah perlakuan hidrotermal relevan dengan efektivitasnya sebagai penstabil oksigen singlet. Hal ini karena struktur yang lebih amorf memiliki lebih banyak area permukaan aktif, yang dapat meningkatkan kapasitas adsorpsi yang lebih tinggi sehingga dapat membantu menangkap oksigen singlet dan mencegahnya agar tidak menyebabkan terjadinya fotooksidasi asam askorbat.

KESIMPULAN

Kandungan selulosa tertinggi terdapat pada serat daun cengkeh H2J (36,08%) yang diikuti oleh H4J (28,90%) dan H0J (12,28%). Kandungan lignin tertinggi terdapat pada serat daun cengkeh H2J (52,20%) yang diikuti oleh H4J (43,60%) dan H0J (23,92%). Serat daun cengkeh, terutama yang diberi perlakuan hidrotermal 2 jam, efektif dalam mendegradasi eritrosin dengan hasil tertinggi pada kondisi cahaya (90,72%) dan tanpa cahaya (71,94%). Hal ini menunjukkan potensi serat sebagai agen penstabil oksigen singlet dalam kondisi pencahayaan yang berbeda. Karakterisasi FTIR serat daun cengkeh hidrotermal 0 jam dan hidrotermal 2 jam menunjukkan spektrum gugus fungsi yang tidak berbeda yang mengindikasikan bahwa bahan aktif serat tidak mengalami kerusakan selama perlakuan hidrotermal. Karakterisasi XRD menunjukkan perubahan kristal menjadi kristal yang bersifat amorf setelah perlakuan hidrotermal. Aktivitas penstabil oksigen singlet terhadap fotooksidasi asam askorbat terbaik terdapat pada serat daun cengkeh H2J dengan persentase degradasi terkecil sebesar 13,40% dibandingkan dengan H0J dan H4J.

DAFTAR PUSTAKA

- Abbasi, M.A., Islam, M., Rehman, A.U., Rasool, S., Rubab, K., Hussain, G., Ahmad, I., & Shah, S.A.A. 2016. Synthesis, characterization, antibacterial, α -glucosidase inhibition and hemolytic studies on some new n-(2,3-dimethylphenyl) benzenesulfonamide derivatives. *Tropical Journal of Pharmaceutical Research*, 15(3), 591-598.
- Apituley, D.A.N., Leiwakabessy, J., & Nanloh, E.E.E.M. 2014. Pemanfaatan asap cair kayu putih (malaleuca cajuputi) sebagai antioksidan dalam pengolahan ikan tuna asap. *Chimica et Natura Acta*, 2(2), 145-151.
- Bahri, S. 2017. Pembuatan pulp dari batang pisang. *Jurnal Teknologi Kimia Unimal*, 4(2), 36-50.
- Bolilera, T., Wuntu, A.D., & Suryanto, E. 2024. Karakterisasi serat pangan dari ampas kelapa sebagai adsorben zat pewarna sintetik. *Chemistry Progress*, 17(1), 104-112.
- Chesson, A. 1978. The maceration of linen flax under anaerobic conditions. *Journal of Applied Bacteriology*, 45(2), 219-230.
- Credou, J., & Berthelot, T. 2014. Cellulose: from biocompatible to bioactive material. *Journal of Materials Chemistry*, 2(30), 4767-4788.
- Datta, R., 1981. Acidogenic fermentation of lignocelluloses acid yield and conversion of componens. *Biotechnology and Bioengineering*, 23(9), 2167-2170.

- Dilapanga, D.G., Rauf, A., & Boekosoe, Y. 2020. Analisis pendapatan petani cengkeh berdasarkan skema usahatani di kabupaten bolaang mongondow timur. *Jambura Agribusiness Journal*, 1(2), 81-86.
- Fan, D., Ma, W., Wang, L., Huang, J., Zhao, J., Zhang, H., & Chen, W. 2012. Determination of structural changes in microwaved rice starch using fourier transform infrared and raman spectroscopy. *Starch-Stärke*, 64(8), 598-606.
- Fitriyani, W., Harpeni, E., & Muhaemin, M. 2017. Pengaruh intensitas cahaya terhadap pigmen carotenoid, fucoxanthin dan phaeophytin zooxanthellae dari isolat karang lunak *Zoanthus* sp. *Maspari Journal*, 9(2), 121-130.
- Ghozaly, M.R., Gunarti, N.S., Fikayuniar, L., & Aziz, S. 2023. Metode fitokimia untuk farmasi. Yogyakarta: Jejak Pustaka.
- Herminingsih, A. 2010. Manfaat serat dalam menu makanan. Jakarta: Universitas Mercu Buana.
- Huda, T., & Yulitaningtyas, T.K. 2018. Kajian adsorpsi methylene blue menggunakan selulosa dari alang-alang. *Indonesian Journal of Chemical Analysis (IJCA)*, 1(1), 9-19.
- Katja, D.G., & Suryanto, E. 2019. Efek penstabil oksigen singlet ekstrak pewarna dari daun bayam terhadap fotooksidasi asam linoleat, protein dan vitamin C. *Chemistry Progress*, 2(2), 179-86.
- Kusnandar, F. 2019. *Kimia Pangan Komponen Makro*. Jakarta: PT Bumi Kasara.
- Lisa, M., Lutfi, M., & Susilo, B. 2015. Pengaruh suhu dan lama pengeringan terhadap mutu tepung jamur tiram putih (*plaeotus ostreatus*). *Journal of Tropical Agricultural Engineering and Biosystems-Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis dan Biosistem*, 3(3), 270-279.
- Milovanovic, S., Markovic, D., Aksentijevic, K., Stojanovic, D.B., Ivanovic, J., & Zizovic, I. 2016. Application of cellulose acetate for controlled release of thymol. *Carbohydrate Polymers*, 147(2016), 344-353.
- Min, D.B., & Boff, J.M. 2002. Chemistry and reaction of singlet oxygen in foods. *Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety*, 1(2), 58-72.
- Moran, J.I., Alvarez, V.A., Cyras, V.P., & Vázquez, A. 2008. Extraction of cellulose and preparation of nanocellulose from sisal fibers. *Cellulose*, 15(2008), 149-159.
- Nugrahadi, Z. 2020. Pembuatan dan karakterisasi komposit tio2/serat tandan pisang sebagai adsorben untuk menyerap metil jingga [skripsi]. FMIPA UIN, Yogyakarta.
- Salim, M.F., Rorong, J.A., & Katja, D.G. 2017. Aktivitas penstabil oksigen singlet dari hasil fraksinasi ekstrak metanol daun kayu manis (*cinnamomum burmanii*) terhadap fotooksidasi asam askorbat. *Jurnal MIPA*, 6(2), 62-67.
- Sari, D.N., & Anggerta, L.A. 2023. Lignin dari jerami padi sebagai material tabir surya. *Jurnal Ekliptika*, 4(1), 16-20.
- Sibuea, M. 2023. Oksigen singlet ($^1\text{O}_2$) dan efek fotooksidasi pada produk pangan. *Jurnal Riset teknologi Pangan dan Hasil Pertanian*, 3(2), 108-118.
- Sun, Y., Yang, G., Zhang, J., Wang, Y., & Yao, M. 2021. Activated carbon preparation from lignocellulosic materials and its adsorption properties for organic pollutants: a review. *Science of the Total Environment*, 778(1), 146-191.
- Suryanto, E., & Katja, D.G. 2017. *Fotokimia Sensitiser*. Bandung: CV Patra Media Grafindo.
- Vinardell, M.P., & Mitjans, M. 2017. Lignins and their derivatives with beneficial effects on human health. *International Journal of Molecular Sciences*, 18(6), 1-15.