

ISOLASI SENYAWA FLAVONOID DARI KAYU SEPANG (*CAESALPINIA SAPPAN L.*) DENGAN METODE *ULTRASONIC ASSISTED SOLVENT EXTRACTION* DAN KARAKTERISASINYA DENGAN METODE *GAS CHROMATOGRAPHY MASS SPECTROMETRY (GCMS)*

Andi Muhamad Iqbal Akbar Asfar¹⁾, M.Yasser¹⁾

¹⁾ Dosen Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Ujung Pandang, Makassar

ABSTRACT

Sappan wood is a source of natural antioxidants. Efficacy of Sappan plants as antioxidants also as antimicrobials and natural coloring agents. The ability of treatment with the use of Sappan plants is caused by the abundance of chemical compounds in plants such as the presence of flavonoids. Various methods of preparative analysis have been found and developed to isolate flavonoid compounds, one of which is done by extracting using Ultrasonic Assisted Solvent Extraction using variations of ethanol solvent concentration of 85%, 90%, 95%, and 99%. The highest percentage of yield obtained at 90% ethanol concentration with a time of 15 minutes is 0.42% and pH is 5. The results of GCMS analysis identified components of phenol compounds which are flavonoid compounds with *2-Methyl-5-(1,2,2-Trimethylcyclopentyl) Phenol* with % Area is 44.56% at 90% ethanol concentration with 15 minutes extraction time, where the longer extraction time of flavonoid components will decrease due to degradation into other compounds.

Keywords: *Sappan wood, Flavonoid, GCMS.*

1. PENDAHULUAN

Flavonoid merupakan salah satu metabolit sekunder yang terdapat pada tumbuhan. Secara biologis flavonoid memainkan peranan penting dalam kaitan penyerbukan tanaman oleh serangga. Sejumlah flavonoid mempunyai rasa pahit hingga bersifat menolak sejenis ulat tertentu. Flavonoid merupakan salah satu bagian dari antioksidan (Winarsih, 2007 dalam Rivai, Sari, dan Rizal, 2012).

Salah satu tumbuhan yang banyak memberikan manfaat bagi manusia yaitu kayu sepang. Kayu sepang merupakan sumber antioksidan alami. Kayu sepang (*Caesalpinia sappan L.*) merupakan tanaman famili *Caesalpiniaceae* yang banyak ditemui di Indonesia. Kayu sepang secara empiris diketahui memiliki banyak khasiat penyembuhan dan sering dikonsumsi oleh masyarakat sebagai minuman kesehatan. Tanaman sepang banyak dimanfaatkan sebagai obat tradisional untuk pengobatan berbagai macam penyakit, seperti diare, disentri, tetanus, malaria dan batuk. Secara tradisional, pemanfaatan tanaman sepang oleh masyarakat sudah cukup luas. Bagian tanaman sepang yang sering digunakan adalah kayu dalam potongan-potongan atau serutan kayu. Tetapi selain itu, bagian lain dari tanaman sepang yang dimanfaatkan adalah kayu, daun, buah, dan biji. Daun sepang dimanfaatkan dalam pemeraman buah pisang dan mangga, biasanya untuk proses pematangan. Bagian kayu pada sepang jika direbus bisa memberi warna merah gading muda yang dapat digunakan untuk pengecatan, memberi warna anyaman, kue, minuman atau sebagai tinta (Lestari, Tjandrakirana, dan Kuswanti, 2013).

Kemampuan pengobatan dengan pemanfaatan tanaman sepang disebabkan oleh banyaknya kandungan senyawa kimia didalam tanaman seperti alkaloid, flavonoid, saponin, tannin, steroid, dan terpenoid (Rusita dan Suhartono, 2016). Khasiat tanaman sepang sebagai antimikroba, antioksidan, maupun zat pewarna alami. Komponen senyawa bioaktif yang terkandung dalam kayu sepang, yaitu *brazilin*, *brazilein*, *3'-O-metilbrazilin*, *sappanone*, *chalcone*, *sappanalcone* dan komponen umum lainnya, seperti asam amino, karbohidrat dan asam palmitat yang jumlahnya relatif sangat kecil (Djaeni *et al.*, 2015). Daun sepang mengandung polifenol dan 0,16- 0,20% minyak atsiri. Bagian batang atau kayu sepang mengandung tanin, asam galat, resin, *brazilein*, *d-alfa phellandrene*, *oscimene*, minyak atsiri, resorsin dan *brasilin* (Kusmiati, Dameria, dan Priadi, 2014). *Brazilin* adalah golongan senyawa yang memberi warna merah pada kayu sepang dengan struktur $C_6H_{14}O_5$. *Brazilin* merupakan senyawa antioksidan yang mempunyai katekol dalam struktur kimianya (Fardhyanti dan Riski, 2015). Sepang juga telah lama dikenal sebagai bahan ramuan untuk mengobati berbagai penyakit seperti sifilis, batuk darah dan radang (Permatawati, Nuralih, dan Fahrudin, 2014; Karlina *et al.*, 2016). Berbagai cara analisis preparatif atau pemisahan telah diketemukan dan

¹ Korespondensi penulis: Andi Muhamad Iqbal Akbar Asfar, Telp 08114181441, andiifalasar@gmail.com

dikembangkan untuk mengisolasi senyawa-senyawa yang jumlahnya sangat kecil. Isolasi dapat pula dilakukan dengan melakukan ekstraksi menggunakan *Ultrasonic-Assisted Solvent Extraction* yang dikombinasikan dengan penggunaan pelarut baik organik maupun non organik. Salah satu pelarut yang dapat digunakan adalah etanol dengan proses etanolik untuk mengisolasi senyawa plavonoid pada kayu sepang dengan menggunakan konsentrasi pelarut yang optimum melalui serangkaian uji coba dan variasi hingga ditemukan variasi konsentrasi yang optimum serta lama waktu ekstraksi optimum. Karakterisasi dari senyawa plavonoid yang diperoleh dari ekstrak dapat dikarakterisasi dengan menggunakan *Gas Chromatography Mass Spectrometry* (GCMS).

2. METODE PENELITIAN

Metode yang digunakan dalam penelitian ini terdiri dari beberapa langkah penelitian yaitu persiapan bahan baku (preparasi), Isolasi senyawa flavonoid melalui ekstraksi dengan larutan etanol dengan menggunakan alat *Ultrasonic Assited Solvent Extraction*, karakterisasi melalui analisa kadar air, kadar abu, % Yield, pH, dan uji fitokimia secara kualitataif dengan menggunakan larutan indikator (kuersetin) serta langkah terakhir adalah analisa dengan *Gas Chromatography Mass Spectrometry*.

1. Penyiapan bahan baku

Bahan baku berupa kayu sepang (*Caesalpinia Sappan L.*) di potong-potong keil kemudian dihaluskan hingga berbentuk serbuk kayu sepang kemudian ditimbang

2. Ekstraksi Kayu Sepang

Isolat yang mengandung flavonoid diperoleh dengan melakukan ekstraksi serbuk kayu sepang (*Caesalpinia Sappan L.*) ditimbang sebanyak 5 gram lalu dimasukkan ke dalam beaker gelas serta ditambahkan etanol (C₂H₅OH) 95%. Penentuan kadar pelarut didasarkan pada penelitian sebelumnya pada kayu sepang, ekstrak kayu sepang untuk dijadikan zat warna optimum pada pelarut etanol 96% (Azmi, 2017). Sampel tersebut kemudian dimasukkan ke dalam ekstraksi ultrasonik dengan metode *Ultrasonic-Assited Solvent Extraction*. Ekstraksi berbantuan gelombang ultrasonik dilakukan dengan frekuensi 20 KHz. Temperatur dan waktu ekstraksi diatur sesuai dengan variabel percobaan. Hasil ekstraksi disaring dengan kertas saring whatman nomor 311844 hingga akan diperoleh larutan ekstrak flavonoid berupa brazilin. Percobaan dilakukan dengan perbedaan konsentrasi pelarut C₂H₅OH masing-masing 85%, 90%, 95%, dan 99% dan variasi waktu 15 menit, 20 menit, dan 25 menit.

3. Karakterisasi

Karakterisasi awal produk flavonoid diuji dengan serangkaian pengujian yaitu, adar air, kadar abu, uji kualitataif, fitokimia, pH dan %Yield. Kemudian dilanjutkan dengan GCMS. Karakterisasi menggunakan GCMS (*Gas Chromatography Mass Spectrometry*).

3. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil yang diperoleh adalah hasil karakterisasi ekstrak dalam bentuk isolat flavonoid dari kayu sepang mengandung kadar air sebesar 6,0881% serta kadar abu 98%. Uji kualitatif kandungan senyawa kimia yaitu flavonoid dilakukan dengan larutan indikator Kuersetin yang merupakan turunan dari flavonoid. Kuersetin sebagai reagen pengenalan untuk membuktikan adanya senyawa flavonoid.



Gambar 1. Perbandingan Ekstrak Awal, Ekstrak setelah Pengujian flavonoid dan Larutan kontrol

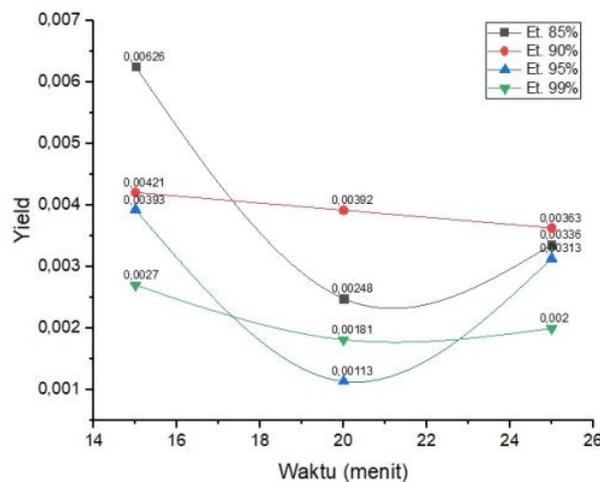
Hasil perbandingan tersebut dari pengujian kandungan flavonoid untuk konsentrasi pelarut etanol 85%, 90%, 95%, dan 99% diperoleh hasil bahwa konsentrasi pelarut etanol 90% mendekati larutan kontrol seperti pada gambar 1 di atas.

Tabel 1. Hasil Analisis Uji Kualitatif

Konsentrasi Ekstrak (%)	Warna Ekstrak Awal	Warna Ekstrak Setelah Pengujian	Warna Larutan Kontrol	Kandungan Plafonoid	Keterangan
85	Oranye Kemerahan	Merah Bening	Merah keunguan	+	
90	Oranye	Merah Keunguan	Merah keunguan	+	Sama dengan Larutan Kontrol
95	Oranye Kekuningan	Merah Pekat	Merah keunguan	+	
99	Kuning Bening	Merah Oranye	Merah keunguan	+	

Hasil uji kualitatif diperoleh konsentrasi 90% memberikan perubahan warna sama dengan larutan kontrol yaitu warna merah yang lebih tajam (merah keunguan).

Analisa yield dilakukan untuk memperoleh data mengenai persentase rendeman bahan baku yaitu kayu sepong menjadi produk. Secara ideal bahwa semua bahan baku diharapkan menjadi sebuah produk utuh. Dari hasil ekstraksi dengan variasi konsentrasi pelarut etanol yaitu 85%, 90%, 95%, dan 99% yang divariasikan dengan lama waktu ekstraksi pada suhu 60°C yaitu 15 menit, 20 menit, dan 25 menit menunjukkan perubahan persentase yield terhadap waktu ekstraksi.

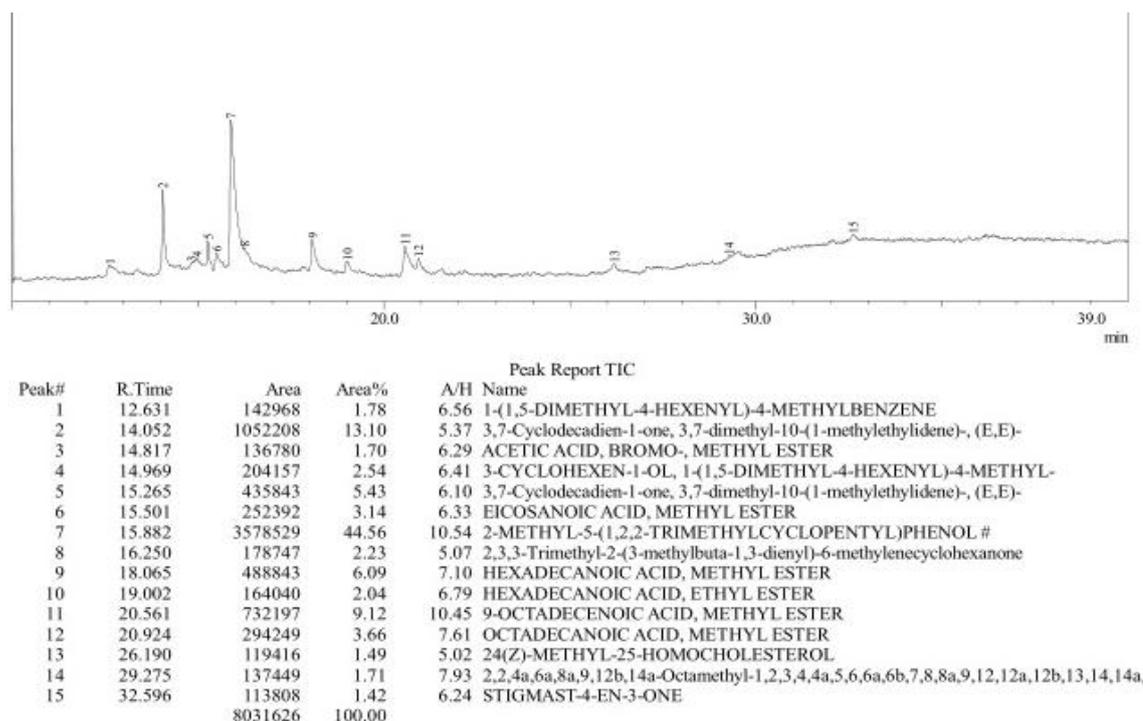


Gambar 2. Hubungan Waktu Ekstraksi dengan % Yield

Grafik di atas menunjukkan bahwa semakin lama waktu ekstraksi, maka persentase yield atau rendeman akan semakin berkurang. Penurunan yield sangat tajam selama pemanasan 20 menit dan akan kembali naik ketika dipanaskan pada 25 menit. Waktu ekstraksi optimum adalah pada 15 menit waktu ekstraksi. Persentase yield tertinggi pada konsentrasi pelarut 85% dengan persentase yield sebesar 0,00626 gram. Akan tetapi, nilai ini sangat kecil disebabkan oleh karakteristik dari kayu sepong yang dijadikan sebagai sampel berbentuk serbuk. Serbuk di saring pada sebuah kertas saring, sehingga hanya air dan kandungan yang memiliki ukuran permiable mampu menembus dinding saringan dan lolos. Serbuk tertahan pada saringan, sehingga menyebabkan persentase yield yang diperoleh sangat kecil.

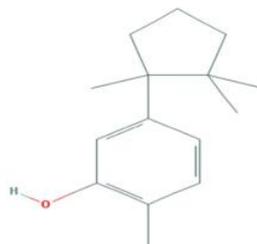
Analisis pH menunjukkan bahwa semua variasi sampel pada konsentrasi 85%, 90%, 95%, dan 99% dengan waktu ekstraksi 15 menit, 20 menit, dan 25 menit menunjukkan rentang pH yaitu 5-6,5 yaitu masih bersifat sedikit asam.

Analisa menggunakan Gas Chromatography Mass Spectrometry diperoleh bahwa dari hasil perbandingan GCMS ketiga perbandingan lama waktu ekstraksi untuk konsentrasi 90% yaitu 15 menit, 20 menit, dan 25 menit menunjukkan bahwa persentase area terbesar pada konsentrasi 90% dengan waktu ekstraksi 15 menit.



Gambar 3. Kromatogram Ekstrak Kayu Sepang Konsentrasi pelarut Etanol 90% waktu ekstraksi 15 menit.

Distribusi komponen pada setiap variasi waktu dengan pelarut 90% menunjukkan bahwa pada waktu ekstraksi 15 menit menghasilkan senyawa fenol yang merupakan bagian dari Flavonoid dengan persentase 44,56% dengan senyawa yang terdeteksi adalah *2-Methyl-5-(1,2,2-Trimethylcyclopentyl) Phenol*. Kandungan senyawa kimia untuk tiga komponen terbesar (*2-Methyl-5-(1,2,2-Trimethylcyclopentyl) Phenol*); *3,7-Cyclodecadien-1-One, 3,7-Dimethyl-10-(1-Methylethylidene)*; *9-Octadecenoic Acid, Methyl Ester*).



Gambar 4. Struktur Kimia *2-Methyl-5-(1,2,2-Trimethylcyclopentyl) Phenol* (C₁₅H₂₂O)

4. KESIMPULAN

Kesimpulan yang diperoleh dari penelitian ini dapat dijabarkan dalam bentuk poin berikut:

- 1) Ekstraksi yang dilakukan dengan menggunakan variasi konsentrasi 85%, 90%, 95%, dan 99% yang dikombinasikan dengan variasi waktu lama ekstraksi menggunakan *Ultrasonic Assisted Solvent Extraction* (UASE) diperoleh bahwa pada hasil pengujian secara kualitatif konsentrasi 90% mendekati larutan indikator (kuersetin).
- 2) Hasil terbaik yang sangat mendekati indikator adalah pada konsentrasi 90%. Pengujian kualitatif menunjukkan bahwa semua sampel memiliki kandungan Plafonoid. Analisa kadar air dan kadar abu pada bahan diperoleh bahwa kadar air bahan sebesar 0,06 gram dan kadar abu bahan sebesar 0,98 gram. pH berkisar 5-6 untuk sampel pada konsentrasi 90% dengan % Yield untuk konsentrasi 90% (15 menit), 90% (20 menit), dan 90% (25 menit) masing-masing adalah 0,42%, 0,39%, dan 0,36%.
- 3) Hasil analisa GCMS teridentifikasi komponen senyawa phenol yang merupakan senyawa flavonoid dengan komponen *2-Methyl-5-(1,2,2-Trimethylcyclopentyl) Phenol* dengan %Area adalah 44,56% pada

kosentrasi etanol 90% dengan waktu ekstraksi 15 menit dimana semakin lama waktu ekstraksi komponen flavonoid akan semakin berkurang karena terdegradasi menjadi senyawa lain.

5. DAFTAR PUSTAKA

- Azmi, D.D., 2017. *Ekstraksi Zat Warna Alami Dari Kayu Secang (Caesalpinia Sappan Linn) Dengan Metode Ultrasound Assited Extraction Untuk Aplikasi Produk Pangan*. Teknik Kimia, Fakultas Teknik Industri, Institut Teknologi Sepuluh November Surabaya.
- Djaneji, M; Triyastuti, M.S; Utari, F.D; Annisa, A.N; Novita, D.A., 2015. *The Sappanwood Extract Drying With Carrier Agent Under Air Dehumidification*. The Journal for Technology and Science, Vol. 26, No. 1, April 2015.
- Fardhyanti, D.S. Rsiki, D.R., 2015. *Pemungutan Brazilin Dari Kayu Secang (Caesalpinia Sappan L) Dengan Metode Maserasi dan Aplikasinya Untuk Pewarnaan Kain*. Jurnal Bahan Alam Terbarukan JBAT, 4 (1) (2015) 6-13.
- Karlina, Y; Adirestuti, P; Fadhillah, N.L; Fauziyyah, N; Malita, F., 2016. *Pengujian Potensi Antijamur Ekstrak Air Kayu Secang Terhadap Aspergillus Niger dan Candida Albicans*. Chimica et Natura Acta, Vol. 4 No. 2, Agustus 2016, Hal. 84-87.
- Kusmiati., Dameria., Priadi, Dody, 2014. *Analisa Senyawa Aktif Ekstrak Kayu Secang (Caesalpinia sappan L.) Yang Berpotensi Sebagai Antmikroba*. Seminar Nasional Teknologi Industri Hijau 1. Hal. 169-174.
- Lestari, Tjandrakirana, Kuswanti, N., 2013. *Pengaruh Pemberian Campuran Cairan Rebusan Kayu Secang (Caesalpinia Sappan L.) dan Daun Lidah Buaya (Aloe vera) terhadap Kadar Glukosa Darah Mencit (Mus musculus)*. Lentera Bio Berkala Ilmiah Biologi, ejournal.unesa.ac.id. ISSN: 2252-3979. Vol. 2, No.1. Hal. 113-119.
- Pertamawati, Nuralih, Fahrudin, F., 2014. *Ekstrak Secang Sebagai Bahan Diuretikum (Percobaan Terhadap Tikus Putih Jantan Galur Sprague Dawley)*. Al-Kauniyah Jurnal Biologi, Vol. 7, No. 2, Oktober 2014, Hal 89-93.
- Rivai, H. Sari, D.P, Rizal, Z., 2012. *Isolasi Dan Karakterisasi Flavonoid Antioksidan Dari Herba Meniran (Phyllanthus niruri L.)*. Jurnal Framasi Higea, Vol. 4, No. 2, Hal. 100-111.

6. UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih penulis haturkan kepada Risbang Kementerian Riset, Teknologi, dan Pendidikan Tinggi yang memberikan dana hibah penelitian. LPPM, Jurusan Teknik Kimia, Analis serta dosen-dosen dan mahasiswa Teknik Kimia yang membantu penulis dalam memujudkan penelitian ini.