Rasio pelarut etanol dan etil asetat pada proses ekstraksi terhadap karakteristik katekin dari gambir

The solvent ratio of etanol and etyl acetat in extraction process on cathechin gambier characteristics

Inda Three Anova* dan Gustri Yeni

Balai Riset dan Standardisasi Industri Padang
Jl. Raya LIK No. 23 Ulu Gadut, Padang Indonesia

* e-mail: indova99@gmail.com

INFO ARTIKEL

Sejarah artikel:

Diterima:
25 September 2020
Direvisi:
10 Desember 2020
Diterbitkan:
28 Desember 2020

Kata kunci:

rasio pelarut;
ekstraksi;
catechin;
gambir

ABSTRAK

Gambir salah satu tanaman herbal yang mempunyai banyak manfaat, terutama untuk produk farmasi, kosmetik, pewarna dan lain sebagainya. Kandungan senyawa katekin yang tinggi pada gambir sangat dipengaruhi oleh proses ekstraksi yang dilakukan. Tujuan penelitian adalah untuk melihat pengaruh dari rasio pelarut etanol dan etil asetat serta waktu ekstraksi yang digunakan terhadap rendemen dan karakteristik katekin gambir yang dihasilkan. Proses ekstraksi menggunakan pelarut etanol dan etil asetat, dengan rasio sebagai berikut : E1= etil asetat : etanol (0:1), E2 = etil aetat : etanol (1:0), E3= etil asetat : etanol (3 : 2), E4 = etil asetat : etanol (4 : 1); waktu ekstraksi : 5 jam (T1) dan 6 jam (T2), rasio pelarut dan gambir tetap yaitu 1:2. Pada produk katekin yang didapatkan dilakukan perhitungan rendemen, kadar katekin, kandungan unsur mineral logam dan non logam dengan uji XRF dan morfologi SEM EDX. Perlakuan optimal didapat pada perlakuan E3T2 dengan rendemen 74,86% dan kadar katekin 98,66%. Menurut uji XRF terdapat beberapa jenis unsur logam dan non logam yang lebih kompleks seperti Mg, Al, Si, P, Cl, K, Ca, Fe, Cu, Ag, S, Eu dan Cd, morfologi SEM menunjukkan bentuk partikel yang masih sama serta tidak teratur dengan ukuran partikel yang lebih kecil jika dibandingkan dengan ukuran partikel bahan baku gambir.

ABSTRACT

Keywords:

solvent ratio;
extraction;
catechin;
gambier

Gambir is a herbal plant that has many benefits, especially for pharmaceutical products, cosmetics, dyes and so on. The high content of catechin compounds in gambier is greatly influenced by the extraction process. The purpose of research was to see the effect of the solvent ratio of etanol and etyl acetat and extraction time on yield and characteristics of gambier catechin produced. The process of extraction using etanol and etyl acetat solvents, with combination ratio: E1 = ethyl acetate : etanol (0:1), E2 = ethyl acetate : etanol (1:0), E3 = ethyl acetate : ethanol (3: 2), E4 = ethyl acetate : ethanol (4: 1); extraction time is T1 (5 hours), T2 (6 hours), with constant ratio of solvent gambier to water (1:2). The product of catechins was calculated the yield, catechin content, testing of metal and non metals contents with XRF test and SEM EDX morphology. The best catechin products were obtained in E3T2 treatment with yield 74,86 % and catechin contents 98.66%. According to the XRF test there are some metals and non metals such as Mg, Al, Si, P, Cl, K, Ca, Fe, Cu, Ag, S, Eu dan Cd, SEM morphology shows, there are still the same shape and irregular with a smaller size compared to raw material Gambir.

1. Pendahuluan

Gambir banyak terdapat di Propinsi Sumatera Barat. Gambir digunakan untuk beberapa keperluan, seperti obat-obatan, makanan, dan cat atau zat warna (Failisnur et al., 2018, 2017; Labanni et al., 2019; Nurdin and Fitrimawati, 2018; Rauf et al., 2015; Rusydi et al., 2019; Zebua et al., 2018). Indonesia telah menjadi salah satu produsen gambir utama di dunia (Fauza, 2014). Kabupaten Limapuluh Kota, sebuah wilayah di Sumatera Barat, adalah pusat budidaya gambir dan memasok hampir 70% gambir dari Sumatera Barat (Rusydi et al., 2019).

Pengolahan gambir dilakukan melalui beberapa tahap, yaitu perebusan, pengepresan, pengendapan, pencetakan dan pengeringan. Namun proses produksi ini menghasilkan bahan baku gambir dengan kualitas rendah dan tidak terstandar. Beberapa faktor yang menyebabkan rendahnya kualitas gambir dihasilkan dari pengolahan tradisional adalah : 1) bahan baku: panen daun dan ranting dengan waktu panen berbeda, kerusakan daun karena hama dan penyakit dan menunda pemrosesan daun dan ranting setelah panen, 2) sumber daya manusia : kekurangan pengetahuan, kesadaran dan komitmen untuk mempertahankan kualitas gambir dan memprioritaskan kuantitas produksi, 3) lingkungan: adanya berbagai sumber pengotor dalam memproduksi seperti dari lantai dasar, area kompresi, reservoir getah, abu dan jelaga dari tungku dan area pengeringan, 4) fasilitas: fasilitas yang digunakan dalam memproduksi gambir tidak dapat menjamin tingkat pengotor yang rendah dalam gambir dan 5) metode kerja: metode tidak menghasilkan kualitas gambir yang tinggi (Andasuryani et al., 2014).

Penelitian pengeringan daun gambir dengan menggunakan metode konveksi menggunakan silika gel dan kipas angin telah dilakukan oleh (Hasibuan et al., 2020), mendapatkan bahwa terjadi penurunan kadar air yang cukup signifikan setelah daun gambir dikeringkan. Penelitian penentuan kandungan katekin gambir serta pengaruhnya terhadap kesehatan manusia (Andasuryani et al., 2014; Rauf et al., 2015), sedangkan pengolahan untuk mendapatkan katekin dipengaruhi oleh bahan baku (daun dan ranting tanaman gambir), peralatan ekstraksi, teknologi proses ekstraksi (suhu dan waktu) dan pengeringan hasil ekstrak (Damanik et al., 2014). Katekin yang diperoleh dengan memperkolasi ekstrak gambir menggunakan etil asetat, yang diperoleh sebanyak $92,48 \pm 0,28\%$, kemudian diformulasi menjadi tablet. Tablet katekin dicetak dengan metode kempa langsung dan disalut dengan penyalut polimer (Kurniatri et al., 2015).

Katekin merupakan senyawa polifenol yang tidak stabil terhadap pengaruh lingkungan (suhu, oksidasi) (Yeni et al., 2014b). Stabilitas katekin juga dipengaruhi oleh adanya logam yang terdapat dalam ekstrak seperti Fe (Cherrak et al., 2016). Logam dapat berasal dari peralatan dan caraproses yang kurang bersih. Katekin berpotensi sebagai antioksidan, antibakteri dan sebagai hormon (Marlinda, 2018). Pemberian isolat katekin gambir (*Uncaria gambier Roxb*) dapat meningkatkan kadar hormon testosteron dan jumlah spermatozoa tikus

rattus norvegicus jantan hiperglikemia (Sari et al., 2018).

Kandungan katekin dalam gambir merupakan karakteristik yang menentukan tingkat mutu. Hal ini disebabkan katekin merupakan substituen utama gambir dengan kebutuhan yang cukup banyak dalam industri dibandingkan tanin. Katekin dalam keadaan murni memberikan rasa manis, berbentuk kristal, berwarna putih sampai kekuningan, sedangkan tanin memiliki rasa sepat, berwarna coklat kemerahan sampai kehitaman. Untuk mendapatkan kadar katekin yang tinggi dapat dilakukan melalui proses ekstraksi ulang gambir. Teknologi proses dilakukan berdasarkan perbedaan sifat kelarutan antara katekin dan tanin dalam air. Katekin dalam keadaan murni sulit larut dalam air dingin, mudah larut dalam air panas, larut dalam alkohol dan etil asetat (Yeni et al., 2019).

Teknologi proses ekstraksi untuk mendapatkan katekin dengan kandungan yang diharapkan dapat dilakukan melalui ekstraksi lanjutan gambir hasil pencucian ulang dengan air (gambir murni). Penelitian peningkatan kemurnian katekin dari gambir murni sudah dilakukan, yaitu menggunakan kolom amberlit dengan campuran pelarut etanol dan etilasetat, tetapi katekin yang dihasilkan berwarna kurang cerah (Muchtari et al., 2008, Yeni et al., 2019, 2014a).

Kemampuan dan sifat pelarut dalam melarutkan senyawa flavonoid berbeda-beda, tergantung dari tingkat kepolaran pelarut dan senyawa yang diekstrak (Suryani et al., 2016). Teknologi proses produksi katekin sesuai spesifikasi katekin yang dibutuhkan, perlu dipilih pelarut yang mendekati kepolaran katekin. Pelarut etil asetat merupakan pelarut yang semi polar dengan tingkat kepolaran 4,4 sedangkan etanol merupakan pelarut polar dengan tingkat kepolaran 5,2. Berdasarkan hal tersebut di atas, telah dilakukan penelitian rasio pelarut etanol dan etil asetat dan waktu ekstraksi gambir. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui rasio jenis pelarut dan lama waktu yang optimal terhadap rendemen dan karakteristik katekin dan gambir yang didapatkan.

Pada penelitian ini dilakukan ekstraksi gambir secara maserasi dengan pengadukan dilanjutkan penyaringan, pemisahan pelarut dari ekstrak dilakukan dengan menggunakan rotary vakum evaporator pada suhu $50 \pm 5^\circ\text{C}$. Ekstrak diharapkan memiliki kandungan katekin yang tinggi sehingga dapat dimanfaatkan sebagai sediaan bahan baku dan kosmetik. Industri farmasi dan kosmetik berdasarkan persyaratan farmakope membutuhkan katekin dengan tingkat kemurnian besar dari 90%.

2. Metode

Penelitian dilakukan di Laboratorium proses untuk pembuatan produk dan pengujian produk di laboratorium Balai Riset dan Standardisasi Industri Padang, serta uji XRF, SEM EDX di Laboratorium Universitas Negeri Padang.

Bahan baku yang digunakan dalam proses ekstraksi adalah gambir murni yang diperoleh langsung dari petani gambir di daerah Pangkalan Kabupaten Limapuluh Kota Payakumbuh. Bahan proses yang digunakan adalah : etil asetat, etanol dan aquadest. Bahan kimia untuk analisis

produk, yaitu aquades, standar katekin, etil asetat, dan bahan-bahan kimia untuk pengujian. Peralatan yang digunakan untuk proses adalah vakum rotary evaporator, grinder, ayakan 100, dan peralatan ekstraksi.

2.1. Proses ekstraksi

Pelaksanaan proses ekstraksi dilakukan secara maserasi dengan menggunakan dua jenis pelarut yaitu etil asetat dan etanol, perbandingan gambir dengan pelarut 1:2, rasio pelarut, yaitu E1 = etil asetat : etanol (0 : 1), E2 = etil asetat : etanol (1 : 0), E3 = etil asetat : etanol (3 : 2), E4 = etil asetat : etanol (4 : 1); lama ekstraksi, yaitu T1 = 5 jam dan T2 = 6 jam. Selama proses ekstraksi, dilakukan pengadukan dengan kecepatan 500 rpm, wadah ditutup rapat dengan aluminium foil untuk menghindari penguapan pelarut selama proses ekstraksi, lalu didiamkan ± 1 jam (sehingga terpisah antara filtrat dan endapan), dilanjutkan dengan proses penyaringan filtrat menggunakan kertas saring. Filtrat yang diperoleh dilakukan pemisahan pelarut menggunakan vakum rotary evaporator pada suhu $50 \pm 5^\circ\text{C}$. Ekstrak diletakkan suhu ruang ($\pm 18\text{--}20^\circ\text{C}$), yang bertujuan untuk menghilangkan aroma pelarut yang tersisa untuk selanjutnya dilakukan proses penghalusan dan lolos ayakan 100 mesh, ekstrak kering kemudian di simpan pada kemasan botol gelap.

2.2. Karakteristik produk ekstraksi

Terhadap produk hasil ekstraksi dilakukan perhitungan rendemen ekstrak, pengujian kadar katekin, pengujian kandungan unsur logam dengan X-Ray Fluorescent (XRF) serta pengamatan morfologi Scanning Electron Microscopic (SEM) EDX.

3. Hasil dan pembahasan

3.1. Rendemen produk ekstraksi

Produk ekstraksi katekin yang didapat dilakukan perhitungan rendemen terhadap semua perlakuan. Hasil perhitungan rendemen yang didapatkan seperti tampak pada Tabel 1.

Tabel 1.
Rendemen produk ekstraksi

No.	Sampel	Rendemen (%)
1	E1T1	73,58
2	E1T2	76,57
3	E2T1	46,94
4	E2T2	56,1
5	E3T1	65,83
6	E3T2	74,89
7	E4T1	52,08
8	E4T2	70,56

Ket: Sampel E1T1 = etil asetat:etanol (0:1), waktu ekstraksi 5 jam, E1T2 = etil asetat:etanol (0:1) waktu ekstraksi 6 jam, E2T1 = etil asetat:etanol (1:0), waktu ekstraksi 5 jam, E2T2 = etil asetat:etanol (1:0), waktu ekstraksi 6 jam, E3T1 = etil asetat:etanol (3:2), waktu ekstraksi 5 jam, E3T2 = etil asetat:etanol (3:2), waktu ekstraksi 6 jam, E4T1 = etil asetat:etanol (4:1), waktu ekstraksi 5 jam, E4T2 = etil asetat:etanol (4:1), waktu ekstraksi 6 jam.

Pada Tabel 1, tampak bahwa hasil perhitungan rendemen produk ekstraksi katekin yang didapatkan cukup bervariasi. Hasil rendemen produk tertinggi di dapatkan pada perlakuan pemakaian pelarut etanol 100% pada waktu ekstraksi 6 jam (E1T2) yaitu 76,57%, sedangkan rendemen produk paling sedikit didapatkan pada perlakuan pemakaian pelarut etil asetat 100% pada waktu ekstraksi 5 jam (E2T1) dengan nilai 46,94%. Sedangkan jika dilihat dari rasio campuran pelarut maka rendemen tertinggi didapatkan pada perlakuan E3T2 yaitu 74,89%. Terjadinya perbedaan rendemen yang didapatkan ini dikarenakan pelarut etanol merupakan pelarut polar yang dapat melarutkan hampir seluruh senyawa aktif yang terdapat pada bahan baik itu katekin dan senyawa aktif lainnya selain katekin.

Sifat polaritas pelarut berpengaruh terhadap kecepatan ekstraksi, jenis dan jumlah senyawa aktif yang dapat diekstrak. Senyawa yang memiliki kepolaran yang mirip dengan kepolaran pelarut akan terekstrak, sedangkan senyawa yang kepolarannya berbeda dengan kepolaran pelarut tidak akan terekstrak (Kassim et al., 2011). Menurut (Yeni et al., 2017), untuk mengekstrak senyawa aktif faktor penting adalah penggunaan pelarut yang memiliki kepolaran sesuai dengan kepolaran senyawa yang akan diekstrak.

3.2. Analisis kadar katekin produk ekstraksi

Hasil perhitungan kadar katekin produk dapat dilihat pada Gambar 1. Kadar katekin produk berkisar dari 92,42%-98,66%. Nilai katekin paling tinggi terdapat pada perlakuan pemakaian pelarut etil asetat (3) : etanol (2) lama waktu ekstraksi 6 jam (E3T2) dan nilai katekin terendah pada perlakuan pemakaian pelarut etanol 100%, lama waktu ekstraksi 6 jam (E1T2). Bila dibandingkan dengan kadar katekin dari bahan baku gambir murni yaitu 95,18% yang digunakan, dapat dilihat bahwa untuk beberapa perlakuan terjadi penurunan dan juga terjadi peningkatan pada perlakuan proses ekstraksi lainnya.

Menurut penelitian (Kurniatri et al., 2019), melakukan karakterisasi isolat katekin dari ekstraksi gambir dengan menggunakan metode perkolasi. Isolat katekin murni diperoleh menggunakan metode kromatografi cair vakum (KCV) dengan serangkaian gradien pelarut heksana dan etil asetat. Pemurnian katekin dimonitor menggunakan metode kromatografi lapis tipis (KLT) dengan eluen kloroform : etil asetat : asam format (5:4:1), kemudian diidentifikasi menggunakan High Performance Liquid Chromatography (HPLC), spektroskopi Nuclear Magnetic Resonance (NMR), dan Liquid Chromatography-Mass Spectroscopy (LCMS). Kemurnian isolat katekin yang didapatkan $99,80\% \pm 0,132$.

Perbedaan kadar katekin hasil ekstrak disebabkan rasio pelarut yang digunakan berbeda demikian juga dengan tingkat kepolarannya. Etanol merupakan pelarut polar dimana etanol larut dalam air dan pelarut organik lainnya sehingga dapat melarutkan komponen yang mudah larut dalam air. Sifat-sifat fisika etanol utamanya dipengaruhi oleh keberadaan gugus hidroksil dan pendeknya rantai karbon etanol (Suarsa et al., 2011). Pelarut etil asetat merupakan pelarut yang semi polar

dengan tingkat kepolaran 4,4 sedangkan etanol merupakan pelarut polar dengan tingkat kepolaran 5,2. Untuk mengekstrak senyawa aktif faktor penting adalah penggunaan pelarut yang memiliki kepolaran sesuai dengan kepolaran senyawa yang akan diekstrak. Penggunaan pelarut dalam mengekstrak senyawa fenolik memberikan perbedaan hasil baik secara kualitatif maupun kuantitatif (Rauf et al., 2015; Yeni et al., 2014b; Zebua et al., 2018).

Gambar 1. Hasil uji kadar katekin produk ekstraksi

Ket: Sampel E1T1 = etil asetat:etanol (0:1), waktu ekstraksi 5 jam, E1T2 = etil asetat:etanol (0:1) waktu ekstraksi 6 jam, E2T1 = etil asetat:etanol (1:0), waktu ekstraksi 5 jam, E2T2 = etil asetat:etanol (1:0), waktu ekstraksi 6 jam, E3T1 = etil asetat:etanol (3:2), waktu ekstraksi 5 jam, E3T2 = etil asetat:etanol (3:2), waktu ekstraksi 6 jam, E4T1 = etil asetat:etanol (4:1), waktu ekstraksi 5 jam, E4T2 = etil asetat:etanol (4:1), waktu ekstraksi 6 jam.

Teknologi proses ekstraksi katekin yang sesuai spesifikasi katekin yang dibutuhkan perlu dipilih pelarut yang mendekati kepolaran katekin dengan cara dan proses yang efisien dengan menggunakan rasio campuran pelarut etil asetat dengan etanol (3: 2) dengan waktu ekstraksi (E3T2) yang lebih lama memberikan hasil yang optimal, dimana dengan perbandingan campuran tersebut (kombinasi pelarut semi polar dan polar) lebih mendekati sifat-sifat kepolaran dari katekin gambir, sehingga katekin lebih terlarut sempurna dengan tingkat kemurnian yang lebih tinggi. Hal ini juga menunjukkan bahwa kelarutan katekin terbanyak tidak selalu terdapat dalam ekstrak polar, namun tergantung dari struktur senyawa katekin yang dijumpai. Dalam penelitian ini diduga komponen katekin yang terdapat dalam ekstrak gambir dengan kisaran polaritas dari semi polar sampai polar. mampu mengekstraksi katekin dari bahan dengan efektif. Namun apabila dilihat dari perbandingan waktu ekstraksi yang digunakan tampak bahwa tidak selalu dengan waktu yang lebih lama menghasilkan kadar katekin yang lebih tinggi seperti tampak pada gambar 3 diatas, seperti waktu ekstraksi 6 jam (T2) untuk perlakuan E1T2 dan E4T2 menghasilkan kadar katekin yang lebih rendah daripada waktu ekstraksi selama 5 jam (T1).

Menurut (Yeni et al., 2017), hasil ekstraksi lanjut gambir murni menunjukkan terjadi peningkatan kadar katekin untuk pemakaian kombinasi pelarut etil asetat dengan etanol, tetapi jika digunakan hanya satu pelarut saja, etil asetat menghasilkan kadar katekin lebih tinggi dibandingkan pelarut etanol. Sedangkan menurut

(Kurniatri et al., 2019), pelarut yang kepolarannya mendekati kepolaran air seperti metanol, alkohol, eter, atau aseton dapat digunakan untuk melarutkan katekin. Demikian pula dengan pelarut jenis semi polar seperti etil asetat dan kloroform, pelarut jenis ini masih dapat melarutkan katekin dengan baik. Senyawa yang diduga bukan katekin tidak akan larut

3.3. Analisis XRF produk ekstraksi

Proses ekstraksi gambir diharapkan dapat menghasilkan produk katekin berkualitas tinggi yang memenuhi persyaratan mutu yang ditetapkan untuk sediaan kosmetik. Salah satu persyaratan yang harus dipenuhi adalah batas kandungan maksimum dari elemen logam berat dan mikro elemen yang terkandung di dalamnya. Elemen-elemen tersebut dapat berasal dari bahan mentah daun gambir atau didapat selama proses pengolahan daun gambir menjadi katekin.

Hasil ekstraksi dianalisis dengan XRF dan elemen yang terdeteksi di dalam sampel dari produk ekstraksi menghasilkan katekin dengan kandungan unsur logam antara lain Mg, Al, Si, K, Ca, Fe, Cu, Ag, Eu dan Cd dan non logam yaitu P, S, Cl, dengan persentase yang seperti tampak pada Gambar 2. Dari gambar juga tampak beberapa unsur non logam yang sangat tinggi yaitu unsur S dalam bentuk senyawa oksida SO_3 yang terdapat pada perlakuan E2T2 dengan nilai 39,535% dan E2T1 dengan nilai 37,718% tapi tidak terdapat pada perlakuan lainnya, dalam hal ini bahwa unsur S larut baik pada pelarut etil asetat yang bersifat semi polar dengan tingkat kepolaran 4,4.

Selain unsur S, terdapat juga unsur tinggi yaitu unsur P dalam bentuk senyawa oksida P_2O_5 yang terdapat pada perlakuan E3T2 dengan nilai 37,129%, diikuti oleh perlakuan E2T2, E3T1 dan E4T2. Unsur logam yang tinggi termasuk non logam yang terdeteksi dengan menggunakan uji XRF adalah unsur Mg, Ca, Al, Si, Cl, namun elemen tersebut merupakan elemen mayor yang diperlukan oleh tubuh.

Terdapatnya perbedaan kandungan unsur logam seperti pada Gambar 2, menunjukkan bahwa proses ekstraksi dengan menggunakan rasio jenis pelarut dengan menggunakan campuran pelarut menyebabkan kelarutan unsur logam yang berbeda-beda tergantung tingkat kepolaran dari campuran pelarut yang sesuai dengan kepolaran unsur logam. Kandungan unsur logam yang memiliki sifat polar sehingga akan lebih mudah terekstraksi oleh pelarut polar ethanol (E1) daripada pelarut semipolar etil asetat (E2). Dari uji XRF yang didapatkan tampak bahwa ada beberapa unsur logam yang larut baik pada campuran pelarut etanol dan etil asetat, dan ada yang hanya larut baik pada satu jenis pelarut saja, seperti unsur S yang termasuk non logam pada perlakuan E2T2 dan E2T1.

Logam berat yang utama adalah Pb, Cd, Hg, Cr, Cu, Mn, Ni, Zn, dan Ag. Logam berat yang terdeteksi pada produk ekstraksi adalah Cu, Ag dan Cd. Kandungan logam tembaga (Cu) sebenarnya dibutuhkan oleh tubuh, tapi tidak dalam dosis yang tinggi. Kandungan unsur Fe juga terdapat pada produk hasil ekstraksi. Terdapatnya kandungan Fe pada ekstrak kemungkinan tercemar dari peralatan dalam proses pengolahan (pemotongan

maupun pengempaan). Menurut (Yeni et al., 2017), kandungan logam Fe dan Cu yang terdapat pada gambir, menunjukkan bahwa proses dan peralatan pengolah yang digunakan. Kontaminasi dapat terjadi jika proses ekstraksi tanaman gambir menggunakan peralatan dari besi akan mempengaruhi kadar Fe yang tinggi, sedangkan jika peralatan proses menggunakan

aluminium memiliki kandungan Cu yang tinggi. Namun, walaupun demikian kandungan Fe yang tinggi pada gambir memiliki keuntungan jika gambir digunakan sebagai pewarna, karena gambir dengan kandungan Fe tinggi dapat menimbulkan warna (Failisnur and Sofyan, 2014; Muchtar et al., 2014).

Gambar 2. Data komposisi unsur logam dan non logam penyusun produk ekstraksi menurut uji XRF

Ket: Sampel E1T1 = etil asetat:etanol (0:1), waktu ekstraksi 5 jam, E1T2 = etil asetat:etanol (0:1) waktu ekstraksi 6 jam, E2T1 = etil asetat:etanol (1:0), waktu ekstraksi 5 jam, E2T2 = etil asetat:etanol (1:0), waktu ekstraksi 6 jam, E3T1 = etil asetat:etanol (3:2), waktu ekstraksi 5 jam, E3T2 = etil asetat:etanol (3:2), waktu ekstraksi 6 jam, E4T1 = etil asetat:etanol (4:1), waktu ekstraksi 5 jam, E4T2 = etil asetat:etanol (4:1), waktu ekstraksi 6 jam.

Berdasarkan Peraturan Kepala Badan POM RI Nomor HK.03.1.23.07. 11.6662 Tahun 2011 tentang persyaratan cemaran mikroba dan logam berat dalam kosmetika dipersyaratkan batas maksimum cemara arsen (As) adalah 5 ppm, merkuri (Hg) 20 ppm dan timbal (Pb) 5 ppm (Muchtar et al., 2014). Elemen logam berat yang terdapat pada katekin berhubungan dengan kadar abu total yang menggambarkan kandungan mineral ekstrak, utamanya logam berat karena pemanasan di atas 600°C tidak menghilangkan logam berat (Kurniatri et al., 2015).

3.4. Morfologi produk menurut uji SEM

Pengamatan morfologi SEM dilakukan pada gambir sebagai bahan baku dan juga pada produk hasil ekstraksi terhadap tiga (3) perlakuan yang mengandung kadar katekin tertinggi yaitu perlakuan E2T1 (Gambar 4), E3T2 (Gambar 5) dan perlakuan E4T1 (Gambar 6), secara berturut-turut tampak pada gambar di bawah ini. Hasil pengamatan bahan baku dan produk ekstraksi katekin menggunakan SEM EDX (Gambar 3) menghasilkan perubahan bentuk partikel yang tidak terlalu berbeda, tetapi menghasilkan ukuran partikel yang berbeda. Perlakuan ekstraksi menghasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dibandingkan bahan baku.

Gambar 3. Struktur partikel bahan baku gambir hasil foto SEM perbesaran 3000x

Dari Gambar 3, terlihat bahwa untuk ukuran bahan baku gambir berkisar pada 4,693nm-4,885μm. Bila dilihat bentuk dari partikel bahan baku gambir tampak bahwa bentuk partikelnya sebagian seperti pecahan silinder dengan rentangan ukuran seperti di atas. Pada Gambar 4 tampak bahwa ukuran partikel gambir berkisar diantara 1,229 μm - 7,519 μm dengan bentuk partikel

yang tersebar tidak beraturan. Partikel juga terlihat memiliki bentuk yang tidak seragam, dan bila kita bandingkan dengan bahan baku gambir ukuran partikel untuk perlakuan E2T1 memiliki rata-rata kisaran ukuran yang lebih besar.

Gambar 4. Struktur partikel perlakuan E2T1 katekin gambir hasil foto SEM perbesaran 3000x

Gambar 5. Struktur partikel perlakuan E3T2 katekin gambir hasil foto SEM perbesaran 3000x

Gambar 6. Struktur partikel perlakuan E4T1 katekin gambir hasil foto SEM perbesaran 3000x

Produk hasil ekstraksi (Gambar 4 dan 5) secara umum memiliki ukuran lebih kecil jika dibandingkan dengan ukuran partikel bahan baku, walaupun bentuk partikel katekin yang dihasilkan tidak terlalu berbeda. Namun apabila dilihat dari sebaran ukuran partikel dari

pengamatan morfologi SEM ini tampak bahwa sebaran partikel dari bahan baku pada perbesaran 3000 kali, ukuran yang sama lebih merata jika dibandingkan dengan produk katekin hasil ekstraksi.

Pada katekin produk hasil ekstraksi perlakuan E2T1 (Gambar 4) perbesaran 3000 kali terdapat sebaran partikel lebih banyak yang berukuran kecil dan rapat dibandingkan yang berukuran besar. Berbeda halnya dengan yang tampak pada perlakuan E3T2 dan E4T1 (Gambar 5 dan 6) pada perbesaran yang sama, terlihat bahwa partikel yang berukuran kecil lebih sedikit dengan bentuk yang lebih teratur atau seragam. Menurut (Ningsih et al., 2017), terjadi bentuk nano partikel yang tidak seragam pada bahan sewaktu dilakukan proses ekstraksi dapat disebabkan oleh pH bahan. Jika pH bahan lebih tinggi akan menyebabkan ikatan ionik semakin rendah dan mengakibatkan kecenderungan untuk beraglomerasi membentuk agregat partikel yang lebih besar sehingga ukuran partikel menjadi lebih besar. Namun selain pH peningkatan ukuran nano partikel suatu bahan juga dipengaruhi oleh volume dan kecepatan pengadukan sewaktu proses ekstraksi dilakukan.

3.2 Kesimpulan

Proses ekstraksi gambir menunjukkan bahwa rasio pemakaian jenis pelarut dan waktu ekstraksi berpengaruh pada rendemen, kandungan logam, uji XRF katekin yang didapatkan, ukuran partikel uji SEM, namun tidak terlalu berbeda pada pengamatan morfologinya. Pemakaian rasio campuran pelarut etanol dan etil asetat menghasilkan produk katekin dengan tingkat kemurnian yang tinggi. Perlakuan proses ekstraksi menggunakan rasio pelarut etil asetat : etanol (3:2) dan waktu ekstraksi 6 jam (E3T2) adalah perlakuan optimal, menghasilkan kadar katekin 98,66%, rendemen 74,89%, mengandung beberapa unsur mineral logam dan ukuran partikel yang lebih kecil serta bentuk morfologi yang hampir sama dengan bahan baku gambir.

Ucapan terima kasih

Terima kasih disampaikan kepada Tri Wahyuningsih dan Elya Rovina yang telah banyak memberikan sumbang saran dan membantu kegiatan penelitian ini sehingga berjalan dengan baik dan lancar.

Daftar pustaka

- Andasuryani, A., Purwanto, Y.A., Budiastira, I.W., Syamsu, K., 2014. Determination of catechin content in gambir powder from dried gambir leaves quickly using FT NIR PLS model. *Int. J. Adv. Sci. Eng. Information Technol.* 4, 1–5.
- Cherrak, S.A., Mokhtari-soulimane, N., Berroukeche, F., Merzouk, H., Elhabiri, M., Bensenane, B., 2016. In vitro antioxidant versus metal ion chelating properties of flavonoids: A Structure-Activity Investigation. *POLS ONE* 1–21. <https://doi.org/10.1371/journal.pone.0165575>
- Damanik, D.D.P., Surbakti, N., Hasibuan, R., 2014. Ekstraksi katekin dari daun gambir (*Uncaria gambir roxb*) dengan metode maserasi. *J. Tek. Kim. USU* 3,

- 10–14.
- Failisnur, F., Sofyan, S., 2014. Sifat tahan luntur dan intensitas warna kain sutera dengan pewarna alam gambir (J. Litbang Indsutri 4, 1–8. <https://doi.org/10.24960/jli.v4i1.634.1-8>
- Failisnur, F., Sofyan, S., Hermianti, W., 2017. Pemanfaatan limbah cair pegempaan gambir untuk pewarnaan batik. J. Litbang Ind. 7, 19–28. <https://doi.org/10.24960/jli.v7i1.2695.19-28>
- Failisnur, F., Sofyan, S., Kasim, A., Angraini, T., 2018. Study of cotton fabric dyeing process with some mordant methods by using gambier (Uncaria gambir Roxb) extract. Internatinoal J. Adv. Sci. Eng. Infomation Technolgy 8, 1098–1104.
- Fauza, H., 2014. Gambier: Indonesia Leading Commodities in The Past. Internatinoal J. Adv. Sci. Eng. Infomation Technolgy 4, 67–72.
- Hasibuan, R., Manurung, R., Alva, S., Anggraini, R., Sunda, R., 2020. The Study of drying kinetics of Uncaria Gambir Roxb leaves applying convective desiccant drying. Int. J. Adv. Sicience Technol. 29, 739–749.
- Kassim, M.J., Hussin, M.H., Achmad, A., Dahon, N.H., Suan, T.K., Hamdan, H.S., 2011. Determination of total phenol, condensed tannin and flavonoid contents and antioxidant activity of Uncaria gambir extracts. J. Chem. Inf. Model. 22, 50–59. <https://doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>
- Kurniatri, A.A., Adelina, R., Setyorini, H.A., Sulistyowati, I., 2015. Formulasi tablet salut selaput katekin dari ekstrak gambir (Uncaria gambir Roxb.). J. Kefarmasian Indones. 5, 83–89.
- Kurniatri, A.A., Sulistyaningrum, N., Rustanti, L., 2019. Purifikasi katekin dari ekstrak Gambir Media Litbangkes 29, 153–160.
- Labanni, A., Zulhadjri, Z., Handayani, D., Arief, S., 2019. Uncaria gambir Roxb. mediated green synthesis of silver nanoparticles using diethanolamine as capping agent Uncaria gambir Roxb. mediated green synthesis of silver nanoparticles using diethanolamine as capping agent. IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 299, 1–6. <https://doi.org/10.1088/1757-899X/299/1/012067>
- Marlinda, 2018. Identifikasi kadar katekin pada gambir (Uncaria Gambier Roxb). J. Optim. 4, 47–53.
- Muchtar, H., Anova, I.T., Ardinal, 2014. Pengaruh penggunaan senyawa pengomplek dan bahan tambahan terhadap mutu tinta pemilu dari ekstrak gambir (J. Litbang Ind. 4, 89–96. <https://doi.org/10.24960/jli.v4i2.641.89-96>
- Muchtar, H., Yusmeiarti, Y., Yeni, G., 2008. Pengaruh jenis absorban dalam proses isolasi katechin gambir. J. Ris. Ind. 2, 14–23.
- Ningsih, N., Yasni, S., Yuliani, S., 2017. Sintesis nanopartikel ekstrak kulit manggis merah dan kajian sifat fungsional produk eknkapsulasinya. J. Teknol. dan Ind. Pangan 28, 27–35. <https://doi.org/10.6066/jtip.2017.28.1.27>
- Nurdin, E., Fitrimawati, 2018. The effect of the gambir (Uncaria gambir (Hunt.) Roxb .) leaves waste and white turmeric (Curcuma zedoaria) for the productivity , antioxidant content and mastitis condition of the fries holland dairy cows. IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci. 119, 0–7.
- Rauf, A., Rahmawaty, Siregar, A.Z., 2015. The condition of Uncaria gambir Roxb . as oOne of important medicinal plants in North Sumatra Indonesia. Procedia Chem. 14, 3–10. <https://doi.org/10.1016/j.proche.2015.03.002>
- Rusydi, M.I., Anandika, A., Rahmadya, B., Fahmy, K., Rusydi, A., 2019. Implementation of grading method for gambier leaves based on combination of area , perimeter , and image intensity using backpropagation artificial neural network. Electronics 8, 1–19. <https://doi.org/10.3390/electronics8111308>
- Sari, R.M., Rita, R.S., Anas, E., 2018. Pengaruh pemberian isolat katekin gambir (Uncaria gambir Roxb) dan jumlah spermatozoa tikus Rattus Norvegicus jantan hiperglikemia. J. Kesehat. Andalas 7, 6–9.
- Suarsa, I.W., Suarya, P., Kurniawati, I., 2011. Optimasi jenis pelarut dalam ekstraksi zat warna alam dari batang pisang kepok (Musa paradisiaca L. cv kepok) dan batang pisang susu (Musa paradisiaca L.cv susu). J. Kim. 5, 72–80.
- Suryani, N.C., Permana, D.G.M., Jambe, A.A.G.N.A., 2016. Pengaruh jenis pelarut terhadap kandungan total flavonoid dan aktivitas antioksidan ekstrak dauan Matoa (Pometia pinnata). J. Ilmu dan Teknol. Pangan 1–10.
- Yeni, G., Sa'id, E.G., Syamsu, K., Mardliyati, E., 2014a. Penentuan kondisi terbaik ekstraksi antioksidan dari gambir menggunakan metode permukaan respon. J. Litbang Indsutri 4, 39–48. <https://doi.org/10.24960/jli.v4i1.637.39-48>
- Yeni, G., Silfia, S., Diza, Y.H., 2019. Pengaruh jenis pelarut dan kecepatan homogenizer terhadap karakteristik partikel gambir. J. Litbang Ind. 9, 9–14. <https://doi.org/10.24960/jli.v9i1.5227.9-14>
- Yeni, G., Syamsu, K., Mardliyati, E., Muchtar, H., 2017. Penentuan teknologi proses pembuatan gambir murni dan katekin terstandar dari gambir asalan. J. Litbang Indsutri 7, 1–10. <https://doi.org/10.24960/jli.v7i1.2846.1-10>
- Yeni, G., Syamsu, K., Suparno, O., Mardliyati, E., Muchtar, H., 2014b. Repeated extraction process of raw gambiers (Uncaria gambier Robx.) for the catechin production as an antioxidant. Int. J. Appl. Eng. Res. 9, 24565–24578.
- Zebua, E., Silalahi, J., Julianti, E., 2018. Hypoglycemic activity of gambier (Uncaria gambir roxb.) drinks in alloxan-induced mice Hypoglycemic activity of gambier (Uncaria gambir roxb.) drinks in alloxan-induced mice. IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci. 122, 0–8. <https://doi.org/10.1088/17551315/122/1/012088>