

Ekstraksi Tanin dari Buah Balakka (*Phyllanthus emblica L.*) dengan Bantuan Microwave: Pengaruh Daya Microwave, Perbandingan Massa Kering Terhadap Jumlah Pelarut Etil Asetat

Extraction of Tannin from Indian Gooseberry (*Phyllanthus emblica L.*) with Microwave: The Effect of Microwave Power, Ratio Between Indian Gooseberry to Ethyl Acetate as Solvent

Iriany*, Hendri Angkasa, Cut Annisa Namira
Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknik, Universitas Sumatera Utara
Jalan Almamater Kampus USU,
Medan, 20155, Indonesia
*Email: iriany_isk@yahoo.co.id

Abstrak

Tanin adalah senyawa fenolik dengan kelimpahan yang cukup besar di alam. Pada penelitian ini dilakukan proses ekstraksi buah balakka menggunakan metode *Microwave-Assisted Extraction* (MAE) dengan pelarut etil asetat. Buah balakka sebanyak 2 gram diekstraksi selama 1 menit dengan variabel operasi daya *microwave* (100, 180, 300, 450 dan 600) W. Percobaan dilanjutkan pada kondisi daya yang menghasilkan *yield* tertinggi dengan variasi rasio buah balakka dengan pelarut (1/10, 1/20, 1/30, 1/40 dan 1/50) g/mL. Kandungan tanin dalam ekstrak dianalisa dengan metode spektrofotometri UV-Vis untuk mendapat *yield* tanin. Gugus fungsi yang terdapat pada hasil ekstrak buah balakka dianalisa dengan metode *Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (FTIR). Ekstrak buah balakka terbukti mengandung tanin pada uji kualitatif dengan gelatin dan FeCl₃ serta pada analisis FTIR. *Yield* tanin tertinggi diperoleh pada kondisi daya *microwave* 100 W dan rasio buah balakka terhadap etil asetat 1/50 g/mL yaitu sebesar 36,86 mg/g.

Kata kunci: buah balakka, ekstraksi, etil asetat, tanin

Abstract

Tannins are phenolic compounds with considerable abundance in nature. In this study, the extraction of Indian gooseberry fruit was performed using Microwave Assisted Extraction (MAE) method with ethyl acetate as solvent. Two grams of Indian gooseberry fruit were extracted for 1 minute with variable microwave power operation (100, 180, 300, 450 and 600) W. The experiment is continued at the power that gave the highest yield of tannin with variable ratio sample to solvent (1/10, 1/20, 1/30, 1/40 and 1/50) g/mL. Total tannins in the extract were analyzed using UV-Vis Spectroscopy method to find the yield of tannin. Functional groups that were contained in the extract were analyzed using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) method. The results of this study indicate that the extract contains tannins in qualitative tests with gelatin and FeCl₃ as well as in FTIR analysis. The highest yield of tannin was 36.86 mg/g which was obtained under conditions of power 100 W and ratio sample with ethyl acetate 1/50 g/mL.

Keywords: ethyl acetate, extraction, Indian gooseberry, tannin

Pendahuluan

Phyllanthus emblica umumnya dikenal sebagai “amla” atau “balakka” dan *Indian gooseberry* dalam bahasa Inggris [1]. Buah-buahan umumnya mengandung 28% tanin dari total tanin yang terdistribusi di seluruh tanaman. Buahnya mengandung dua jenis tanin yang dapat terhidrolisis,

Emblicanin A dan *B*, yang mengandung zat-zat antioksidan [2].

Tanin adalah senyawa fenolik dengan kelimpahan yang cukup besar di alam. Tanin adalah komponen yang paling banyak diekstraksi dari biomassa, setelah selulosa, hemiselulosa dan lignin [3]. Ekstraksi tanin dari buah balakka dapat dilakukan

dengan beberapa metode seperti metode konvensional yaitu sokhlet dan metode ekstraksi dengan bantuan *microwave*. Ada beberapa perbedaan antara metode soklet dan metode *Microwave Assisted Extraction* (MAE), dilihat dari waktu ekstraksi, jumlah pelarut dan massa sampel. Meskipun metode konvensional seperti sokhlet dan ekstraksi pelarut masih diterima secara luas, mereka memiliki keterbatasan dan masalah yang melekat. Sebagai contoh, ekstraksi *Soxhlet* membutuhkan 12-24 jam dalam banyak kasus dan menggunakan volume tinggi pelarut organik (ratusan mililiter). Berbeda dengan metode konvensional, MAE dapat mengurangi waktu ekstraksi menjadi kurang dari 20 menit dan konsumsi pelarut di bawah 20 mL. MAE memungkinkan untuk memproses beberapa sampel secara bersamaan (hingga 12, 24 atau bahkan 40 ekstraksi bersamaan), secara drastis meningkatkan jumlah hasil. Selain itu, pemulihan yang diperoleh dengan MAE sebagian besar sebanding atau lebih tinggi daripada yang disediakan oleh metode alternatif. Oleh karena itu, MAE sebagian besar memenuhi kriteria minimum yang diperlukan untuk teknik persiapan sampel modern, dan memberikan alternatif yang sangat menarik untuk pendekatan konvensional [4], sehingga perlu dilakukan penelitian untuk mengetahui kondisi terbaik ekstraksi tanin dari buah balakka dengan metode *Microwave-Assisted Extraction* (MAE).

Teori

Balakka tersebar luas di Sumatera Utara bagian Selatan, tumbuh pada habitat teresterial pada ketinggian 48–876 meter dpl. Umumnya tumbuh di lahan-lahan kering dan lahan kering campuran seperti di halaman rumah penduduk, tepi jalan raya dan areal perkebunan masyarakat dengan topografi berbukit-bukit [5]. Berikut merupakan taksonomi dari buah balakka: [2]

Nama botani : *Phyllanthus emblica* L.
 Famili : *Euphorbiaceae*
 Genus : *Emblca*
 Spesies : *officinalis* Gaertn

Tanin merupakan kelompok senyawa polifenol yang terdapat dalam sejumlah besar makanan nabati. Secara struktural, mereka dapat dibagi dalam dua kelompok berbeda yaitu tanin terhidrolisis (*hydrolysable*) dan tanin terkondensasi (*condensed*) [6]. Tanin secara tradisional dianggap sebagai "faktor anti-gizi" untuk hewan monogastrik dan unggas, tetapi penelitian terbaru mengungkapkan beberapa dari mereka, ketika diterapkan dengan cara yang tepat, memperbaiki ekosistem mikroba usus, meningkatkan kesehatan usus sehingga meningkatkan kinerja produktif [7].

Berat molekul HT (*hydrolysable tannin*) berkisar dari 500 hingga 3.000 Da. Mereka rentan terhadap hidrolisis oleh asam, basa atau esterase, sehingga dapat dengan mudah terdegradasi dan diserap dalam saluran pencernaan dan dapat menyebabkan efek toksik potensial pada herbivora. Dibandingkan dengan HT, CT (*condensed tannin*)

memiliki struktur yang lebih kompleks dan berat molekul lebih tinggi berkisar dari 1.000 hingga 20.000 Da. Tidak seperti HT, CT hanya dapat mengalami depolimerisasi oleh hidrolisis asam oksidatif kuat. Struktur CT juga tidak rentan terhadap degradasi enzim anaerob [7].

Mekanisme ekstraksi dengan *microwave* dilakukan dengan memanaskan pelarut polar dengan energi gelombang mikro saat bersentuhan dengan sampel padat, dan mempartisi senyawa yang diinginkan antara sampel dan pelarut [3]. Dalam MAE, energi gelombang mikro diterapkan untuk memanaskan pelarut yang bersentuhan dengan sampel (biasanya sampel padat) mencapai partisi senyawa yang diinginkan dari sampel terhadap pelarut. Waktu ekstraksi berkurang secara signifikan ketika menerapkan MAE karena dengan *microwave* maka campuran sampel/pelarut dipanaskan secara langsung, sedangkan dengan teknik ekstraksi klasik, periode yang terbatas diperlukan untuk memanaskan wadah sebelum panas dipindahkan ke larutan.

Keberhasilan penentuan senyawa aktif biologis dari bahan tanaman sangat tergantung pada jenis pelarut yang digunakan dalam prosedur ekstraksi. Pilihan pelarut dipengaruhi oleh apa yang ingin dilakukan dengan ekstrak. Karena produk akhir akan mengandung jejak residu pelarut, pelarut harus tidak beracun dan tidak boleh mengganggu *bioassay*. Pilihannya juga akan tergantung pada senyawa yang ditargetkan untuk diekstraksi [8]. Hal-hal yang perlu diperhatikan dalam pemilihan pelarut diantaranya adalah selektivitas, toksisitas, kepolaran, kemudahan untuk diuapkan, dan harga. Etil asetat merupakan pelarut yang bersifat semi polar sehingga dapat menarik senyawa yang bersifat polar maupun nonpolar, memiliki toksisitas rendah, dan mudah diuapkan sehingga dapat digunakan untuk ekstraksi buah balakka [9].

Metodologi Penelitian

Persiapan Bahan Baku

Buah balakka dikeringkan di *oven* pada suhu 40 °C hingga mencapai berat konstan kemudian diblender hingga halus untuk diekstraksi.

Proses Ekstraksi

Buah balakka yang telah dihaluskan sebanyak 2 gram dicampurkan dengan pelarut etil asetat dengan perbandingan massa buah balakka (gram) terhadap volume etil asetat (mL) 1:10. *Beaker glass* kemudian dimasukkan ke dalam *microwave oven* untuk diekstraksi pada daya 100 W, 180 W, 300 W, 450 W dan 600 W selama 1 menit. Ekstrak kemudian disaring dengan menggunakan kertas saring untuk diambil filtratnya. Hasil ekstrak dengan *yield* terbaik kemudian dilanjutkan dengan variabel perbandingan massa buah balakka (gram) terhadap volume etil asetat (mL) 1:20, 1:30, 1:40 dan 1:50.

Analisis Ekstrak Buah Balakka

Ada dua jenis analisis yang dilakukan pada ekstrak buah balakka:

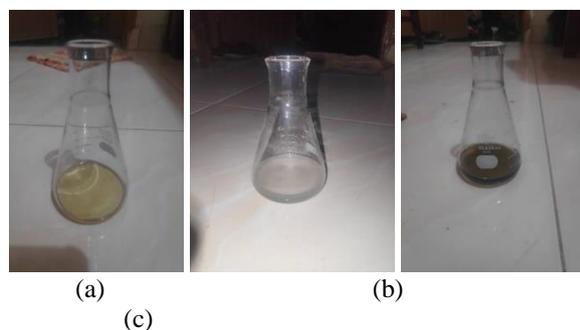
- Hasil ekstrak pertama ditambahkan 1 mL gelatin 1% dan 1 mL larutan NaCl 10%, endapan warna putih menunjukkan adanya tanin.
- Hasil ekstrak kedua ditambahkan 10 mL *aquadest*, dan disaring lalu filtratnya ditambahkan larutan FeCl₃ 10% sebanyak 2 mL, endapan biru kehitaman atau hijau menunjukkan adanya tanin [10]. Warna hijau merupakan hasil reaksi dari tanin terkondensasi sedangkan biru kehitaman merupakan hasil reaksi dari tanin terhidrolisis [11].

Hasil ekstrak juga akan dianalisis secara kualitatif dengan metode FTIR dan kuantitatif dengan spektrofotometer UV-Vis.

Hasil

Identifikasi Tanin pada Ekstrak Buah Balakka

Uji kualitatif perlu dilakukan untuk mengetahui adanya kandungan tanin pada ekstrak yang diperoleh. Gambar 1 menunjukkan hasil uji kualitatif tanin pada hasil ekstrak buah balakka dengan gelatin dan FeCl₃.



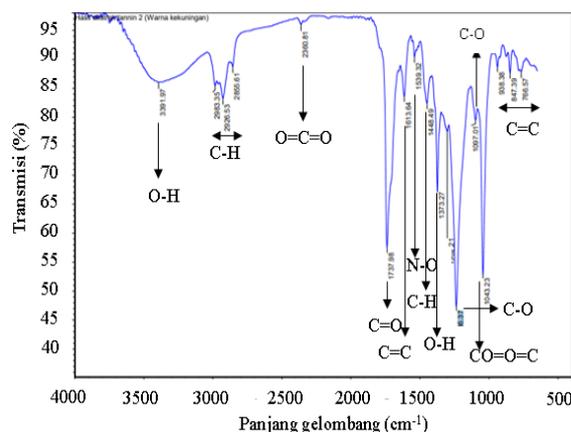
Gambar 1. Uji Kualitatif Tanin pada Hasil Ekstrak
 (a) Sebelum Pengujian
 (b) Uji gelatin
 (c) Uji FeCl₃

Gambar 1(a) merupakan hasil ekstrak tanin yang diperoleh dari buah balakka yang akan dianalisis secara kualitatif. Dari Gambar 1(b) hasil ekstrak dengan larutan gelatin 1% dan NaCl 10% membentuk endapan putih. Hal ini disebabkan karena tanin mengendapkan protein pada gelatin. Tanin bereaksi dengan gelatin membentuk kopolimer mantap yang tidak larut dalam air. Reaksi ini lebih sensitif dengan penambahan NaCl untuk mempertinggi penggaram dari tanin-gelatin [12]. Adapun pada Gambar 1(c) hasil uji ekstrak dengan larutan FeCl₃ 10% membentuk endapan biru kehitaman. Hal ini disebabkan karena garam besi membentuk senyawa kompleks dengan tanin [13]. Kedua uji kualitatif pada ekstrak buah balakka menunjukkan bahwa adanya kandungan tanin pada ekstrak buah balakka.

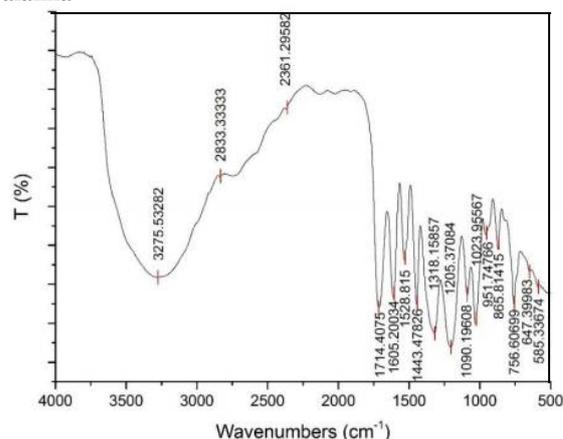
Analisis FTIR pada Ekstrak Buah Balakka

Hasil ekstrak tanin diidentifikasi dengan FTIR untuk mengetahui gugus-gugus yang terdapat di

dalam hasil ekstrak tersebut. Pengukuran dilakukan pada panjang gelombang 500-4000 cm⁻¹. Hasil analisis FTIR ditunjukkan pada Gambar 2 yang dibandingkan dengan hasil analisis tanin standar yang dilakukan Wahyono,dkk. [14] pada Gambar 3.



Gambar 2. Analisis FTIR pada Hasil Ekstrak Buah Balakka



Gambar 3. Analisis FTIR pada Tanin Standar [14]

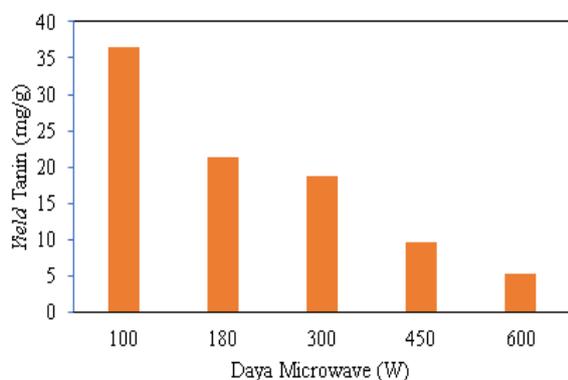
Hasil analisis FTIR pada Gambar 2 menunjukkan adanya karakteristik tanin yaitu puncak vibrasi fenolik (O-H *stretching*) pada 3391,97 cm⁻¹. Selain itu, terdapat juga gugus-gugus lainnya seperti gugus alkana (C-H *stretching*) pada puncak 2983,35; 2926,53 dan 2855,61 cm⁻¹, gugus karbon dioksida (O=C=O *stretching*) pada puncak 2360,81 cm⁻¹, gugus aldehyd (C=O *stretching*) pada puncak 1737,98 cm⁻¹, gugus alkena (C=C *stretching*) pada puncak 1613,64 cm⁻¹, gugus nitrogen (N-O *stretching*) pada puncak 1539,32 cm⁻¹, gugus alkana kelompok metil (C-H *bending*) pada puncak 1448,49 cm⁻¹, gugus fenol (O-H *bending*) pada puncak 1373,27 cm⁻¹, gugus aromatik ester (C-O *stretching*) pada puncak 1302,21 cm⁻¹, gugus alkil aril eter (C-O *stretching*) pada puncak 1236,37 cm⁻¹, gugus anhidrida (CO-O-CO *stretching*) pada puncak 1043,23 cm⁻¹ dan gugus alkena (C=C *bending*) pada puncak 938,38; 847,39 dan 766,57 cm⁻¹.

Struktur tanin baik tanin terhidrolisis maupun tanin terkondensasi mempunyai gugus O-H fenolik yang sangat dominan [7]. Hasil analisis FTIR

pada penelitian ini telah memiliki kemiripan dengan hasil analisis tanin standar yang dilakukan Wahyono, dkk. [14]. Dari Gambar 3 diketahui terdapat karakteristik tanin yaitu pada puncak vibrasi fenol (O-H stretching) pada 3275,54 cm^{-1} . Selain itu, terdapat gugus-gugus lainnya seperti gugus alkana (C-H stretching) pada puncak 2833,33 cm^{-1} , gugus karbon dioksida (O=C=O stretching) pada 2361,30 cm^{-1} , gugus karbonil (C=O stretching) pada puncak 1714,41 cm^{-1} , gugus komponen nitrogen (N-O stretching) pada puncak 1528,82 cm^{-1} , gugus alkana kelompok metil (C-H bending) pada puncak 1443,48 cm^{-1} , gugus fenol (O-H bending) pada puncak 1318,16 cm^{-1} , gugus alkil eter (C-O stretching) pada puncak 1205,37 cm^{-1} , gugus alkohol sekunder (C-O stretching) pada puncak 1090,20 cm^{-1} dan gugus alkena (C=C bending) pada puncak 951,75; 865,81 dan 756,61 cm^{-1} .

Pengaruh Daya Microwave terhadap Yield Tanin

Pengaruh daya *microwave* terhadap *yield* tanin yang diperoleh dengan waktu ekstraksi 1 menit, rasio massa buah balakka terhadap volume etil asetat 1/10 g/mL dapat dilihat pada Gambar 4.

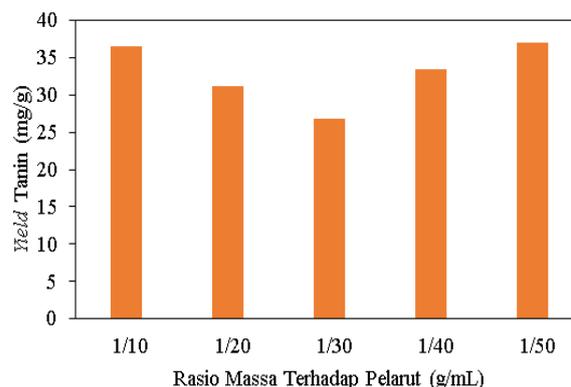


Gambar 4. Pengaruh Daya Microwave Terhadap Yield Tanin

Dari Gambar 4 dapat dilihat bahwa *yield* tanin menurun seiring penambahan daya *microwave*. Kuantitas ekstrak dapat ditingkatkan dengan peningkatan daya gelombang mikro, tetapi ada juga risiko terkait degradasi komponen termolabil. Secara teori, penggunaan daya *microwave* yang tinggi harusnya memungkinkan pengurangan waktu paparan. Namun, dalam beberapa kasus, *microwave* dengan daya yang sangat tinggi dapat menurunkan efisiensi ekstraksi karena degradasi sampel atau pendidihan pelarut cepat dalam sistem wadah terbuka, sehingga menghambat kontak ekstrak dengan pelarut [4]. Proses degradasi sampel dan pendidihan pelarut dalam daya yang tinggi dapat menyebabkan efisiensi ekstraksi menurun sehingga menurunkan konsentrasi tanin seiring naiknya daya *microwave*. Dari hasil yang diperoleh, *yield* tanin tertinggi diperoleh pada daya 100 W dimana diperoleh *yield* sebesar 36,53 mg/g sehingga untuk penelitian selanjutnya dilaksanakan pada daya 100 W.

Pengaruh Rasio Massa Buah Balakka dengan Volume Pelarut terhadap Yield Tanin

Pengaruh rasio massa buah balakka dengan volume pelarut terhadap *yield* tanin yang diperoleh dengan waktu ekstraksi 1 menit, daya 100 W dapat dilihat pada Gambar 5.



Gambar 5. Pengaruh Rasio Massa Buah Balakka dengan Volume Pelarut Terhadap Yield Tanin

Gambar 5 menunjukkan bahwa *yield* tanin mengalami fluktuasi seiring penambahan volume etil asetat pada proses ekstraksi. Dalam ekstraksi konvensional, volume pelarut yang lebih tinggi biasanya akan meningkatkan pemulihan ekstrak. Namun, dalam MAE, pendekatan yang sama dapat menyebabkan pemulihan yang lebih rendah, mungkin karena difusi pelarut yang tidak sempurna dengan sampel oleh gelombang mikro [4]. Hal ini dapat menyebabkan terjadinya fluktuasi seiring bertambahnya volume pelarut. Selain itu, dapat terlihat bahwa pelarut sudah mencapai *saturation point* karena *yield* tanin yang dihasilkan tidak mengalami peningkatan yang signifikan [15]. Dari hasil yang diperoleh, *yield* tanin tertinggi diperoleh pada rasio 1/50 g/mL dimana diperoleh *yield* sebesar 36,86 mg/g.

Kesimpulan

Hasil analisis kualitatif dengan FTIR menunjukkan adanya tanin pada hasil ekstrak buah balakka. Penggunaan daya *microwave* yang lebih besar menyebabkan kadar tanin pada hasil ekstraksi terdegradasi sehingga *yield* yang diperoleh berkurang. Jumlah pelarut yang lebih banyak menyebabkan kadar tanin pada hasil ekstraksi menurun dan mengalami kenaikan pada rasio 1/50 g/mL. *Yield* tanin tertinggi diperoleh sebesar 36,86 mg/g pada daya *microwave* 100 W, rasio massa buah balakka terhadap etil asetat 1/50 g/mL dengan waktu ekstraksi 1 menit.

Daftar Pustaka

- [1] M. R. Hasan, M. N. Islam, and M. R. Islam, "Phytochemistry, pharmacological activities and traditional uses of *Embllica officinalis*: A review," *Int. Curr. Pharm. J.*, vol. 5, no. 2, pp. 14–21, 2016.

- [2] N. K. Charmkar and R. Singh, "Embllica officinalis Gaertn. (Amla): A Wonder Gift of Nature to Humans," *Int. J. Curr. Microbiol. Appl. Sci.*, vol. 6, no. 7, pp. 4267–4280, 2017.
- [3] Y. Li *et al.*, "Characterization of phenolic compounds from *Phyllanthus emblica* fruits using HPLC-ESI-TOF-MS as affected by an optimized microwave-assisted extraction," *Int. J. Food Prop.*, vol. 22, no. 1, pp. 330–342, 2019.
- [4] M. Llompарт, C. Garcia-Jares, M. Celeiro, and T. Dagnac, *Extraction / Microwave-Assisted Extraction*, 3rd ed., Elsevier Inc., 2019.
- [5] U. Khoiriyah, N. Pasaribu, and S. Hannum, "Distribusi *Phyllanthus emblica* L. di Sumatera Utara Bagian Selatan," *Biosfera*, vol. 32, no. 2, p. 98, 2015.
- [6] E. Lamy *et al.*, "Determinants of tannin-rich food and beverage consumption: Oral perception vs. psychosocial aspects," *Tann. Biochem. Food Sources Nutr. Prop.*, pp. 29–58, 2016.
- [7] Q. Huang, X. Liu, G. Zhao, T. Hu, and Y. Wang, "Potential and challenges of tannins as an alternative to in-feed antibiotics for farm animal production," *Anim. Nutr.*, vol. 4, no. 2, pp. 137–150, 2018.
- [8] A. Pandey, S. Tripathi, and C. A. Pandey, "Concept of standardization, extraction and pre phytochemical screening strategies for herbal drug," *J. Pharmacogn. Phytochem. JPP*, vol. 115, no. 25, pp. 115–119, 2014.
- [9] M. S. H. Putri, "Pengaruh H₂SO₄ dan KOH pada analisis Cr (III) menggunakan asam tanat secara Spektrofotometri Ultraungu – Tampak", Skripsi, Universitas Lampung, Lampung, 2016.
- [10] R. Ahmad, G. Parveen, N. A. Gauri, and N. Wal, "Phytochemical screening, sugar content, total protein and antimicrobial activity of three important medicinal plants," *Med. Plant*, vol. 5, no. 6, pp. 125–139, 2017.
- [11] M. A. Bharudin, S. Zakaria, and C. H. Chia, "Condensed tannins from *Acacia mangium* bark: Characterization by spot tests and FTIR," *AIP Conf. Proc.*, vol. 1571, pp. 153–157, 2013.
- [12] S. D. Marlina, V. Suryanti, and Suyono, "Skrining fitokimia dan analisis kromatografi lapis tipis komponen kimia buah labu siam (*Sechium edule Jacq. Swartz.*) dalam ekstrak etanol," *Biofarmasi*, vol. 3, no. 1, pp. 26–31, 2005.
- [13] E. Lembong, G. L. Utama, and R. A. Saputra, "Phytochemical test, vitamin c content and antioxidant activities beet root (*Beta vulgaris* Linn.) extracts as food coloring agent from some areas in java island," *IOP Conf. Ser. Earth Environ. Sci.*, vol. 306, no. 1, 2019.
- [14] T. Wahyono, D. A. Astuti, I. Komang Gede Wiryawan, I. Sugoro, and A. Jayanegara, "Fourier Transform Mid-Infrared (FTIR) Spectroscopy to identify tannin compounds in the panicle of Sorghum mutant lines," *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.*, vol. 546, no. 4, 2019.
- [15] B. Buanasari, W. T. Eden, and A. I. Sholichah, "Extraction of phenolic compounds from petai leaves (*Parkia Speciosa* Hassk.) Using microwave and ultrasound assisted methods," *J. Bahan Alam Terbarukan*, vol. 6, no. 1, pp. 25–31, 2017.