



dapat diakses melalui <http://ejournal.unsrat.ac.id/index.php/jmuo>



Fotoreduksi Besi Fe^{3+} Menggunakan Ekstrak Limbah Daun, Kulit, dan Cangkang Biji Pala (*Myristica fragrans*)

Yosep Tempomona^{a*}, Johnly A. Rorong^a, Audy D. Wuntu^a

^aJurusan Kimia, FMIPA, Unsrat, Manado

KATA KUNCI

Daun, kulit, cangkang biji pala
Fitokimia fenolik
Fotoreduksi

KEYWORDS

Leaves, bark, shells, nutmeg
Phytochemical
Phenolic
Photoreduction

AVAILABLE ONLINE

10 Februari 2015

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian untuk menganalisis kandungan fitokimia dari limbah daun, kulit dan cangkang biji pala dan kemampuannya dalam reaksi fotoreduksi. Daun, kulit dan cangkang biji pala diekstrak dengan pelarut etanol 80% dengan metode panas (refluks) selama 3 jam. Selanjutnya dilakukan analisis kandungan fitokimia meliputi fenolik total, flavanoid total dan tannin total menggunakan spektrofotometer UV-Vis. Pengujian reaksi fotoreduksi dilakukan pada tiga cahaya dengan variasi tiga konsentrasi. Hasil penelitian menunjukkan ekstraksi dengan metode panas (refluks) memiliki efek reaksi fotoreduksi yang baik

ABSTRACT

Studies to analyze the phytochemical content of the waste leaves, bark, and shells of nutmeg and the ability in photoreduction reaction has been carried out. The leaves, bark, and shells of nutmeg extracted with 80% ethanol by heat method (reflux) for 3 hours. Further phytochemical content analysis include total phenolic, total flavonoids and tanins total using UV-Vis spectrophotometer. Photoreduction reaction testing done by two methods of extraction in three variations of light with three concentrations. The results showed that extraction with heat method (reflux) has a good photoreduction reaction effect.

1. Pendahuluan

Indonesia merupakan salah satu negara yang kaya akan tanaman yang berkhasiat sebagai obat-obatan dan rempah-rempah yang tersebar diberbagai daerah, seperti di provinsi Sulawesi Utara yaitu tanaman pala. Banyaknya potensi dalam bidang pertanian menyebabkan banyaknya limbah, limbah yang dihasilkan biasanya hanya dibiarkan membusuk secara alami dan biasanya limbah tersebut masih mengandung bahan organik. Akan tetapi di Sulawesi utara khususnya di Kabupaten Sigi pemanfaatan daging buah pala sangat kurang bila dibandingkan dengan daerah lain. Pada proses pengolahan tanaman pala terdapat limbah bahan baku yang hanya terbuang begitu saja seperti, daun pala, kulit buah pala dan cangkang biji pala

Limbah pertanian mengandung bahan organik yang mengandung senyawa metabolit primer dan metabolit sekunder. Metabolit primer berupa karbohidrat, lemak, protein dan metabolit sekunder

adalah senyawa bioaktif, obat, antioksidan dan senyawa metabolit sekunder lainnya yang dapat berfungsi, sebagai sensitizer alami. Limbah pertanian berbagai jenis daun mengandung bahan dasar atau sumber utama komponen fenolik, flavonoid dan tanin yang melimpah, justru dapat diolah kembali menjadi bahan biosensitizer untuk fotoreduksi besi yang bermanfaat bagi pertumbuhan tanaman, dan meningkatkan kesuburan tanah oleh bantuan cahaya matahari. (Rorong *et al.*, 2012).

Untuk mengetahui senyawa kimia dibutuhkan metode pemisahan, pemurnian, dan identifikasi kandungan yang berbeda-beda sifatnya dalam tumbuhan. Uji fitokimia meliputi pemeriksaan terhadap adanya fenolik, flavonoid, dan tanin (Harbone, 1987).

Secara umum tanaman mengambil besi dalam bentuk ion Fe^{2+} dari alam, tetapi ketersediaan besi di alam dalam bentuk ion Fe^{3+} . Oleh karena itu ion Fe^{3+} harus direduksi lebih dahulu menjadi ferro (Fe^{2+}), agar dapat berasosiasi dengan suatu senyawa faktor.

*Corresponding author: Jurusan Kimia FMIPA UNSRAT, Jl. Kampus Unsrat, Manado, Indonesia 95115; Email address: yoseptempomona@gmail.com
Published by FMIPA UNSRAT (2015)

Reaksi reduksi dan oksidasi (redoks) logam dapat terjadi pada hampir semua jenis tanah. Kondisi reaksi reduksi oksidasi logam dalam tanah akan mempengaruhi stabilitas senyawa-senyawa mangan dan besi (Brown,1969).

2. Metode

2.1. Bahan dan Alat

Sampel daun, kulit dan cangkang biji pala diperoleh dari sisa pengolahan pala yang berasal desa manganitu kecamatan Manganitu Kabupaten Sangihe. Bahan kimia yang digunakan yaitu, metanol, etanol, natrium karbonat, reagen Folin-Ciocalteu, vanilin, aluminium klorida, asam klorida, larutan logam Fe^{3+} , 2,2 bipyridin 0,07 %, serta akuades. Semua bahan kimia yang digunakan adalah *analytical grade*. Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas pyrex lwaki, ayakan 60 mesh, mikropipet, penggiling, seperangkat alat refluks, pengaduk magnet, spatula *stainless steel*, kertas saring, vorteks, neraca analitik ER-180 A, *rotary vacuum evaporator Eylea N-1000*, *vacuum SMAF SXT-1A*, oven *Mammert*, *waterbath Thermologic*, *centrifuge Eba Hettich*, ruang penyinaran berukuran 70 x 50 x 60 cm yang dilengkapi dengan sumber cahaya *fluoresen*, UV, *inscandescent* (lampu pijar) 80 watt dan spektrofotometer UV-Vis *Thermo Scientific Genesys 20*, spektrofotometer UV-Vis *Genesys*

2.2. Ekstraksi

Sampel daun, kulit dan cangkang biji pala dikeringanginkan sekitar 14 hari, kemudian dibersihkan dan dipotong kecil-kecil untuk digiling sampai halus setelah itu di ayak (40 mesh). Sebanyak 50 g serbuk daun, kulit dan cangkang pala diekstraksi dengan cara direfluks menggunakan pelarut etanol 80% sebanyak 350 mL, selama 3 jam dengan suhu sekitar 70-90 °C. Setelah itu disaring dan filtratnya diuapkan dengan *rotary vacuum evaporator* sehingga diperoleh ekstrak kental daun, kulit dan ca palangka biji, lalu ekstrak kental dipanaskan dalam oven dengan suhu 40 °C selama 24 jam sehingga didapat ekstrak kering daun, kulit dan cangkang biji pala

2.3. Penentuan Kandungan Total Fenolik, Flavanoid dan Tanin

Kandungan total fenolik ekstrak daun, kulit dan cangkang biji pala ditentukan dengan menggunakan metode Folin-Ciocalteu (Conde *et al.*, 1997). Absorbansi ekstrak dibaca pada spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 750 nm. Kandungan total fenolik dinyatakan sebagai mg ekuivalen asam galat/kg ekstrak. Kandungan total flavonoid ekstrak daun, kulit dan cangkang biji pala ditentukan menurut metode Meda *et al.* (2005). Absorbansi ekstrak dibaca pada spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 415 nm. Kandungan total flavonoid dinyatakan sebagai mg ekuivalen kuesertin/kg ekstrak. Kandungan total tanin ekstrak daun, kulit dan cangkang biji pala ditentukan menurut metode Julkenen-Tito (1985). Absorbansi ekstrak dibaca pada

spektrofotometer UV-Vis dengan panjang gelombang 500 nm. Kandungan total tanin terkondensasi dinyatakan sebagai mg ekuivalen ketekin/kg ekstrak.

2.4. Fotoreduksi Fe^{3+} dari Ekstrak Daun, Kulit dan Cangkang Biji Pala dan Penentuan Kandungan Besi Tereeduksi

Ekstrak limbah daun, kulit dan cangkang biji pala masing-masing dibuat dalam (500, 1000 dan 1500 ppm) tanpa cahaya diinteraksikan dengan 10 mL larutan logam ammonium besi (III) sulfat sebanyak 40 mL pada konsentrasi 25 ppm yang dilarutkan ke dalam akuades. Sampel diambil sebanyak 10 mL dan dimasukkan dalam botol serum berukuran 25 mL kemudian botol ditutup dengan sumbat karet. Sampel tersebut diletakkan ke dalam kotak cahaya ultra violet (UV) 80 Watt *gold star*, *fluoresen* 80 Watt *Phillips cool white*, dan *inscandescent* 80 Watt *Phillips* selama 5 jam. Cuplikan diambil sebanyak 5 x yaitu 0, 1, 2, 3, dan 5 jam. Setelah selesai penyinaran dilakukan analisis kadar besi yang tereeduksi. Hal yang sama dilakukan pada kondisi tanpa cahaya. Diambil sebanyak 2 mL dari masing-masing sampel baik yang di kenakan cahaya maupun tanpa cahaya kemudian dicampur dengan 0,5 mL 2,2 bipyridin 0,07 % dan divorteks selama 2 menit, setelah itu sampel dibaca pada panjang gelombang (λ) 520 nm dengan menggunakan spektroskopi UV-Vis pada suhu kamar. Kandungan besi yang tereeduksi dinyatakan sebanyak mg/kg untuk kurva kalibrasi menggunakan $NH_4Fe^{2+}(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ sebagai standar.

3. Hasil dan Pembahasan

3.1. Pengujian Fitokimia yang Melibatkan Pengujian Kandungan Total Fenolik, Flavanoid, dan Tanin.

Kandungan total fenolik, flavanoid dan tanin dari ekstrak daun, kulit dan cangkang biji pala (Gambar 1).

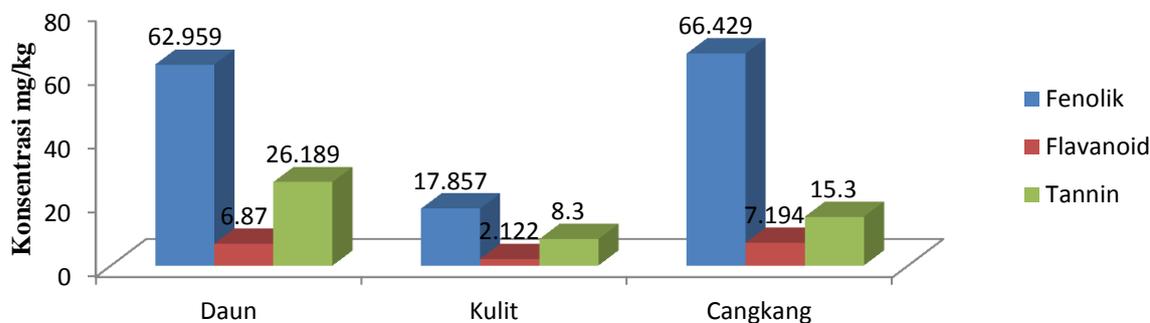
Kandungan fenolik dalam ekstrak limbah tanaman dinyatakan sebagai standar asam galat (mg/kg). Asam galat digunakan sebagai larutan standar karena senyawa asam galat mempunyai gugus hidroksil dan ikatan rangkap yang terkonjugasi pada masing-masing cincin benzena yang menyebabkan senyawa ini sangat efektif untuk membentuk senyawa kompleks dengan reagen Folin-Ciocalteu, sehingga reaksi yang terjadi lebih sensitif dan intensif (Julkenen-Titto, 1985).

Cangkang pala memiliki kandungan fenolik yaitu 66.429 mg asam galat/kg sampel dan diikuti oleh daun 62.959 mg asam galat/kg sampel, dan untuk kulit pala memiliki nilai yang paling rendah yaitu 17.857 mg asam galat/kg sampel. Hal ini karena senyawa fenolik mampu mengikat satu atau lebih gusur hidroksil pada cangkang biji pala dibandingkan didaun dan kulit.

Penentuan kandungan total flavanoid dinyatakan dalam standar kuesertin dalam mg/kg ekstrak kandungan total flavanoid yang tinggi terdapat pada cangkang pala yaitu 7.194 mg kuesertin/kg sampel dan diikuti oleh daun pala yaitu 6.870 mg kuesertin/kg sampel, dan kulit pala yaitu 2.122 mg

kuersetin/kg sampel. Untuk hasil kandungan total flavanoid dan fenolik memiliki kesamaan dengan cangkang pala yang memiliki nilai kandungan total yang tinggi dan diikuti oleh daun dan kulit pala. Flavonoid dapat mengamankan sel dari senyawa

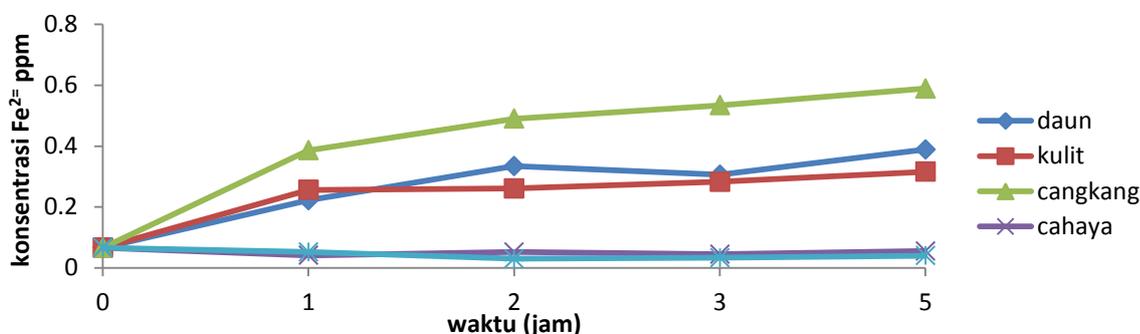
oksigen reaktif (ROS) dan mampu mengkhelat Fe. Agen pengkhelat Fe karena adanya gugus kaboksilat dan gugus fenolik atau dua gugus karboksil berdekatan bereaksi dengan ion Fe membentuk suatu kompleks yang stabil (Rorong *et al.*, 2010).



Gambar 1 – Kandungan Total Total Fenolik, Flavanoid dan Tanin dari Ekstraksi Dengan Menggunakan Metode Panas (Refluks)

Penentuan kandungan tanin total dinyatakan sebagai milligram katekin per kilogram ekstrak. Hasil yang didapatkan sejalan dengan uji fenolik dan flavonoid, di mana sampel yang mengandung tanin total paling tinggi terdapat pada daun yaitu 26.959 mg katekin/kg diikuti sampel cangkang pala 15.3 mg katekin/kg dan sampel kulit buah pala 8.333 mg katekin/kg. Hal ini dikarenakan pada daun terdapat

dinding sel yang banyak mengandung selulosa yang merupakan senyawa karbohidrat, yang dapat dihidrolisis menjadi glukosa oleh asam (Rorong *et al.*, 2010). Tanin merupakan kelompok besar zat yang kompleks yang terkandung di dalam tumbuhan pada umumnya di dalam daun, buah, cabang, atau batang (Suryanto, 2012).



Gambar 2 – Efek Ekstrak Limbah Tanaman Pala dengan Ekstraksi Metode Panas (Refluks) Terhadap Fotoreduksi Fe³⁺ Setelah Disinari Lampu Ultraviolet UV

3.2. Efek Ekstrak Limbah Duan, Kulit dan Cangkang Tanaman Pala Terhadap Fotoreduksi Fe³⁺ yang Direduksi dengan Sumber Cahaya Ultraviolet (UV)

Fotoreduksi Fe³⁺dengan Konsentrasi 500 ppm

Hasil analisis kandungan besi tereduksi dengan konsentrasi 500 ppm untuk ekstraksi dengan metode panas cangkang biji pala memiliki kemampuan yang baik dalam reaksi fotoreduksi dalam 0, 1, 2, 3 dan 5 jam nilai absorbansinya naik yaitu 0.066, 0,0386, 0,490 0,534 dan 0,589 (Gambar 2).

Hasil ini berbanding lurus dengan hasil kandungan total fenolik yang di dapat dari ekstrak cangkang pala dan hasil ini juga memberikan masukan yang sangat positif dalam pemanfaatan

fenolik dari ekstrak cangkang pala sebagai pereduksi Fe³⁺ menjadi Fe²⁺. Menurut Buckman (1982), fenolik merupakan khelat yang mantap sehingga besi terlindungi dari reaksi tanah dan akan mudah bermobilisasi dan diserap oleh tanaman.

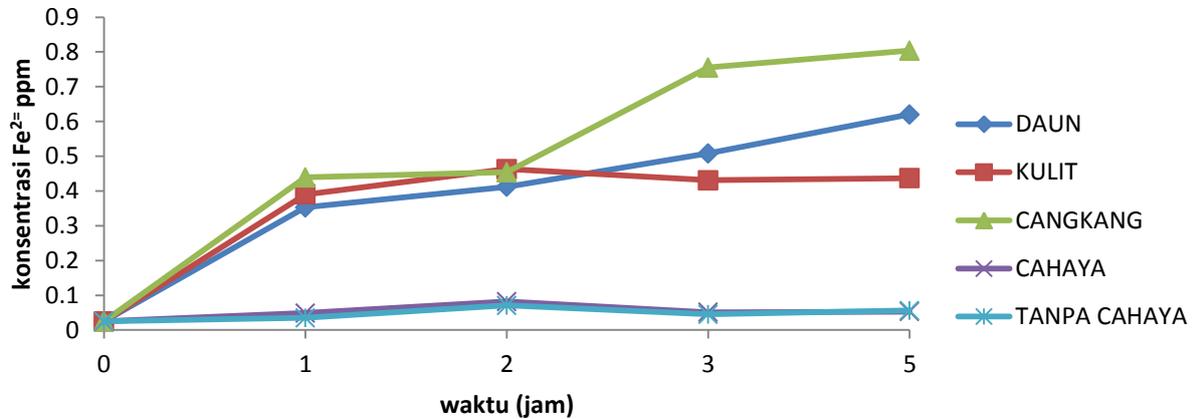
Fotoreduksi Fe³⁺dengan Konsentrasi 1000 ppm

Pada Gambar 2 kedua hasil yang di dapat cangkang pala memiliki kemampuan yang baik dalam reaksi fotoreduksi untuk 0, 1, 2, 3 dan 5 jam nilai absorbansi 0.025, 0,439, 0,454, 0,755 dan 0,804 (Gambar 2).

Pada kulit buah pala nilai absorbansinya turun pada jam ke-3 dan ke-5 hal ini disebabkan karena kulit pala tidak baik dalam mereduksi Fe³⁺ menjadi

Fe²⁺ namun untuk daun pala memiliki nilai yang sablil dimana nilai absorbansinya tiap jamnya naik. Hal ini mungkin disebabkan oleh pengaruh panas yang dihasilkan oleh lampu tersebut lebih tinggi.

Panas yang dihasilkan oleh sumber cahaya ini lebih banyak mengeksitasi elektron yang akan digunakan untuk mereduksi Fe³⁺ sehingga Fe²⁺ yang terbentuk lebih banyak.

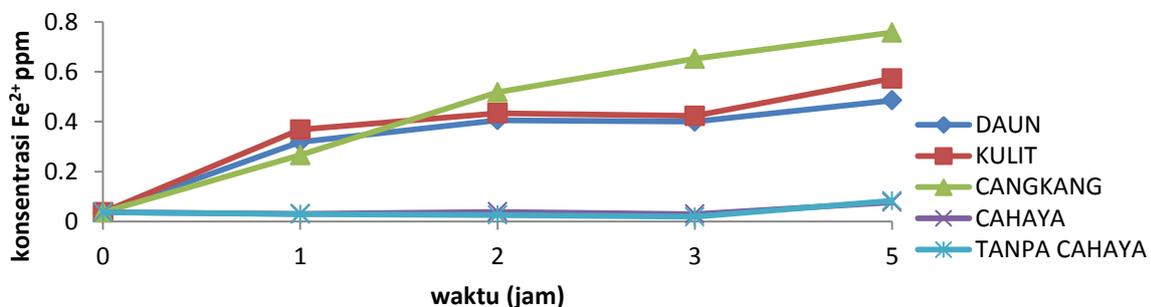


Gambar 3 – Efek Ekstrak Limbah Tanaman Pala dengan Ekstraksi Metode Panas (Refluks) Terhadap Fotoreduksi Fe³⁺ Setelah Disinari Lampu Ultraviolet UV

Fotoreduksi Fe³⁺ dengan Konsentrasi 1500 ppm

Pada Gambar 4 dari hasil yang diperoleh juga memiliki kesamaan cangkang pala memiliki kemampuan yang baik dalam reaksi fotoreduksi dapat dilihat dari hasil yaitu untuk 0, 1, 2, 3 dan 5 jam

nilai absorbansinya 0,037, 0,266, 0,518, 0,652 dan 0,757 sedangkan untuk daun dan kulit pala memiliki nilai yang stabil di tiap jamnya nilai absorbansinya naik (Gambar 4).



Gambar 4 – Efek Ekstrak Limbah Tanaman Pala dengan Ekstraksi Metode Panas (Refluks) Terhadap Fotoreduksi Fe³⁺ Setelah Disinari Lampu Ultraviolet UV

Dari hasil Gambar 4 cangkang biji pala memiliki kemampuan yang baik dalam mereduksi Fe³⁺ menjadi Fe²⁺ didasarkan pada hukum Hughes - Ingold dimana pengaruh pelarut prinsipnya membutuhkan waktu yang cepat kontribusi paling penting untuk solvasi, dan interaksi polar (Rorong et al.,2012). Hal ini mengindikasikan hanya dengan cahaya, Fe³⁺ mampu direduksi menjadi Fe²⁺.

Dan tinggi rendahnya kandungan total fenolik dalam sampel ekstrak daun, kulit dan cangkang biji pala berhubungan langsung dengan aktivitasnya sebagai penyumbang electron dalam fotoreduksi Fe³⁺. Aiken dkk, (1985), mengindikasikan bahwa senyawa fenolik memiliki kemampuan untuk mereduksi beberapa ion logam teroksidasi. Dalam senyawa

fenolik banyak terdapat gugus yang dapat dijadikan sebagai donor elektron, seperti gugus OH fenol (Rorong dan Suryanto, 2010).

4. Kesimpulan

Kandungan fenolik total yang tertinggi terdapat pada cangkang pala yaitu, 66.429 mg asam galat/kg sampel, dan terendah pada kulit yaitu 17.857 mg asam galat/kg sampel, kandungan total flavanoid yang tertinggi terdapat pada cangkang pala 7.194 mg kuersetin/kg sampel dan yang

terendah pada kulit pala yaitu 2,122 mg kuersetin/kg sampel, dan kandungan total tanin yang tertinggi terdapat pada daun pala yaitu 26.189 mg

katekin/kg sampel, dan yang terendah terdapat pada kulit pala yaitu 8.300 mg katekin/kg sampel. Dan analisis gugus fungsi dari ekstrak limbah daun, kulit dan cangkang biji pala menunjukkan adanya gugus -OH dan gugus aromatic yang mengindikasikan adanya senyawa fenolik. Efektifitas fotoreduksi yang baik terdapat pada lampu UV pada konsentrasi 1500 ppm.

Daftar Pustaka

- Aiken, G. R., D. M. McKnight, R. L. Wershaw., and P. MacCarthy, 1985. "Humic Substances in Soil Sediment and Water : Geochemistry, Isolation, and Characterization", John Willey & Sons, New York.
- Brown, J. C., 1969. *Agricultural Use of Synthetic Metal Chelates*. Soil Sci. Soc. Am. Proc., (33).
- Buckman, H.O., and N. C. Brady. 1982. Ilmu Tanah. Terjemahan Soegiman. Bhrata Karya Aksara. Jakarta.
- Conde, E.F., M.C.Cadahia, Garcia-Vallejo, B.F.D. Simon, and J.R.G. Adrados. 1997. Low Molecular Weight Polyphenol in Cork of Quercus Suber. *J. Agric. Food Chem.* **45**: 2695-2700.
- Harbone, J.B. 1987. *Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*. Terjemahan Padmadinata, K., dan I. Soediro. ITB, Bandung.
- Julkenen-Titto, R. 1985. Phenolic Constituents in the Leaves of Northern Willows: Methods for the Analysis of Certain Phenolic. *J. Agric. Food Chem.* **33**: 213-217.
- Meda, A., C.E. Lamien, M. Romito, J. Milliogo, and O.G. Nacoulina. 2005. Determination of the Total Phenolic, Flavonoid and Proline Content in Burkina Fasan Honey, as well as Their Radical Scavenging Activity. *J. Food Chem.* **91**: 571-577.
- Rorong, J.A., Sudiarmo, B. Prasetya, J. Polii-Mandang, E. Suryanto. 2012. Phytochemical Analysis of Water Hyacinth (*Eichhornia crassipes*) of Agricultural Waste as Biosensitizer for Ferri Photoreduction. *Agrivita.* **34**: 152-160.
- Rorong, J.A., dan E. Suryanto. 2010. Analisis Fitokimia Enceng Gondok (*Eichhornia crassipes*) dan Efeknya Sebagai Agen Fotoreduksi Fe³⁺. *Chem prog.* **3**: 33-41.
- Rorong, J.A., Sudiarmo, B. Prasetya, J. Polii-Mandang, E. Suryanto. 2012. Ferro Content in Soil and Mustard Leave (*Brassica juncea*) Treated by Agricultural Waste on the Biosensitizer-Iron Photoreduction. *Journal of Tropical Soils.* **17**: 211-218.
- Suryanto, E. 2012. *Fitokimia Antioksidan*. Putra Media Nusantara. Surabaya.