

PERBANDINGAN METODE EKSTRAKSI MASERASI DAN REFLUKS TERHADAP KADAR FENOLIK DARI EKSTRAK TONGKOL JAGUNG (*Zea mays L.*)

Susanty¹⁾, Fairus Bachmid¹⁾

¹⁾Jurusan Teknik Kimia Fakultas Teknik Universitas Muhammadiyah Jakarta
susanty@umj.ac.id

ABSTRACT. Corn is one of the crops most widely cultivated in the world. Production continues to increase every year produces corncob waste are abundant post-harvest. One effort to utilize waste corn cob with extracting phenolic content contained therein. Phenolic is a flavonoid that has antioxidant properties and antiradikal activities that are beneficial to health. This study aimed to compare the extraction method of maceration and reflux the resulting phenolic levels of 75% ethanol extract of corn cobs (*Zea mays L.*). The extract was concentrated using a rotary evaporator at a temperature of 50°C and a rotation of 120 rpm to extract the phenolic compounds are condensed, then in the oven at 50°C for 2 days. Furthermore, determination of total phenolic from the extraction is done using the method of Folin-Ciocalteu which absorb light at a wavelength of 765 nm using a standard solution of gallic acid (GAE) to calibrate the response of the spectrophotometer at concentrations of 300, 400, 500, 600, and 700 mg / L , The linear regression equation $y = 0.0008x + 0.0086$ with $R^2 = 0.9987$ obtained from the calibration curve was used to determine the levels of phenol in the sample. The results show that phenolic levels of extraction maceration of 0.312 mg / g or 312.420 mg / kg, while the phenolic levels in 75% ethanol extract on the corn cob with reflux extraction method amounted to 0,397 mg / g or 396.768 mg / kg. Greater levels of phenolic obtained from reflux method.

Keywords: antioxidants, phenolic, maceration, reflux, corn cobs

ABSTRAK. Jagung merupakan salah satu jenis tanaman pangan yang paling banyak dibudidayakan di dunia. Produksinya yang terus meningkat setiap tahun menghasilkan limbah tongkol jagung yang melimpah paska panen. Salah satu upaya pemanfaatan limbah tongkol jagung ini dengan mengekstrak kandungan fenolik yang terdapat di dalamnya. Fenolik merupakan golongan flavonoid yang memiliki sifat antioksidan dan aktivitas antiradikal yang bermanfaat bagi kesehatan. Penelitian ini bertujuan untuk membandingkan metode ekstraksi maserasi dan refluks terhadap kadar fenolik yang dihasilkan dari ekstrak etanol 75 % dari tongkol jagung (*Zea mays L.*). Ekstrak dipisahkan menggunakan alat rotary evaporator pada temperatur 50°C dan putaran 120 rpm untuk mendapatkan ekstrak senyawa fenolik yang kental, kemudian di oven pada suhu 50°C selama 2 hari. Selanjutnya penentuan kadar fenolik total dari hasil ekstraksi dilakukan menggunakan metode Folin-Ciocalteu yang menyerap cahaya pada panjang gelombang 765 nm dengan menggunakan larutan standar asam galat (GAE) untuk mengkalibrasi respon spektrofotometer pada konsentrasi 300, 400, 500, 600, dan 700 mg/L. Persamaan regresi linear $y = 0,0008x + 0,0086$ dengan nilai $R^2 = 0,9987$ yang diperoleh dari kurva kalibrasi digunakan untuk membantu menentukan kadar fenol dalam sampel. Hasil menunjukkan bahwa kadar fenolik dari ekstraksi maserasi sebesar 0,312 mg/g atau 312,420 mg/kg, sedangkan kadar Fenolik dalam ekstrak etanol 75 % pada tongkol jagung dengan metode ekstraksi refluks sebesar 0,397 mg/g atau 396,768 mg/kg. Kadar fenolik yang lebih besar diperoleh dari metode refluks.

Kata kunci: antioksidan, fenolik, maserasi, refluks, tongkol jagung

PENDAHULUAN

Jagung merupakan salah satu jenis tanaman pangan yang paling banyak dibudidayakan di dunia. Berdasarkan data Badan Pusat Statistik RI yang dirilis pada tanggal 3 Maret 2016, bahwa tahun 2015 produksi jagung mengalami kenaikan sebanyak 0,60 juta ton (3,17 persen) menjadi 19,61 juta ton pipilan kering. Kenaikan produksi jagung ini terjadi karena adanya kenaikan produktivitas sebesar 2,25 kuintal/hektar (4,54) (BPS, 2016). Seiring dengan peningkatan produksi jagung menyebabkan keberadaan limbah tongkol jagung melimpah dan kontinyu paska panen. Berdasarkan hal tersebut perlu adanya penanganan terhadap limbah tongkol jagung. Pemanfaatan limbah tongkol jagung mendapat perhatian yang meningkat dari perspektif nutraceutical karena mengandung senyawa aktif, salah satunya adalah senyawa fenolik. Meskipun senyawa ini dianggap non-gizi, namun memiliki sifat antioksidan dan aktivitas antiradikal yang bermanfaat bagi kesehatan, diantaranya berperan dalam proses anti inflamasi, penghambatan enzim, dan induksi enzim detoksifikasi serta dapat merangsang produksi kolagen yang merupakan bagian penting dalam proses peremajaan kulit. Antioksidan sebagai molekul yang ketika hadir dalam konsentrasi kecil dibandingkan dengan biomolekul dapat melindungi karena mencegah atau mengurangi tingkat kerusakan oksidatif biomolekul. Mengingat besarnya potensi antioksidan dari senyawa fenolik yang terdapat pada tongkol jagung, maka perlu dilakukan penelitian tentang metode ekstraksi yang paling tepat untuk mendapatkan kadar fenolik yang tertinggi.

Teknik yang paling sering digunakan untuk isolasi zat aktif antioksidan pada tanaman adalah ekstraksi pelarut yaitu metode pemisahan komponen dari suatu campuran menggunakan suatu pelarut yang bertujuan untuk menarik zat aktif dalam sampel. Pelarut yang digunakan didasarkan pada kemampuan melarutkan

zat aktif dalam jumlah yang maksimum, sehingga terbentuklah ekstrak (hasil ekstraksi yang mengandung berbagai komponen kimia). Prinsip metode ini didasarkan pada distribusi zat terlarut dengan perbandingan tertentu antara dua pelarut yang tidak saling bercampur.

Ekstraksi pelarut dilakukan dengan cara dingin (maserasi). Proses ekstraksi dengan teknik maserasi dilakukan dengan beberapa kali pengocokan atau pengadukan pada suhu ruang. Keuntungan cara ini mudah dan tidak perlu pemanasan sehingga kecil kemungkinan bahan alam menjadi rusak atau terurai. Pemilihan pelarut berdasarkan kelarutan dan polaritasnya memudahkan pemisahan bahan alam dalam sampel. Pengerjaan metode maserasi yang lama dan keadaan diam selama maserasi memungkinkan banyak senyawa yang akan terekstraksi (Istiqomah, 2013). Proses ekstraksi lainnya dilakukan dengan cara pemanasan, refluks yaitu ekstraksi dengan pelarut pada temperatur titik didihnya, selama waktu tertentu dengan jumlah pelarut terbatas yang relatif konstan dan adanya pendingin balik. Ekstraksi dapat berlangsung dengan efisien dan senyawa dalam sampel secara lebih efektif dapat ditarik oleh pelarut.

Ekstrak hasil senyawa fenolik sebagai zat aktif antioksidan dari tongkol jagung sangat bergantung pada jenis ekstraksi pelarut, karena keberadaan senyawa antioksidan yang berbeda karakteristik kimia beragam dan polaritas yang mungkin larut atau mungkin tidak larut dalam pelarut tertentu (Wungkana *et al.*, 2013).

Penelitian ini membandingkan metode ekstraksi maserasi dengan refluks terhadap kadar fenolik dalam ekstrak etanol 75 % dari tongkol jagung. Metode ekstraksi terbaik yaitu metode yang mampu menghasilkan kadar fenolik tertinggi.

METODOLOGI PENELITIAN

Bahan dan Alat

Bahan utama yang digunakan dalam penelitian ini adalah tongkol jagung. Bahan kimia yang digunakan adalah etanol, aquades, larutan standar asam galat, larutan natrium karbonat (Na_2CO_3) 2 %, reagen Folin-Ciocalteu 50 %.

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah alat-alat gelas Pyrex, erlenmeyer, botol kaca transparan, mikropipet, blender, alat refluks (pemanas listrik, labu leher tiga, kondensor), neraca digital, spatel, statif dan klem, termometer, oven, 1 set alat viskometer, piknometer, 1 set alat Spektrofotometer UV-Vis, pH meter, 1 set alat *rotary vacuum evaporator*.

Metode Penelitian Persiapan Sampel

Pada tahap pertama dilakukan pencucian dan pemotongan pada tongkol jagung. Kemudian dikeringkan dalam oven pada suhu 110°C. Tongkol jagung yang sudah kering, diblender sampai halus dan diayak.

Metode ekstraksi maserasi

Tongkol jagung halus ditimbang sebanyak 20 gram lalu dimasukkan ke dalam botol gelap, ditambahkan 200 ml pelarut etanol 75 %. Direndam selama 6 jam pertama sambil sekali-sekali dikocok, kemudian didiamkan selama 18 jam berikutnya. Disaring menggunakan kain kasa steril dan kertas saring yang telah disterilisasi. Ampas yang didapat kemudian diremaserasi.

Metode ekstraksi refluks

Tongkol jagung halus ditimbang sebanyak 20 gram lalu dimasukkan ke dalam labu alas bulat, kemudian ditambahkan pelarut etanol 75 %. Merangkai alat refluks, kemudian sampel diekstraksi pada suhu 50°C selama 2 jam. Larutan yang sudah selesai diekstraksi disaring dengan menggunakan kain kasa steril dan kertas saring yang telah disterilisasi, lalu dimasukkan ke dalam erlenmeyer.

Evaporasi

Larutan ekstrak dimasukkan ke dalam labu alas bulat dan dipasangkan ke alat *rotary vacuum evaporator*. Ditambahkan

aquades pada wadah air hingga batas normal. Menyalakan pompa vakum dan mengatur alat *rotary vacuum evaporator* pada suhu 50°C, tekanan 20 Psi dan putaran 120 rpm. Proses pemekatan dihentikan pada saat mulai terlihat batas garis tebal pada dasar labu dan larutan mulai kental berwarna kuning jingga. Larutan ekstrak dioven sampai kering pada suhu 50°C sehingga diperoleh ekstrak pekat tongkol jagung. Kemudian menimbang ekstrak pekat.

Penentuan hasil rendemen

Hasil rendemen ekstrak tongkol jagung ditentukan sebagai berikut :

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat ekstrak}}{\text{Berat tongkol jagung}} \times 100 \%$$

Pembuatan larutan standar asam galat (5 mg/ml)

Ditimbang 0,25 gram asam galat ditambahkan 5 ml etanol 96 % dan ditambahkan aquades sampai 50 ml, sehingga diperoleh konsentrasi 5 mg/ml. Dari larutan induk dipipet 6, 8, 10, 12, 14 ml dan diencerkan dengan aquades sampai volume 100 ml, sehingga dihasilkan konsentrasi 300, 400, 500, 600, dan 700 mg/L asam galat. Dari masing-masing konsentrasi tersebut dipipet 0,2 ml, ditambahkan 15,8 ml aquades dan 0,1 ml reagen Folin-Ciocalteu 50 %, lalu dikocok. Didiamkan selama 8 menit, kemudian ditambahkan 3 ml larutan Na_2CO_3 2 %, lalu dikocok hingga homogen. Didiamkan selama 2 jam pada suhu kamar. Diukur serapan pada panjang gelombang serapan maksimum 765 nm, lalu dibuat kurva kalibrasi hubungan antara konsentrasi asam galat (mg/L) dengan absorbansi.

Penentuan kadar fenolik

Dilakukan metode Folin-Ciocalteu yang menyerap cahaya pada panjang gelombang 765 nm dengan menggunakan larutan standar asam galat (GAE) untuk mengkalibrasi respon spektrofotometer di berbagai konsentrasi. Melalui persamaan regresi dari standar kalibrasi, konsentrasi fenol total sampel yang tidak diketahui dapat ditentukan. Metode Folin-Ciocalteu banyak

digunakan untuk analisa total fenol dalam makanan dan minuman .

Dipipet 0,2 ml larutan ekstrak ke dalam tabung reaksi. Ditambahkan 15,8 ml aquades dan 0,1 ml reagen *Folin-Ciocalteu* 50 % dikocok, didiamkan selama 8 menit. Setelah itu, ditambahkan 3 ml larutan (Na_2CO_3) natrium karbonat 2 % dan dikocok kembali selama 3 menit. Campuran diinkubasi dalam ruang gelap selama 2 jam pada suhu kamar. Diukur serapan pada panjang gelombang 765 nm dengan spektrofotometer UV-Vis. Dilakukan sebanyak 3 kali pengulangan sehingga kadar fenol yang diperoleh hasilnya didapat sebagai mg ekuivalen asam galat/g sampel segar.

Perhitungan kadar fenolik total menggunakan rumus berikut :

$$\text{Kadar fenol} = \frac{c \times v}{m}$$

Keterangan :

c = kadar ekuivalen asam galat (mg GAE/L)

v = volume larutan ekstrak yang digunakan (ml)

m = massa ekstrak yang digunakan (gram)

HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil ekstraksi maserasi

Sebanyak 20 gram serbuk tongkol jagung yang telah diayak dengan ayakan mesh 80 dimaserasi dengan pelarut etanol 75 % sebanyak 200 ml, kemudian direndam selama 24 jam sambil sekali-sekali dikocok. Setelah 24 jam didiamkan kemudian disaring dengan menggunakan corong yang dilapisi kain kasa steril. Disaring lagi dengan menggunakan kertas saring yang telah disterilisasi sehingga didapat filtrat. Ampas yang diperoleh diremaserasi dengan menggunakan pelarut yang sama, yaitu etanol 75 % sebanyak dua kali hingga diperoleh filtrat yang hampir jernih.

Maserasi sampel dilakukan dengan menggunakan pelarut etanol 75 % karena memiliki kemampuan menyari dengan polaritas yang lebar mulai dari senyawa

nonpolar sampai dengan polar (Saifudin *et al.*, 2011). Filtrat yang diperoleh kemudian dipekatkan menggunakan *rotary vacuum evaporator* pada tekanan 20 Psi dan suhu 50°C hingga diperoleh ekstrak kental. Hasil pemekatan dioven dengan suhu 50°C. Ekstraksi maserasi dilakukan sebanyak 3 kali untuk mendapatkan data yang akurat. Nilai rendemen hasil ekstraksi maserasi dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Nilai rendemen hasil ekstraksi maserasi

No.	Bobot Serbuk tongkol jagung	Bobot Ekstrak	Nilai Rendemen (%)
1.	20 gram	1,59 gram	7,95
2.	20 gram	1,48 gram	7,40
3.	20 gram	1,63 gram	8,15
Rata-Rata Nilai Rendemen			7,83

Nilai rendemen rata-rata hasil ekstraksi maserasi sebesar 7,83 %. Nilai tersebut dipengaruhi oleh beberapa faktor, diantaranya jenis pelarut, konsentrasi pelarut, ukuran partikel simplisia, dan lamanya waktu ekstraksi. Keberhasilan pemisahan bergantung pada perbedaan kelarutan komponen yang akan dipisahkan dalam pelarut (Suryanto, 2012). Senyawa polar akan larut dalam pelarut polar, begitu pula sebaliknya. Selain jenis pelarut, ukuran sampel juga mempengaruhi jumlah rendemen. Semakin kecil luas permukaan sampel akan semakin memperluas kontak dan meningkatkan interaksi dengan pelarut (Sineke *et. al.*, 2016)

Hasil ekstraksi refluks

Prinsip dari metode refluks adalah pelarut yang digunakan akan menguap pada suhu tinggi, namun akan didinginkan dengan kondensor sehingga pelarut yang tadinya dalam bentuk uap akan mengembun pada kondensor dan turun lagi ke dalam wadah reaksi sehingga pelarut akan tetap ada selama reaksi berlangsung. Selanjutnya, larutan disaring dengan

menggunakan kain saring. Filtrat diuapkan menggunakan rotary evaporator dan selanjutnya dikeringkan dalam oven dengan suhu 50°C selama 2 hari, sehingga diperoleh ekstrak kering. Hal ini dilakukan agar pelarut yang digunakan tidak tersisa sehingga pelarut tidak mempengaruhi efektifitas dari sampel yang diuji. Selanjutnya ekstrak dikering didalam oven kurang lebih 5 hari untuk mengurangi kadar air yang terdapat pada ekstrak. Rendemen yang didapatkan berupa ekstrak kering. Rendemen ekstrak etanol 75 % tongkol jagung yang didapat dari hasil refluks dapat dilihat pada tabel 2.

Tabel 2. Nilai rendemen hasil ekstraksi refluks

No.	Bobot Serbuk tongkol jagung	Bobot Ekstrak	Nilai Rendemen (%)
1.	20 gram	2,54 gram	12,70
2.	20 gram	2,75 gram	13,75
3.	20 gram	2,61 gram	13,05
Rata-Rata Nilai Rendemen			13,17

Nilai rendemen rata-rata hasil ekstraksi refluks sebesar 13,17 %. Perbedaan nilai yang cukup signifikan antara hasil rendemen maserasi dan refluks diantaranya dipengaruhi oleh faktor pemanasan. Ekstraksi maserasi dilakukan pada suhu ruang sedangkan refluks dilakukan pada suhu 50°C. Pemanasan dapat menyebabkan dinding sel mudah pecah.

Hasil Spektrofotometri

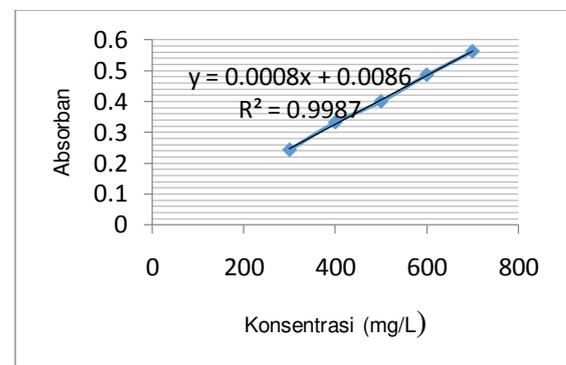
Penentuan kadar fenolik total dapat dilakukan dengan menggunakan metode Folin-Ciocalteu yang menyerap cahaya pada panjang gelombang 765 nm dengan menggunakan larutan standar asam galat untuk mengkalibrasi respon spektrofotometer UV-vis (Bacchetti *et al.*,

No.	Konsentrasi (mg/L)	Absorbansi
1	300	0,243
2	400	0,332
3	500	0,400
4	600	0,486
5	700	0,562

2013).

Tabel 3. Hasil pengukuran absorbansi larutan standar asam galat pada panjang gelombang 765 nm dengan spektrofotometer UV-Vis.

Dari Tabel 3 diatas didapatkan hasil pengukuran asam galat sebagai larutan standar untuk penentuan kadar senyawa fenolik total. Sebelum dilakukan pemeriksaan kadar fenolik total, terlebih dahulu dibuat kurva kalibrasi larutan standar asam galat dengan konsentrasi 300, 400, 500, 600, 700 mg/L.



Gambar 1. Kurva kalibrasi asam galat dengan reagen Folin-Ciocalteu pada panjang gelombang 765 nm

Persamaan regresi linear $y = 0,0008 x + 0,0086$, $R^2 = 0,9987$. Pembuatan kurva kalibrasi ini berguna untuk membantu menentukan kadar fenol dalam sampel melalui persamaan regresi dari kurva kalibrasi. $y = 0.0008 x + 0.0086$ dan harga koefisien determinasi (R^2) = 0.9987. Nilai R^2 yang mendekati 1 membuktikan bahwa persamaan regresi tersebut adalah linear.

Konsentrasi larutan sampel dapat ditentukan dengan menggunakan kurva kalibrasi dengan cara mengukur absorbansi sampel kemudian kadar fenolik total dalam tongkol jagung dihitung dengan menggunakan persamaan regresi linear. Berdasarkan persamaan linier di atas maka diperoleh kadar ekivalen asam galat dengan pelarut etanol.

Tabel 4. Hasil perhitungan kadar ekuivalen asam galat dengan pelarut etanol dari hasil ekstraksi

No	Metode Ekstraksi	Panjang gelombang (nm)	Absorbansi	Kadar ekuivalen asam galat (mg/L)
1	Maserasi	765	0,401	490,500
2	Refluks	765	0,426	521,750

Dari Tabel 4 di atas didapatkan kadar ekuivalen asam galat pada metode ekstraksi maserasi dan refluks. Selanjutnya kadar ekuivalen asam galat yang didapat akan digunakan untuk menentukan kadar fenolik total.

Perhitungan kadar fenolik total dapat dilihat pada tabel 5.

Perhitungan kadar fenolik

Tabel 5. Hasil perhitungan kadar fenolik total dengan metode ekstraksi maserasi dan refluks pelarut etanol dari ekstrak yang didapat dengan data

No.	Metode Ekstraksi	Bobot Bahan Baku (gram)	Berat Ekstraks Rata-rata (gram)	Volume Ekstrak (L)	Absorban	Kadar ekuivalen asam galat (mg/L)	Kadar total fenolik (mg/gram)	Kadar total fenolik (mg/kg)
1	Maserasi	20	1,570	0,001	0,401	490,500	0,312	312,420
2	Refluks	20	2,630	0,002	0426	521,750	0,397	396,768

pembacaan spektrofotometer pada panjang gelombang 765 nm

Dari tabel 5 diatas didapatkan kadar total fenolik hasil ekstraksi refluks lebih besar daripada maserasi, yaitu sebesar 0,397 mg/gram atau 396,768 mg/kg. Perbedaan hasil kadar fenolik yang diperoleh dari hasil kedua ekstraksi tidaklah terlalu signifikan. Masing-masing metode memiliki kelebihan dan kekurangan. Metode maserasi memerlukan waktu yang lebih lama untuk mengekstrak zat aktif dalam sampel, sedangkan metode refluks tidak memerlukan waktu yang lama untuk mengekstrak zat aktif dalam sampel karena pengaruh pemanasan.

KESIMPULAN

Kadar Fenolik dalam ekstrak etanol 75 % pada tongkol jagung dengan metode ekstraksi maserasi sebesar 0,312 mg/g atau 312,420 mg/kg. Kadar Fenolik dalam ekstrak etanol 75 % pada tongkol jagung dengan metode ekstraksi refluks sebesar 0,397 mg/g atau 396,768 mg/kg. Metode ekstraksi refluks menghasilkan kadar fenolik yang lebih besar dibandingkan dengan metode ekstraksi maserasi.

DAFTAR PUSTAKA

Bacchetti *et al.* 2013. *Carotenoids, Phenolic Compounds and Antioxidant Capacity of Five Local Italian Corn (Zea Mays L.) Kernels*. J Nutr Food Sci 3: 237

Badan Pusat Statistik. 2016. *Produksi Padi Tahun 2015 Naik 6,42 Persen*. <https://www.bps.go.id/brs/view/id/1272>

Istiqomah. 2013. *Perbandingan Metode Ekstraksi Maserasi Dan Sokletasi Terhadap Kadar Piperin Buah Cabe Jawa (Piperis Retrofracti Fructus)*. Skripsi. UIN Jakarta

Sineke *et al.* 2016. *Penentuan Kandungan Fenolik Dan Sun Protection Factor (Spf) Dari Ekstrak Etanol Dari Beberapa Tongkol Jagung (Zea Mays L.)*. PHARMACONJurnal Ilmiah Farmasi – UNSRAT Vol. 5 No. 1. Hal. 275-283

Saifudin, azis *et al.* 2011. *Stansarisasi Bahan Obat Alam*. Yogyakarta: Graha Ilmu

Suryanto, E., Wehantouw, F. 2009. *Aktivitas Penangkal Radikal Bebas dari Ekstrak Fenolik Daun Sukun (Artocarpus altilis F.)*. Chemistry Progress. 2:1-7

Wungkana et al. 2013. *Aktivitas Antioksidan dan Tabir Surya Fraksi Fenolik dari Limbah Tongkol Jagung (Zea mays L.)*. PHARMACON Jurnal Ilmiah Farmasi – UNSRAT Vol. 2 No. 04. Hal. 149-155