

Ekstraksi Kembang sepatu (*Hibiscus Rosa Sinensis L*) Menggunakan Pelarut Metanol dengan Metode Sokletasi untuk Indikator Titrasi Asam Basa

Riniati^{a*}, Ahya Sularasa^a, Anri Dwi Febrianto^a

^a Program Studi D-3 Analisis Kimia, Jurusan Teknik Kimia Politeknik Negeri Bandung

* corresponding author: riniati@poban.ac.id

DOI : 10.20885/ijca.vol2.iss1.art5

ARTIKEL INFO

Received : Januari 2019

Revised : Februari 2019

Published : Maret 2019

Kata kunci : Kembang sepatu, indikator asam – basa, sokletasi, pelarut metanol

ABSTRAK

Kembang sepatu merupakan tanaman hias yang tumbuh sepanjang masa dan banyak terdapat di daerah tropis. Ekstrak kembang sepatu diketahui dapat menunjukkan hasil perubahan warna yang spesifik terhadap larutan asam maupun basa. Sifat ini dapat diterapkan sebagai indikator alami pengganti indikator sintesis yang harganya cukup mahal. Penelitian ini bertujuan untuk mengekstrak kembang sepatu kemudian memvalidasi penggunaan ekstrak tersebut sebagai indikator pada titrasi asam basa dengan perbandingan indikator fenolftalein. Pelarut yang dipilih untuk ekstraksi antosianin dalam kembang sepatu pada penelitian ini yaitu metanol, dengan menggunakan metode sokletasi. Sokletasi dilakukan terhadap kelopak kembang sepatu yang sudah dikeringkan dan dipotong-potong pada kondisi suhu 68 °C dan dilakukan selama 15-20 siklus secara kontinyu. Ekstrak kemudian didistilasi dan di karakterisasi menggunakan FTIR selanjutnya diujicobakan sebagai indikator pada titrasi asam basa dengan perbandingan indikator sintesis fenolftalein. Dari penelitian ini dapat disimpulkan bahwa ekstrak kelopak kembang sepatu menggunakan pelarut metanol dapat digunakan sebagai indikator titrasi asam – basa dengan perubahan warna dari merah ke hijau muda pada range pH 5-9 dan kestabilan warna terjaga selama rentang waktu minimal 8 minggu. Dari hasil pengujian koefisien korelasi diperoleh nilai $R = 0,9992$ dan nilai % recovery dari sebesar 101,16%, dimana nilai tersebut memenuhi standar metode validasi analisis kimia, dengan demikian indikator ini layak untuk digunakan sebagai pengganti indikator fenolftalein.

1. PENDAHULUAN

Indikator asam basa adalah suatu zat yang dapat memberikan perubahan warna sesuai dengan pH larutan yang diidentifikasi serta dapat mengetahui sifat asam dan basa suatu larutan tersebut. Percobaan sains untuk menguji sifat suatu larutan asam basa merupakan modul penting yang biasa dilakukan di sekolah menengah umum maupun perguruan tinggi. Indikator sintesis yang biasa digunakan antara lain fenolftalein, kertas lakmus, brom timol biru dan metil merah. Penggunaan indikator sintetik memiliki keterbatasan seperti harganya yang relatif mahal dan dapat menyebabkan pencemaran lingkungan. Oleh sebab itu, keberadaan indikator alami asam-basa dapat menjadi alternatif yang murah dan ramah lingkungan dalam penggunaan indikator asam-basa.

Salah satu bahan alami yang memiliki potensi sebagai indikator alami adalah tanaman kembang sepatu (Gambar 1). Diketahui, pengujian ekstrak kembang sepatu dapat menunjukkan hasil perubahan warna merah pada larutan asam dan perubahan warna menjadi hijau pada larutan basa. Hal tersebut dikarenakan kembang sepatu termasuk dalam satu familia Malvaceae yang memiliki senyawa antosianin sehingga dapat digunakan sebagai indikator alami.



Gambar 1. Mahkota Kembang sepatu

Antosianin memiliki warna yang menarik dan tidak berbahaya bagi kesehatan sehingga banyak digunakan dalam industri pangan dan farmasi. pH dan struktur kimia dari antosianin berpengaruh terhadap karakter warna antosianin. [1]. Dalam keadaan netral (pH 7) akan tidak berwarna, pada asam (pH < 3) akan berwarna merah sedangkan pada basa (pH > 10) akan berwarna biru.) [2]. Studi fitokimia terhadap kembang sepatu mengungkapkan terdapat bahan-bahan kimia diantaranya flavonoid, flavonoid glikosida, hibiscetine, asam sitrat, asam tartrat, siklopropenoid dan pigmen antosianin [3]. Antosianin pada kembang sepatu adalah jenis pelargonidin [4]. Antosianin adalah glikosida dari antosianidin merupakan senyawa organik golongan fenolik. Sampai saat ini, setelah diidentifikasi lebih dari 540 pigmen antosianin dapat memberikan warna biru, merah, oranye atau ungu [5]. Pigmen yang dihasilkan dari tanaman sekitar 2000 pigmen, 150 diantaranya telah diekstrak dan dimanfaatkan sebagai obat [6] [7].

Metode yang dapat digunakan dalam ekstraksi antosianin diantaranya sokletasi. Prinsip dari sokletasi yaitu penyaringan yang berulang-ulang sehingga hasil yang didapat sempurna dan pelarut yang digunakan relatif sedikit. Pelarut yang digunakan dalam metode sokletasi yaitu yang mudah menguap dan dapat melarutkan senyawa antosianin yang terdapat dalam bunga kembang sepatu tetapi tidak melarutkan zat padat yang tidak diinginkan. Pelarut yang seringkali digunakan untuk mengekstrak antosianin adalah air (akuades), namun kelemahan penggunaan pelarut air berkaitan dengan tingkat kestabilan zat warna ini dalam jangka waktu lama. Selain air, sering digunakan pelarut alkohol dan diketahui pelarut metanol memiliki konstanta dielektrik yang lebih besar dibandingkan pelarut etanol. Dari uji coba pendahuluan, diketahui pelarut metanol memberikan warna merah yang cukup stabil dibandingkan pelarut etanol sehingga metanol dipilih sebagai pelarut.

Tujuan dari penelitian ini yaitu untuk mengekstraksi zat warna antosianin dengan metode sokletasi menggunakan pelarut metanol. Ekstrak kembang sepatu dimanfaatkan sebagai bahan indikator alami untuk penentuan kadar asam basa dengan metode titrasi. Validasi pengujian linearitas dan % *recovery* ekstrak kembang sepatu secara titrimetri menggunakan pembanding indikator sintesis fenolftalein.

2. METODE

2.1. Alat

Alat-alat yang digunakan dikelompokkan menjadi tiga bagian yaitu:

- alat-alat sokletasi dan distilasi seperti: tabung soklet, labu distilasi, kondensor spiral, penangas air, selang, penangas air.
- Alat-alat titrasi seperti: buret, labu Erlenmeyer, labu seukuran, pipet seukuran, corong, botol timbang, batang pengaduk, botol semprot, pipet tetes, gelas kimia, klem buret dan statif.
- Alat instrument spektrofotometer FTIR.

2.2. Bahan

Bahan-bahan yang diperlukan dalam penelitian ini yaitu: kelopak kembang sepatu berwarna merah; pelarut metanol; larutan HCl dan NaOH dengan konsentrasi kurang lebih 0,1 N; indikator fenolftalein, asam oksalat p.a, aquades, larutan buffer pH 1- 14.

2.3. Prosedur Kerja

Preparasi dan Karakterisasi Kelopak Kembang sepatu

Ditimbang sebanyak 50 g kelopak kembang sepatu segar, dikeringkan di udara terbuka selama 24 jam lalu dipotong kecil-kecil dengan ukuran kurang lebih 1 cm. Selanjutnya dilakukan proses ekstraksi soktelasi dengan menambahkan pelarut metanol sebanyak 500 mL dan di ekstrak sampai 15 siklus pada suhu 68 °C. Setelah itu Filtrat hasil ekstraksi didistilasi sampai menghasilkan volume distilat menjadi setengahnya. Untuk karakterisasi keberadaan zat warna antosianin dikarakterisasi menggunakan FTIR. Secara kualitatif, pengujian rentang pH indikator dilakukan dengan meneteskan masing-masing 1 tetes indikator ekstrak kembang sepatu terhadap berbagai larutan pH buffer dari pH 1 sampai 14 di atas plat tetes. Selanjutnya ekstrak kembang sepatu diuji sebagai indikator pada titrasi asam basa secara titrimetri.

Pengujian Indikator Secara Volumetri: Titrasi basa kuat dengan asam kuat

Memipet sebanyak 25 mL larutan NaOH 0,1 N yang sudah distandarisasi dalam erlenmeyer dan tambahkan beberapa tetes indikator ekstrak kembang sepatu hingga berwarna merah. Kemudian dititrasi secara *triplo* menggunakan larutan HCl 0,1 N sampai terjadi perubahan warna hijau (6 tetes atau 0,3 mL. Titrasi asam kuat – basa kuat umumnya menggunakan indikator fenolftalein (rentang pH 8-9), sehingga indikator ini digunakan sebagai pembanding. Dilakukan percobaan yang sama dengan menggantikan indikator ekstrak kembang sepatu dengan indikator pembanding fenolftalein.

Uji linieritas

10 mL titrat HCl 0,1 N dititrasi dengan titran NaOH 0,1 N menggunakan indikator ekstrak kembang sepatu. Pengujian dilakukan hingga 5 (lima) pengulangan.

Uji % recovery

Uji % *recovery* dilakukan dengan titrasi HCl dengan NaOH 0,1 N yang telah distandarisasi menggunakan indikator kembang sepatu. Titrasi dilakukan sebanyak enam kali pengukuran masing-masing pengukuran dilakukan duplo atau hingga memperoleh jumlah NaOH yang dibutuhkan konstan.

Uji kestabilan indikator alami

Uji kestabilan dilakukan dengan titrasi HCl 0,1 N dengan NaOH 0,1 N yang telah distandarisasi, menggunakan indikator ekstraksi kembang sepatu. Mengingat keterbatasan waktu, pengujian ini dilakukan sebanyak 8 (delapan) minggu.

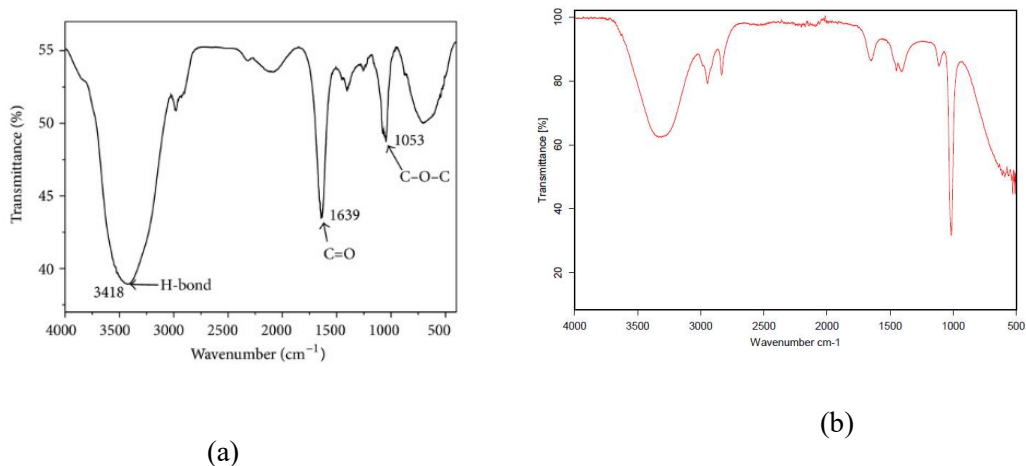
3. HASIL PENELITIAN

3.1. Ekstrak Kembang sepatu

Proses ekstraksi sokletasi yaitu suatu proses transfer massa dari fase padat ke fasa cair yang lebih dikenal dengan ekstraksi padat cair. Peristiwa ekstraksi sokletasi ini meliputi tiga tahapan yaitu difusi zat warna dari dalam padatan ke permukaan padatan lalu perpindahan massa zat warna dari permukaan padatan ke cairan dan difusi zat warna di dalam cairan sehingga ekstraksi sokletasi memungkinkan mengekstrak antosianin dari kembang sepatu tanpa merusak pigmen kembang sepatu tersebut dikarenakan tidak mengalami proses pemanasan langsung.

Ekstrak kembang sepatu didapat dengan mengekstraksi kembang sepatu dengan waktu 120 menit dengan suhu 68 °C. Hasil ekstrak yang didapat kemudian dipekatkan dengan cara destilasi dan didapat masing masing destilat sebanyak 50 ml dengan konsentrasi $\pm 24\%$. Hasil ekstrak kelopak kembang sepatu dengan pelarut metanol, yaitu berwarna ungu, range pH 5-9, dengan perubahan warna merah – hijau.

3.2. Spektrum FTIR ekstrak kembang sepatu

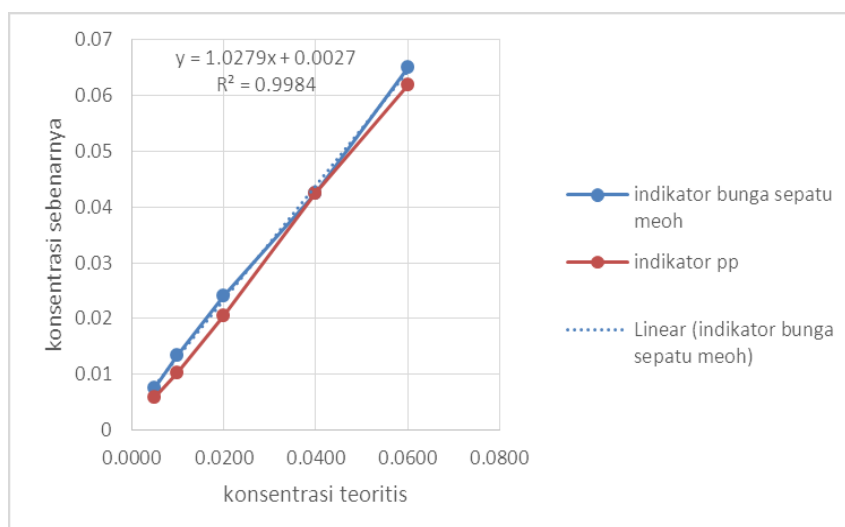


Gambar 2. Spektrum FTIR antosianin [8] (a) dan Spektrum FTIR ekstrak kembang sepatu (b)

Dari hasil spektrum Gambar 2, dapat dilihat ada kemiripan bilangan gelombang dari spektrum FTIR ekstrak kembang sepatu hasil ekstraksi menggunakan pelarut metanol dengan spektrum antosianin secara umum berdasarkan literatur. Dengan demikian ekstrak kembang sepatu dengan warna khas tersebut menunjukkan karena adanya senyawa antosianin.

3.3. Uji Linieritas akurasi / presisi dan uji Uji % Recovery

Pengujian linieritas akurasi dan presisi titrasi NaOH dengan HCl menggunakan indikator kembang sepatu dengan pembanding indikator fenoltalein dilakukan sebanyak 5 (lima) kali. Dari hasil pengujian yang ditunjukkan pada Gambar 3, diperoleh nilai koefisien korelasi menggunakan indikator fenoltalein yaitu sebesar $R = 0,9997$ sedangkan nilai koefisien korelasi menggunakan indikator ekstrak kembang sepatu $R = 0,9992$. Dari data yang diperoleh dapat disimpulkan menurut *guidance for method validation in chemical analysis* CIPAC 2010 bahwa pengukuran dapat diterima karena koefisien korelasi mendekati 1.



Gambar 3. Kurva linearitas titrasi HCl- NaOH dengan indikator kembang sepatu dan pembandingan indikator fenolftalein

Berikutnya dilakukan pengujian % *recovery* yaitu dengan titrasi HCl dan NaOH yang telah diketahui konsentrasinya. Titrasi dilakukan sebanyak enam kali pengukuran masing-masing pengukuran dilakukan hingga memperoleh jumlah NaOH yang dibutuhkan konstan. Dari pengujian yang dilakukan seperti tampak pada Tabel 1. diperoleh nilai % *recovery* dari indikator ekstrak kembang sepatu sebesar 101,16%. Menurut *guidance for method validation in chemical analysis* CIPAC 2010 bahwa jika nilai %w/w analit sekitar 0,1 – 1 maka % *recovery* yang diterima yaitu 85-115. Maka dapat disimpulkan pengujian % *recovery* dapat diterima.

TABEL I. Uji % *recovery* titrasi HCl- NaOH dengan indikator kembang sepatu

Titrasi 10 mL HCl 0,0879 N dengan NaOH 0,1041 N menggunakan indikator Kembang Sepatu			
Titrasi	Volume NaOH (mL)	Konsentrasi HCl (N)	% Recovery
1	8,50	0,0885	100,67
2	8,60	0,0895	101,85
3	8,50	0,0885	100,67
4	8,55	0,0890	101,26
5	8,60	0,0895	101,85
6	8,50	0,0885	100,67
Rata-rata			101,16

3.2. Uji Kestabilan ekstrak kembang sepatu

Uji kestabilan indikator ekstrak kembang sepatu dilakukan dengan pengulangan titrasi selama 8 minggu berturut-turut. Titrasi dilakukan terhadap 10 mL HCl 0,0937 N dengan NaOH 0,1028 N. Volume titrasi yang dapat dilihat pada Tabel 2.

TABEL II. Uji kestabilan indikator ekstrak kembang sepatu pada titrasi asam - basa

Minggu ke	Volume NaOH (mL)	Perubahan Warna Titik Akhir Titrasi
1	8,70	merah – hijau muda
2	8,60	merah – hijau muda
3	8,65	merah – hijau muda
4	8,70	merah – hijau muda
5	8,60	merah – hijau muda
6	8,70	merah – hijau muda
7	8,60	merah – hijau muda
8	8,70	merah – hijau muda

Selama 8 (delapan) minggu pengulangan, secara visual tidak ada perubahan warna dari indikator ekstrak kembang sepatu dan volume titik akhir titrasi relatif stabil. Dalam hal ini kestabilan tetap terjaga sama seperti perbandingan indikator fenolftalein. Dengan demikian pelarut metanol sangat baik untuk ekstraksi antosianin pada kembang sepatu sebagai indikator asam-basa.

Penggunaan ekstrak kembang sepatu sebagai indikator asam – basa tidak hanya dapat diterapkan pada titrasi asam kuat – basa kuat (seperti HCl – NaOH) tetapi dapat juga diterapkan pada titrasi asam lemah – basa kuat, seperti titrasi asam asetat (CH_3COOH) dengan NaOH. Hal ini disebabkan karena pH titik ekuivalen titrasi tersebut berada pada rentang pH perubahan warna indikator kembang sepatu yaitu pH 5-9.

3. KESIMPULAN

Dari penelitian ini, dapat disimpulkan, bahwa ekstrak kembang sepatu dengan pelarut metanol dapat digunakan sebagai indikator titrasi asam – basa dengan perubahan warna dari merah ke hijau pada rentang pH 5-9. Dari hasil pengujian diperoleh nilai koefisien korelasi $R = 0,9992$ dan nilai % recovery sebesar 101,16%, dimana nilai tersebut memenuhi standar metode validasi analisis kimia, dengan demikian indikator ekstrak kembang sepatu layak untuk digunakan sebagai pengganti indikator fenolftalein. Kestabilan ekstrak kembang sepatu tidak menunjukkan perbedaan perubahan warna maupun volume saat titrasi selama rentang waktu minimal 8 minggu pengulangan.

Acknowledgment

Penulis mengucapkan terimakasih kepada Unit Penelitian dan Pengabdian Masyarakat (UPPM) POLBAN yang telah memberikan dana untuk penelitian ini melalui dana Penelitian Mandiri.

Daftar Pustaka

- [1] A. D. Puspitasari dan L. S. Proyogo, “Perbandingan Metode Ekstraksi Maserasi Dan Sokletasi Terhadap Kadar Fenolik Total Ekstrak Etanol Daun Kersen (Muntingia Calabura),” *J. Ilm. Cendekia Eksakta*, pp. 1–8, 2013.
- [2] S. T. Herwanto, dan S. H. Putri, “Aktivitas Antioksidan pada Minyak Biji Kelor (Moringa Oleifera L.) dengan Metode Sokletasi Menggunakan Pelarut N-Heksan, Metanol dan Etanol,” vol. 10, no. 2, 2016.
- [3] S. Nuryanti, S. Matsjeh, C. Anwar, dan T. J. Raharjo, “Indikator Titrasi Asam-Basa dari Ekstrak Kembang Sepatu,” *Agritech.*, vol. 30, no. 3, pp. 178–183, 2010.

- [4] R.L Jackman, R.Y. Yada, M.A. Tung, and R.A. Speers, "Separation and chemical properties of anthocyanins used for their qualitative and quantitative analysis," A review. *Journal of Food Biochemistry*. vol. 11, pp. 179-208, 1987.
- [5] Torskangerpoll, Qyvind, M. dan Andersen, "Colour stability of anthocyanins in aqulous solutions at various pH values," *Journal of Food Chemistry*, 89: 427-444, 2004.
- [6] Anja, K., Latti, Kaisu, R., Riihinen, Pirjo, S. dan Kainulaine, "Isolasi and structure characterization of new anthocyanin derivat yellow pigments in oged red wines," *Journal of Agricultural and Food Chemisrty* 56: 190- 196, 2008.
- [7] S. Nuryanti, dan D.P. Pursitasari, "Isolasi Antosianin pada Kembang sepatu (*Hibicus rosa sinensis L*) dan Penentuan Reliabilitasnya sebagai Indikator Asam-basa," Seminar Nasional UGM Yogyakarta, 2008.
- [8] H. Chang, M. Kao, T. Chen, C. Chen, K. Cho, and X. Lai, "Characterization of Natural Dye Extracted from Wormwood and Purple Cabbage for Dye-Sensitized Solar Cells," *Int. J. of Photoenergy*, 2013