

Uji Aktivitas antioksidan dan Analisis Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) Fraksi Etil Asetat Daun Purun Tikus (*Eleocharis dulcis*)

Ridhana Fitriani, Kholifatu Rosyidah*, Tafiqur Rohman

Program Studi Kimia, FMIPA, Universitas Lambung Mangkurat, Jl. Ahmad Yani Km 36 Banjarbaru 70714 Kalimantan Selatan

*Penulis korespondensi: krosyidah@ulm.ac.id

DOI: <https://doi.org/10.24198/cna.v8.n3.32204>

Abstrak: Salah satu tumbuhan yang banyak terdapat di lahan rawa Kalimantan Selatan yaitu purun tikus (*E. dulcis*). Penelitian ini bertujuan untuk menentukan nilai IC_{50} dari uji aktivitas antioksidan fraksi etil asetat daun purun tikus (*E. dulcis*) dan kandungan senyawa. Proses ekstraksi menggunakan pelarut metanol selanjutnya dipartisi dengan pelarut n-heksana dan etil asetat. Fraksi etil asetat yang diperoleh sebesar 22,18%. Nilai IC_{50} fraksi etil asetat sebesar 55,64 ppm sedangkan nilai IC_{50} dari pembandingan vitamin C sebesar 7,07 ppm. Berdasarkan gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) diketahui bahwa fraksi etil asetat terdapat tiga senyawa utama yaitu senyawa metil 14-metil pentadekanoat, mentol, *p-metil* benzaldehida.

Kata kunci: antioksidan, *Eleocharis dulcis*, fraksi etil asetat, IC_{50} , GC-MS

Abstract: One of the plants which have a potential of antioxidant activity is purun tikus (*E. dulcis*). This study aimed to determine the IC_{50} value of the antioxidant activity test of ethyl acetate fraction from purun tikus leaves (*E. dulcis*) and determine its compounds. A process of maceration extraction using methanol solution then was partitioned using n-hexane and ethyl acetate solution. The result of maceration using methanol and ethyl acetate solution was obtained a yield of 12.52% and 22.18% respectively. IC_{50} value of ethyl acetate fraction is 55.64 ppm and IC_{50} value of vitamin C as a comparison is 7.07 ppm. Based on gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS), three main compounds of ethyl acetate fraction are methyl 14-methyl pentadecanoic, menthol, *p-methyl* benzaldehyde.

Keywords: antioxidant, *Eleocharis dulcis*, ethyl acetate fraction, IC_{50} , GC-MS

PENDAHULUAN

Purun tikus termasuk ke dalam jenis teki. Purun tikus sangat banyak tersebar di daerah terbuka atau lahan yang tergenang air (Flach Rumawas, 1996). Purun tikus banyak tumbuh di tanah gambut dan tahan terhadap kemasaman tanah tinggi (Noor, 2004).

Purun tikus selama ini dimanfaatkan masyarakat untuk pembuatan kerajinan. Bahan purun tikus digemari karena sifatnya yang awet dengan kandungan lignin dan kandungan selulosa yang cukup tinggi (Sunardi & Istikowati, 2012). Adapun umbinya dimanfaatkan sebagai sayuran mentah maupun dimasak (Asikin & Thamrin 2012).

Zhan *et al.* (2016) telah melakukan analisis antioksidan pada kulit umbi purun tikus yang diketahui memiliki senyawa fenolik serta bersifat antioksidan dan anti kanker dengan nilai IC_{50} berturut-turut dari ekstrak flavonoid (2.550 ppm), fraksi etil asetat (360 ppm), fraksi butanol (1.680

ppm), dan fraksi air (3.680 ppm). Senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam ekstrak metanol daun purun tikus yaitu golongan fenolik, flavonoid, tanin, dan terpenoid. Uji aktivitas antioksidan daun purun tikus fraksi metanol tergolong kuat dengan nilai IC_{50} sebesar 58,58 ppm. (Rosyidah *et al.*, 2018).

Fraksi etil asetat umbi purun tikus menurut Zhan *et al.* (2016) adalah fraksi paling aktif sebagai antioksidan. Sehingga pada penelitian ini akan diuji aktivitas antioksidan fraksi etil asetat daun purun tikus serta kandungan senyawa menggunakan GC-MS.

BAHAN DAN METODE

Alat dan Bahan

Alat yang digunakan yaitu satu set alat destilasi, rotary vakum evaporator, neraca (Ohaus model galaxy TM 160), corong pisah, pengaduk magnet, spektrofotometer UV-Vis (Genesys 10S), GC-MS (QP2010S Shimadzu). Bahan-bahan yaitu daun purun

tikus (*Eleocharis dulcis*), pelarut metanol, n-heksana, etil asetat, asam askorbat dan DPPH (Aldrich), kertas saring whatman no 1, dan alumunium foil.

Pembuatan Fraksi Etil Asetat

Daun purun tikus dikeringanginkan, dipotong kecil-kecil kemudian dihaluskan sampai terbentuk serbuk kasar. Serbuk kasar direndam sebanyak 200 gram dalam pelarut metanol selama 1×24 jam. Ekstrak metanol difraksinasi dengan pelarut heksana, yang selanjutnya dipartisi kembali dengan pelarut etil asetat menggunakan corong pisah dengan beberapa kali pengulangan sampai fraksi etil asetat jernih. Penguapan fraksi etil asetat dilakukan hingga diperoleh ekstrak kental menggunakan rotary evaporator.

Panjang Gelombang Maksimum DPPH (Ikhlas, 2013)

Panjang gelombang maksimum diukur pada rentang 400-800 nm. Memasukkan 2 ml larutan DPPH 0,15 mM dan 2 ml metanol p.a dan dicampurkan ke dalam tabung, dihomogenisasi dengan menggunakan vortex, didiamkan selama 30 menit.

Pengukuran Absorbansi Larutan Perbandingan

Larutan perbandingan vitamin C variasi konsentrasi 5, 6, 7, 8, 9 dan 10 ppm diambil sebanyak 2 mL dari masing-masing konsentrasi ditambahkan 2 ml larutan DPPH. Campuran selanjutnya dihomogenisasi menggunakan vortex. Panjang gelombang maksimum diukur setelah proses inkubasi.

Pengukuran Absorbansi Ekstrak

Larutan uji fraksi etil asetat *Eleocharis dulcis* dengan variasi konsentrasi 30, 35, 40, 45, 50 dan 55 ppm diambil sebanyak 2 mL dan ditambahkan 2 ml larutan DPPH. Campuran lalu dihomogenisasi menggunakan vortex. Panjang gelombang maksimum diukur setelah proses inkubasi.

Penentuan Persen Inhibisi (Ghosal & Mandal, 2012)

Aktifitas penghambatan radikal dapat dihitung dengan rumus sesuai persamaan (1).

$$\%inhibisi = \frac{A_0 - A_1}{A_1} \times 100\% \dots (1)$$

dengan:

A_0 = absorbansi DPPH + etanol (kontrol)

A_1 = absorbansi DPPH + sampel (sampel)

Penentuan nilai hambat radikal bebas (*Inhibitory Concentration*)

Nilai IC_{50} didapatkan dari hasil perhitungan regresi linier dengan membuat grafik persamaan hubungan antara konsentrasi dengan persen inhibisi (Ikhlas, 2013).

Analisis GC-MS

Ekstrak kental daun purun tikus diambil 10 μ l dilarutkan dengan 240 μ l metanol, diinjeksikan ke dalam sistem GC-MS (Prakash et al., 2010). Identifikasi senyawa dilakukan dengan menggunakan software Wiley/NIST Library.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Fraksi Etil Asetat

Ekstrak metanol sebanyak 25,03 gram dilarutkan dengan metanol sebanyak 50 ml kemudian dipartisi dengan pelarut *n*-heksana sebanyak 25 ml menggunakan corong pisah dengan tiga kali pengulangan. Pelarut *n*-heksana digunakan karena diharapkan dapat mengambil senyawa-senyawa non polar seperti klorofil, resin, dan lemak. Hasil partisi berupa fraksi *n*-heksana dan fraksi metanol sisa. Fraksi metanol sisa selanjutnya dipartisi kembali dengan etil asetat untuk mengambil senyawa semipolar seperti alkaloid, terpenoid/steroid, komponen fenolik, minyak atsiri dan flavonoid (Harborne, 1987). Rendemen yang dihasilkan dari partisi menggunakan pelarut etil asetat sebanyak 25 ml dengan tiga kali pengulangan partisi sebesar 22,18%.

Penentuan Panjang Gelombang Maksimum

Panjang gelombang maksimum DPPH pada pengukuran yaitu 518 nm Prakash (2007) menyebutkan radikal DPPH menghasilkan serapan maksimum pada rentang panjang gelombang 515-520 nm.



(A)



(B)

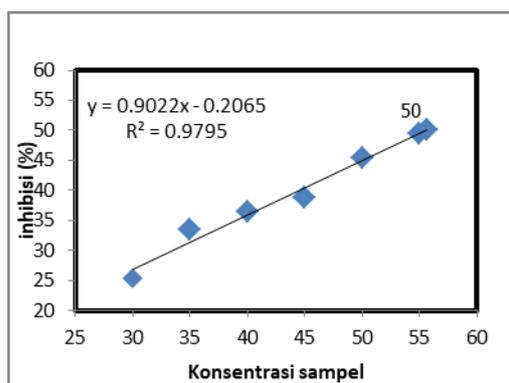
Gambar 1. (A) perubahan warna larutan uji vitamin C dan (B) perubahan larutan uji ekstrak fraksi etil asetat

Tabel 1. Uji Antioksidan Fraksi Etil Asetat Daun Purun Tikus

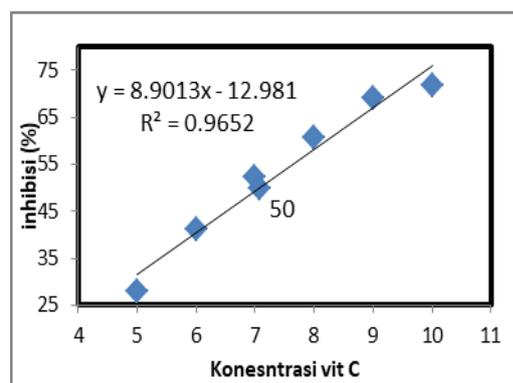
Konsentrasi fraksi etil asetat (ppm)	A _{kontrol}	A _{sampel}	% inhibisi
30	0,725	0,541	25,380
35		0,482	33,517
40		0,461	36,414
45		0,444	38,758
50		0,396	45,380
55		0,367	49,380

Tabel 2. Uji Antioksidan terhadap Vitamin C

Konsentrasi Vitamin C (ppm)	A _{kontrol}	A _{sampel}	% inhibisi
5	0,725	0,523	27,862
6		0,427	41,103
7		0,346	52,276
8		0,286	60,552
9		0,224	69,103
10		0,205	71,724



(A)



(B)

Gambar 2. (A) Grafik hubungan konsentrasi dan persen inhibisi pada fraksi etilasetat dan (B) Grafik hubungan konsentrasi dan persen inhibisi pada pembanding vitamin C.**Analisis Aktivitas Antioksidan Sampel Uji**

Pengukuran aktivitas antioksidan menggunakan berbagai variasi konsentrasi yaitu 30, 35, 40, 45, 50 dan 55 ppm dengan pembanding berupa vitamin C dengan variasi konsentrasi 5, 6, 7, 8, 9, dan 10 ppm. Sampel yang diuji aktivitas antioksidannya yaitu fraksi etil asetat. Pengujian menggunakan instrumen UV-VIS diukur pada panjang gelombang maksimum yang diperoleh dengan waktu inkubasi 30 menit. Penurunan absorbansi dapat diamati dari warna DPPH dari ungu pekat menjadi ungu muda, hal ini menunjukkan bahwa sampel mengandung senyawa yang dapat meredam radikal DPPH (Gambar 1).

Nilai persentase penghambatan DPPH dari hasil penurunan absorbansi yang didapat kemudian

persentase inhibisi dihitung sesuai dengan persamaan (1). Tabel penurunan absorbansi DPPH dapat dilihat pada Tabel 1 dan Tabel 2.

Hasil Analisis Nilai IC₅₀ (Inhibitory Concentration)

Penghambatan 50% radikal DPPH dari senyawa antioksidan dihitung sebagai nilai IC₅₀. Setelah diperoleh regresi linear nilai IC₅₀ dapat dihitung dengan mengganti y dengan 50 pada persamaan tersebut. Semakin kecil nilai IC₅₀ menunjukkan semakin kuat aktivitas antioksidannya (Wahyuni, 2015). Grafik hasil uji ekstrak fraksi etil asetat dan vitamin C dapat dilihat pada Gambar 2(A) dan Gambar 2(B). Hasil perhitungan berdasarkan regresi linear di tunjukkan pada Tabel 3.

Tabel 3. Hasil IC₅₀ yang diperoleh dari sampel uji dan vitamin C

Larutan Uji	Persamaan Regresi	Koefisien korelasi	IC ₅₀ (ppm)
Fraksi etil asetat	$y = 0,902x - 0,225$	0,9729	55,68
Vitamin C	$y = 8,902x - 12,99$	0,9649	7,07

Tabel 4. Senyawa dengan persentase area besar

Puncak	SI	Nama senyawa pembanding	Waktu retensi	% area
9	91	metil 14-metil pentadekanoat	35.651	40,11
3	86	(-)-mentol	22.750	9,77
1	83	<i>p</i> -metil benzaldehid	18.064	8,75

Nilai IC₅₀ pada fraksi etil asetat daun purun tikus yaitu 55,68 ppm dan pada vitamin C 7,07 ppm. Aktivitas antioksidan ekstrak fraksi etil asetat lebih rendah dibandingkan dengan pembanding vitamin C, hal ini bisa disebabkan karena pada saat ekstraksi penarikan senyawa yang bersifat antioksidan tidak terekstrak sempurna selain itu vitamin C dikenal sebagai sumber antioksidan yang sangat kuat dan juga merupakan senyawa murni dapat mendonorkan atom hidrogen dalam jumlah besar, sedangkan pada fraksi etil asetat masih berupa senyawa campuran yang belum diketahui dengan pasti senyawa apa yang paling berperan sebagai antioksidan (Muchtady, 2012).

Identifikasi Menggunakan Instrumen GC-MS

Kromatogram hasil analisis GC Gambar 14 menunjukkan ada 18 komponen senyawa yang terdapat dalam ekstrak daun purun tikus fraksi etil asetat. Tiga komponen utama adalah senyawa dengan persentase area besar yaitu berturut turut 40,11 % yaitu senyawa metil 14-metil ester dengan SI (similarity index) 91, senyawa mentol 9,77 % dengan SI 86 dan *p*-metil benzaldehida 8,75 % dengan SI 83. Similarity index (SI) juga berpengaruh terhadap identifikasi komponen senyawa berdasarkan kemiripan pola fragmentasi yang ada di library. Nilai SI (Similarity index) suatu komponen senyawa mendekati 100% menunjukkan bahwa senyawa yang teridentifikasi itu semakin mendekati senyawa standar (Rasyid, 2016). Senyawa dengan persentase area besar dapat dilihat pada Tabel 4.

KESIMPULAN

Aktivitas antioksidan fraksi etil asetat daun purun tikus tergolong kuat dengan nilai IC₅₀ 55,64 ppm. Fraksi etil asetat daun purun tikus menunjukkan komponen dengan luas area terbesar yaitu metil 14-metil pentadekanoat (40,11%), mentol (9,77%), *p*-metil benzaldehida (8,75%) yang berpotensi sebagai antioksidan.

Perlu dilakukan isolasi senyawa kimia yang aktif sebagai antioksidan dari fraksi etil asetat purun tikus. Perlu dilakukan uji aktivitas antioksidan dengan metode lain seperti ABTS dan reducing power untuk membandingkan dengan metode DPPH.

DAFTAR PUSTAKA

- Asikin, M. & Thamrin, M. (2012). Manfaat purun tikus (*Eleocharis dulcis*) pada ekosistem sawah rawa. *Jurnal Litbang Pertanian*. **31(1)**: 35-42.
- Hani, R.C. & Milanda, T. (2016). Manfaat antioksidan pada tanaman buah di Indonesia. *Farmaka*. **14(1)**: 184-190.
- Ikhlas, N. 2013. Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak Herba Kemangi (*Ocimum americanum* Linn) dengan Metode DPPH (2,2-Difenil-Pikrilhidrazil). Skripsi. Fakultas Sains dan Teknologi. UIN Syarif Hidayatullah. Jakarta.
- Ghosal, M. & Mandal, P. (2012). Phytochemical screening and antioxidant activities of two selected 'Bihi' fruits used as vegetables in Darjeeling Himalaya. *International Journal of Pharmacy and Pharmaceutical Sciences*. **4(2)**: 567-574.
- Marmi. (2013). *Gizi dalam Kesehatan Reproduksi*. Pustaka Pelajar. Yogyakarta.
- Noor, M. (2004). *Lahan Rawa: Sifat dan Pengelolaan Tanah Bermasalah Sulfat Masam*. Grafindo Persada. Jakarta.
- Rasyid, A. (2016). Analisis metabolit sekunder, aktivitas antibakteri dan komposisi golongan senyawa dalam ekstrak teripang *Bohadschia sp*. *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kelarutan Tropis* **8(2)**: 645-653
- Rosyidah, K., Rohman, T. & Fitriani, R. (2018) Aktivitas antioksidan ekstrak metanol daun purun tikus (*Eleocharis dulcis*). *Jurnal Kimia dan Pendidikan Kimia*. **3(3)**: 135-140.
- Sunardi & Istikowati, W.T. (2012). analisis kandungan kimia dan sifat serat tanaman purun

- tikus (*Eleocharis dulcis*) asal Kalimantan Selatan. *Bioscientiae*. **9(2)**: 12-25.
- Wahyuni, I. R. 2015. Validasi Metode Analisis Uji Aktivitas Antioksidan Ekstrak *esculenta* L., Schott) dengan Metode DPPH, CUPRAC dan FRAP secara Spektrofotometri UV-Vis. Skripsi. Fakultas Kedokteran dan Ilmu Kesehatan. UIN Alauddin. Makassar.
- Zhan, G., Pan, L., Tu, K. & Jiao, S. (2016). Antitumor, antioxidant, and nitrite scavenging effects of Chinese water chestnut (*Eleocharis dulcis*) peel flavonoids. *Journal of Food Science*. **81(10)**: H2578-H2586.
-