

## Analisis Monomer Sakarida dan Gugus Fungsi Kompleks Fe-Serat Pangan pada Perebusan Kondisi Asam

### *Analysis of Sacharide Monomer and Functional Groups of Fe- Dietary Fiber Complex at Acid Condition Boiling*

Leny Yuanita

Jurusan Kimia, FMIPA Universitas Negeri Surabaya

#### ABSTRACT

The aim of the study was to describe the changes of sacharide monomer and functional groups of Fe-dietary fiber complex at boiling with acidic medium. The research was designed as the Pre test-Post test Control Group, the treatment of variation pH (pH 3 and 7) and boiling time (raw and 35 minutes). The dependent variables were sacharide monomer of dietary fiber and functional groups of Fe-dietary fiber complex.  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  was added as source of mineral Fe. The results of the study showed: 1) At pH 3-boiling time 35' treatment, no changes to kinds of dietary fiber sacharide monomer, however changes of monomer content. 2) At pH 3-35' treatment, the Fe binding both to lignin and cellulose at -OH groups, but it was not able to bind hemicellulose. At raw-pH 7, the Fe binding to lignin at -OH, -COOH groups; to cellulose at -OH, -CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>, -COO groups; while to hemicellulose at -OH groups.

Keywords: Monomer, functional group, iron, acidity, dietary fiber

#### PENDAHULUAN

Pengikatan mineral oleh serat pangan (SP) dipengaruhi oleh pH medium sistem gastrointestinal, proses pengolahan, sumber, jenis dan konsentrasi serat dan mineral, dan adanya zat yang menghambat atau meningkatkan pengikatan mineral. Pengaruh tersebut berhubungan dengan kestabilan ikatan antar monomer, polimer komponen SP dan konstituen lain pada pemanasan, serta sifat ionisasi spesifik dari gugus fungsi hidroksil dan karboksil pada derajat keasaman tertentu.

Masing-masing komponen SP memiliki sifat berbeda pada perlakuan pH dan perebusan. Hemiselulosa bersifat stabil pada perebusan tetapi terhidrolisis dalam medium asam atau alkalis. Selulosa juga tidak terpengaruh oleh perebusan pada pH netral, tetapi asam atau basa dan temperatur tinggi dapat melabilkannya ikatan antar rantai selulosa, tergantung kekuatan asam basa. Senyawa pektat (termasuk pektin) mengalami degradasi eliminasi  $\beta$  dan deesterifikasi pada kondisi netral atau alkalis; dan hidrolisis ikatan glikosidik  $\alpha$ -1,4 pada kondisi pH<3. Berbeda dengan komponen SP yang lain, lignin bukan senyawa karbohidrat melainkan polimer aromatis kompleks yang terdiri dari unit fenil

propana. Ikatan pada lignin bersifat tahan terhadap hidrolisis asam atau alkalis.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa pengikatan Fe oleh serat pangan kacang panjang melalui pembentukan kompleks lebih dominan daripada adsorpsi fisik (Yuanita 2004). Terjadinya perubahan faktor sterik letak gugus fungsi dalam sistem matriks SP akan mempengaruhi pembentukan ikatan mineral terhadap komponen SP. Beck & Nagypal (1990) mengemukakan, letak gugus donor yang berdekatan lebih memungkinkan untuk pembentukan kelat daripada jika letak gugus donor tersebut berjauhan. Akibat panas perebusan dan kondisi asam akan melabilkannya atau memutuskan ikatan hidrogen di dalam atau antar rantai polimer, serta pemutusan ikatan glikosidik pada beberapa komponen SP. Hal ini berarti terjadi perubahan sterik antar molekul monomer atau polimer. Hasil perubahan ini tampak pada turunnya konstanta stabilitas efektif pada penurunan pH dan peningkatan lama perebusan bahan SP (Yuanita *et al.* 2006). Gugus fungsi utama pada komponen SP adalah hidroksil, karboksil, oksigen karbonil, oksigen eter dan oksigen  $\beta$  glikosidik; maka pembentukan kompleks Fe komponen SP adalah melalui gugus bermuatan negatif atau netral. Menurut Kaim & Schwederski (1994), polisakarida yang

mempunyai gugus fungsional mengandung oksigen yang bermuatan negatif berpotensi mengikat kation secara elektrostatik dan membentuk kelat melalui gugus polihidroksi.

Penelitian pengikatan Fe oleh SP kacang panjang pada variasi pH (pH 3 hingga 7) dan lama perebusan (tanpa perebusan/0 hingga 35 menit), menunjukkan bahwa penurunan pH dan peningkatan lama perebusan mengakibatkan penurunan pengikatan Fe oleh SP; secara *in-vitro* (Yuanita 2006) maupun secara *in-vivo* dalam bentuk campuran pakan *Rattus norvegicus* (Yuanita 2004). Pengikatan tertinggi Fe oleh SP kacang panjang terjadi pada perlakuan pH 7 - lama perebusan 0 menit/tanpa perebusan, dan terendah pada pH 3 – lama perebusan 35 menit. Tujuan penelitian ini adalah mendeskripsikan perubahan monomer sakarida SP dan gugus fungsi kompleks Fe-SP pada perebusan kacang panjang kondisi asam (pH 3 dan lama perebusan 35 menit).

## METODE

### Rancangan percobaan

Digunakan rancangan: *The Pretest-Posttest Control Group Design*. P<sub>1</sub> adalah perlakuan variasi pH 7 dan lama perebusan 0 menit (sebagai kontrol); P<sub>2</sub> adalah perlakuan variasi pH 3 dan lama perebusan 35 menit. Mineral Fe yang ditambahkan adalah FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O. Variabel terikat: monomer dan gugus fungsi SP.

### Bahan dan alat penelitian

Bahan: kacang panjang varietas hijau super, asam sulfat, asam klorida, ammonium hidroksida, buffer sitrat pH 3, ferosulfat heptahidrat, kalium bromida, petroleum eter, etanol, buffer asetat,  $\alpha$ -amilase, amiloglukosidase, kalium borohidrida, asam asetat glacial, metil imidazole, anhidrida asam asetat, natrium sulfat anhidrat, etil asetat, asam borat, dimetil fenol, monomer standar. Alat: spektrofotometer vis, *shaker waterbath*, sentrifuse, otoklaf, tanur, JASCO FT/IR (*infra red*) -5300 dan GC (*gas chromatography*) - HP5.

### Prosedur penelitian

Sampel kacang panjang diambil secara random dan dipotong-potong @ 4 cm, diberi perlakuan P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub>; larutan pH 3 untuk merebus sayur adalah buffer sitrat, pH 7 digunakan aquabides bebas Fe. Lama perebusan 35 menit diukur dengan jam pengukur waktu. Hasil perlakuan dihancurkan dengan *juicer* dan dikering-bekukan, digiling hingga lolos dari ayakan 100 mesh. Terhadap tepung kacang yang diperoleh dilakukan analisis monomer sakarida SP melalui metode Uppsala (Thender *et al.* 1995) dan isolasi komponen SP melalui metode Saha &

Woodward (Santosa *et al.* 2004); sedangkan kadar asam uronat berdasarkan pada reaksi antara o-hidroksidifenil dengan anhidrouronat hasil hidrolisis senyawa pektat yang diukur pada  $\lambda$  520 nm (Muchtadi *et al.* 1992). Terhadap hasil isolasi komponen SP kemudian dilakukan analisis pengikatan Fe melalui metode Miller *et al.* (1981) dan dilanjutkan dengan identifikasi gugus fungsi komponen SP sebelum dan sesudah penambahan FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O melalui spektrofotometer IR.

### Analisis data

Data kromatogram monomer sakarida SP dan data spektra IR gugus fungsi komponen SP dianalisis secara deskriptif kualitatif; sedangkan hasil kadar komponen SP dianalisis secara deskriptif kuantitatif.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

### Kadar monomer sakarida serat pangan kacang panjang

Analisis monomer sakarida SP kacang panjang perlakuan pH 7- lama perebusan 0 menit dan pH 3- lama perebusan 35 menit melalui metode Uppsala didapatkan hasil pada Tabel 1. Pada Tabel 1 didapatkan bahwa perlakuan pH dan perebusan tidak mengubah jenis monomer SP; perubahan yang terjadi terletak pada kadar masing-masing monomer sebagaimana terdapatnya perbedaan pada persentase area kromatogram. Pada beberapa monomer mempunyai puncak dalam kromatogram tetapi tidak terhitung dalam persentase areanya; hal ini dimungkinkan akibat perubahan struktur . Pada perlakuan pH 7- lama perebusan 0 menit, urutan persentase area monomer secara berurutan dari yang terbesar adalah arabinosa, galatososa, ramnosa, glukosa, xylosa, manosa, dan fukosa. Sementara pada perlakuan pH 3 - lama perebusan 35 menit adalah ramnosa, galaktosa, manosa, arabinosa, glukosa/xylosa/fukosa. Perbedaan kadar komponen monomer mengakibatkan perbedaan kekuatan ikatan dan faktor sterik antar monomer sehingga terbentuk keadaan yang kurang menguntungkan bagi gugus fungsi yang berdekatan untuk membentuk ikatan kelat dengan Fe dan berkurangnya kestabilan kompleks.

### Kadar komponen serat pangan dan asam uronat kacang panjang

Hasil analisis kadar komponen SP (selulosa, lignin, hemiselulosa, dan asam uronat) kacang panjang pada perlakuan pH 7 - lama perebusan 0 menit dan pH 3 - lama perebusan 35 menit terdapat pada Tabel 2.

Tabel 1. Waktu retensi (RT) dan luas area monomer sakarida SP kacang panjang pada Perlakuan pH 7- lama perebusan 0 menit dan pH 3- lama perebusan 35 menit.

| Monomer<br>Sakarida SP | Standar    | pH 7<br>lama perebusan 0 menit |          | pH 3<br>lama perebusan 35 menit |          |
|------------------------|------------|--------------------------------|----------|---------------------------------|----------|
|                        | RT (menit) | RT (menit)                     | Area (%) | RT (menit)                      | Area (%) |
| Galaktosa              | 1.735      | 1.732                          | 0.019    | 1.726                           | 0.015    |
| Glukosa                | 3.870      | 3.874                          | 0.145    | (*)                             |          |
| Manosa                 | 7.955      | 7.951                          | 0.005    | 7.944                           | 0.010    |
| Arabinosa              | 11.592     | 11.595                         | 0.035    | 11.620                          | 0.008    |
| Xylosa                 | 27.496     | 27.034                         | 0.008    | (*)                             |          |
| Fucosa                 | 28.132     | (*)                            |          | (*)                             |          |
| Ramnosa                | 30.215     | 30.206                         | 0.015    | 30.197                          | 0.016    |

Keterangan: (\*) terdeteksi puncak dalam kromatogram, tetapi tak terhitung dalam % area (area reject =0) RT = waktu retensi (*retention time*)

Tabel 2. Rerata kadar komponen SP kacang panjang.

| Perlakuan         | Komponen Serat Pangan |          |                                  |                    |
|-------------------|-----------------------|----------|----------------------------------|--------------------|
|                   | Lignin (%)            | Selulosa | Hemiselulosa<br>(monomer, mg/ml) | Asam Uronat<br>(%) |
| pH 7- LP 0 menit  | 9.4320                | 12.7279  | 0.0398                           | 0.3568             |
| pH 3- LP 35 menit | 9.7819                | 14.2351  | 0.0284                           | 0.3101             |

Keterangan: LP = lama perebusan

Kadar selulosa dan lignin pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit lebih tinggi daripada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit atau tanpa perebusan. Peningkatan kadar lignin sangat dimungkinkan akibat terbentuknya “benda lignin” yang terukur sebagai lignin. Akibat pengaruh panas atau asam maka senyawa fenol jaringan tanaman membentuk ikatan silang, berikatan ester dengan polisakarida dinding sel dan membentuk “benda lignin”(Dreher 1987). Ikatan protein dan sakarida pada pemasakan, akan membentuk melanoidin yang tak larut, disebut senyawa Maillard. Menurut Suyitno (1992), jika tanin kental (*condensed tannin*) yang terbentuk dari polimerisasi unit flavonoida-leukosianidin dan katekin belum terekstraksi oleh larutan detergen atau alkali, maka akan terdeteksi sebagai lignin. Kenaikan kadar lignin juga disebabkan terbentuknya kondensasi protein dengan tanin sebagai benda lignin tidak tercerna (Dougall 1996).

Menurut Belitz (1987), asam dan basa mampu melabilkan ikatan antar rantai selulosa, sedangkan degradasi ikatan glikosidik  $\beta$ -1,4 akan terjadi jika dilakukan pemanasan dengan asam kuat atau konsentrasi tinggi; berarti pada kondisi perebusan pH 3 dengan buffer sitrat

belum terjadi hidrolisis asam. Namun, selama proses perebusan terjadi hilangnya integritas jaringan, pecahnya *middle lamella*, kerusakan dinding sel dan gelatinisasi pati yang memungkinkan terbentuknya pati tidak tercerna (*resistant starch= RS*) yang bersifat tak larut (Marle 1997). *Resistant starch* tergolong dalam serat pangan dan terukur sebagai selulosa karena tidak terhidrolisis oleh  $\alpha$  amilase. Pembentukan pati tak tercerna juga merupakan akibat terjadinya ikatan hidrogen yang kuat antar molekul amilosa atau antara amilosa dan amilopektin (Suyitno 1991). Di samping itu peningkatan terbukanya dinding sel akan mengakibatkan pembebasan pati dan lipida yang lebih efektif, sehingga selama proses perebusan juga terbentuk senyawa kompleks hasil ikatan pati dan lipida yang bersifat sebagai pati tidak tercerna (Dougall *et al.* 1996). Hasil penelitian Cheung & Chau (1998) mendapatkan bahwa pada perebusan biji kacang-kacangan terjadi peningkatan pati tidak tercerna dengan meningkatnya lama perebusan. Kadar hemiselulosa pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit lebih rendah daripada perlakuan pH 7 – tanpa perebusan. Hal ini sangat dimungkinkan akibat terjadinya hidrolisis. Sesuai dikemukakan oleh Jiminez

(1996), bahwa salah satu faktor yang mempengaruhi kadar hemiselulosa adalah pH prosesing sebab pada pH tinggi akan terjadi degradasi alkalis, dan pada pH rendah terjadi hidrolisis. Pada hidrolisis asam terbentuk hasil depolimerisasi yang beragam, tergantung monomer rantai utama dan cabang.

Menurut Muchtadi *et al.* (1992), kadar asam uronat yang diperoleh dari hasil analisis setara dengan kadar senyawa pektat dalam sampel, disebabkan senyawa uronat merupakan komponen utama senyawa pektat. Dari Tabel 2 didapatkan kadar asam uronat perlakuan pH 3 - lama perebusan 35 menit lebih rendah daripada pH 7 - tanpa perebusan. Hal ini sangat dimungkinkan akibat reaksi yang terjadi pada perebusan kondisi asam. Menurut Belitz & Grosch (1987), pada kondisi pH netral suhu 20 °C pektin akan mengalami deesterifikasi yang disertai degradasi eliminasi-β dan dipercepat dengan pemanasan. Sedangkan pada perebusan dengan kondisi pH 7 akan terjadi depolimerisasi senyawa pektat (Cheung & Chau 1998). Sementara itu, menurut Voragen (1995), pada pH 5 dan suhu 115 °C sekitar 38% ikatan glikosidik mengalami degradasi eliminasi-β; sedangkan pada pH > 5 dan suhu > 60 °C akan terjadi hidrolisis asam.

#### **Pengikatan Fe pada gugus fungsi komponen serat pangan dengan spektra pita absorpsi IR senyawa lignin**

Pergeseran bilangan gelombang spektra pita absorpsi IR terhadap lignin pada perlakuan pH 7 - lama perebusan 0 menit dan pH 3- lama perebusan 35 menit terdapat pada Tabel 3.

Serapan lebar pada bilangan gelombang 3366.09 dan 3223.34 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan adanya gugus -OH alkohol atau fenol, diperkuat dengan adanya vibrasi rentangan C-O

alkohol yang muncul sebagai puncak-puncak kuat pada serapan 1051.30 dan 1078.31 cm<sup>-1</sup>. Oleh karena serapan C-O bergabung dengan vibrasi rentangan C-C yang berdekatan, maka kedudukan serapan tersebut selain mengindikasikan adanya struktur alkohol primer, sekunder, dan tertier, juga mengindikasikan adanya senyawa fenolat. Puncak serapan pada kisaran 1300-1000 cm<sup>-1</sup> tersebut juga mengindikasikan adanya gugus eter -CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>- . Adanya gugus karbonil pada asam (-COOH) ditunjukkan oleh serapan kuat pada 1666.65 dan 1641.57 cm<sup>-1</sup>. Adanya gugus -COOH selain didukung adanya gugus karbonil juga ditunjukkan adanya serapan lebar dari gugus -OH.

Pada spektra lignin perlakuan pH 7 - perebusan 0 menit sebelum dan sesudah penambahan FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O didapatkan pergeseran serapan melalui penurunan bilangan gelombang secara berarti pada gugus -OH alkohol/fenol, karboksilat -COOH. Hal ini berarti dimungkinkan terbentuknya ikatan Fe pada lignin melalui ikatan dengan oksigen pada gugus hidroksil -OH, karbonil dari -COOH; sebab dengan terikatnya Fe berarti atom yang diikat oleh atom karbon massanya naik, sehingga masa tereduksi ( $\mu$ ) juga akan naik, dan frekuensi vibrasi turun. Turunnya bilangan gelombang juga merupakan akibat terbentuknya ikatan hidrogen, yang dapat dipandang sebagai hibrida resonansi sehingga ikatan hidrogen memperpanjang ikatan awal dan memperlemah ikatan. Hal ini berakibat pada penurunan frekwensi vibrasinya. Pada gugus eter alifatis CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>, lebih sulit terjadi ikatan dengan Fe. Faktor sterik senyawa lignin juga berpengaruh pada pengikatan Fe oleh gugus fungsi.

Tabel 3. Pergeseran bilangan gelombang spektra pita absorpsi IR lignin pada perlakuan pH 7 - lama perebusan 0 menit dan pH 3 - lama perebusan 35 menit (sebelum dan sesudah penambahan FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O).

| Perlakuan                      | Serapan Gugus                      | Bilangan Gelombang (cm <sup>-1</sup> ) |         |
|--------------------------------|------------------------------------|--|---------|
|                                |                                    | Sebelum                                | Sesudah |
| pH 7 - lama perebusan 0 menit  | - OH alkohol/fenol                 | 3366.09                                | 3223.34 |
|                                | - COOH                             | 1666.65                                | 1641.57 |
|                                | -CH <sub>2</sub> -(C=O)            | 1406.23                                | 1400.45 |
|                                | CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub> | 1051.30                                | 1078.31 |
| pH 3 - lama perebusan 35 menit | - OH alkohol/fenol                 | 3466.39                                | 3396.95 |
|                                | - COO <sup>-</sup>                 | 1602.99                                | 1606.85 |
|                                | -CH <sub>2</sub> -(C=O)            | 1404.30                                | 1402.38 |
|                                | CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub> | 1076.38                                | 1078.31 |

Hasil perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit setelah penambahan  $\text{FeSO}_4$ , menunjukkan bahwa pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit dimungkinkan terbentuknya ikatan Fe pada molekul lignin melalui ikatan dengan oksigen pada gugus hidroksil -OH, sebab hanya pada gugus tersebut yang mengalami penurunan bilangan gelombang secara berarti. Pada gugus garam karboksil terionisasi  $\text{COO}^-$ ,  $\text{CH}_2\text{-O-CH}_2$ , lebih sulit terjadi ikatan dengan Fe. Hal ini teramat dengan meningkatnya energi ikatan gugus fungsi tersebut. Penurunan bilangan gelombang dimungkinkan akibat terikatnya Fe oleh karena melalui pengikatan akan terjadi kenaikan massa atom karbon sehingga massa tereduksi ( $\mu$ ) juga akan naik dan berakibat turunnya frekuensi vibrasi atau bilangan gelombang, serta akibat tingginya ikatan hidrogen antar gugus fungsi.

Berdasarkan spektra pita absorpsi IR senyawa lignin dikemukakan bahwa pada lignin terdapat ikatan antara Fe dengan oksigen dari gugus -OH, karbonil dari -COOH. Pada pengikatan tertinggi (perlakuan pH 7- lama perbusan 0 menit) Fe terikat oleh lignin pada gugus -OH, -COOH ; sedangkan pada pengikatan terendah (perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit) pada gugus -OH. Pada eter siklik sulit terjadi pengikatan Fe dimungkinkan faktor sterik lignin.

#### **Pengikatan Fe pada gugus fungsi komponen serat pangan dengan spektra pita absorpsi IR senyawa hemiselulosa**

Pergeseran bilangan gelombang spektra pita absorpsi IR terhadap hemiselulosa pada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit dan pH 3- lama perebusan 35 menit terdapat pada Tabel 4.

Pada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit terdapat penurunan bilangan gelombang serapan gugus hidroksil -OH dari  $3445.18 \text{ cm}^{-1}$  menjadi  $3429.74 \text{ cm}^{-1}$ , hal ini menunjukkan penurunan energi ikat gugus fungsi yang dimungkinkan akibat terjadinya ikatan dengan Fe. Serapan kuat pada  $1635.78$  dan  $1637.71 \text{ cm}^{-1}$  menunjukkan terdapatnya gugus karbonil dari garam karboksil terionisasi  $-\text{COO}^-$ . Perbedaan tersebut disebabkan perubahan dalam momen dipol akibat frekwensi rentangan C=O peka terhadap atom-atom yang diikat. Peningkatan bilangan gelombang serapan gugus  $-\text{COO}^-$  menunjukkan naiknya energi ikat gugus fungsi, berarti sulit terjadinya ikatan dengan Fe. Pada penambahan Fe dimungkinkan terjadinya penurunan ikatan hidrogen yang merupakan akibat dari faktor sterik dengan masuknya ion Fe, sehingga terjadi peningkatan bilangan gelombang.

Identifikasi spectrum IR pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit setelah penambahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  menunjukkan terjadi pergeseran serapan gugus -OH dengan naiknya bilangan gelombang; berarti sulit untuk terjadinya pengikatan Fe. Serapan gugus karboksil garam terionisasi  $-\text{COO}^-$  tidak mengalami pergeseran, ini menunjukkan tidak terjadi perubahan pengikatan oleh Fe pada penambahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ .

Berdasarkan spektra pita absorpsi IR senyawa hemiselulosa dikemukakan bahwa pada hemiselulosa terdapat ikatan antara Fe dengan oksigen dari gugus -OH. Pada pengikatan tertinggi (perlakuan pH 7- lama perbusan 0 menit) Fe terikat oleh hemiselulosa pada gugus -OH; sedangkan pada pengikatan terendah (perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit) sulit terjadi pengikatan Fe pada gugus -OH maupun  $-\text{COO}^-$ .

Tabel 4. Pergeseran bilangan gelombang spektra pita absorpsi IR hemiselulosa pada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit dan pH 3 – lama perebusan 35 menit (sebelum dan sesudah penambahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ).

| Perlakuan                      | Serapan Gugus      | Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) |         |
|--------------------------------|--------------------|---|---------|
|                                |                    | Sebelum                                 | Sesudah |
| pH 7 – lama perebusan 0 menit  | - OH alkohol/fenol | 3445.18                                 | 3429.74 |
|                                | - $\text{COO}^-$   | 1635.78                                 | 1637.71 |
| pH 3 – lama perebusan 35 menit | - OH alkohol/fenol | 3449.03                                 | 3476.04 |
|                                | - $\text{COO}^-$   | 1637.71                                 | 1637.71 |

Tabel 5. Pergeseran bilangan gelombang spektra pita absorpsi IR selulosa pada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit dan pH 3 – lama perebusan 35 menit (sebelum dan sesudah penambahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ).

| Perlakuan                      | Serapan Gugus                         | Bilangan Gelombang ( $\text{cm}^{-1}$ ) |         |
|--------------------------------|---------------------------------------|---|---------|
|                                |                                       | Sebelum                                 | Sesudah |
| pH 7 – lama perebusan 0 menit  | - OH alkohol/fenol                    | 3402.74                                 | 3146.18 |
|                                | - COO <sup>-</sup>                    | 1653.14                                 | 1635.78 |
|                                | -CH <sub>2</sub> -(C=O)               | 1400.45                                 | 1404.30 |
| pH 3 – lama perebusan 35 menit | CH <sub>2</sub> -O-CH <sub>2</sub>    | 1113.03                                 | 1064.80 |
|                                | - OH alkohol/fenol                    | 3387.31                                 | 3377.66 |
|                                | - COO <sup>-</sup>                    | 1635.78                                 | 1647.36 |
|                                | -CH <sub>3</sub> ; -CH <sub>2</sub> - | 2928.21                                 | 2922.42 |

#### Pengikatan Fe pada gugus fungsi komponen serat pangan dengan spektra pita absorpsi IR senyawa selulosa

Pergeseran bilangan gelombang spektra pita absorpsi IR terhadap selulosa pada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit dan pH 3 – lama perebusan 35 menit terdapat pada Tabel 5.

Berdasarkan penurunan bilangan gelombang serapan gugus -OH, -COO<sup>-</sup>, -CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-, pada Tabel 5 dapat dikemukakan bahwa penambahan  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  pada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit memungkinkan terbentuknya ikatan Fe pada molekul selulosa melalui ikatan dengan oksigen pada gugus hidrosil -OH, eter alifatis -CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-, dan garam karboksil terionisasi -COO<sup>-</sup>. Terdapatnya gugus -COO<sup>-</sup> pada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit dimungkinkan akibat perlakuan isolasi selulosa. Meningkatnya bilangan gelombang untuk serapan gugus -CH<sub>2</sub>-(C=O) menunjukkan sulitnya terjadi pengikatan Fe akibat turunnya ikatan hidrogen pada oksigen karbonil. Faktor sterik gugus akan membedakan pengaruhnya terhadap gugus -OH, eter alifatis, maupun ion karboksil.

Pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit, dimungkinkan terjadinya pengikatan Fe pada selulosa melalui oksigen pada gugus -OH. Pergeseran secara tidak berarti pada bilangan gelombang gugus metil -CH<sub>3</sub>, dan metilen -CH<sub>2</sub>-.

Terdapatnya gugus -CH<sub>3</sub>, -CH<sub>2</sub>-, -COO<sup>-</sup> pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit sangat dimungkinkan terbentuk akibat oksidasi dan degradasi serat pangan maupun buffer sitrat yang dipergunakan untuk kondisi pH 3.

Berdasarkan spektra pita absorpsi IR senyawa selulosa dapat dikemukakan bahwa pada selulosa terdapat ikatan antara Fe dengan

oksigen dari gugus -OH, -COO<sup>-</sup>, dan CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>. Pada pengikatan tertinggi (perlakuan pH 7 – lama perbusan 0 menit) Fe terikat oleh selulosa pada gugus -OH, -COO<sup>-</sup>, dan CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>; sedangkan pada pengikatan pengikatan terendah (perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit) pada gugus -OH.

Dari hasil analisis spektra pita absorpsi IR dapat dikemukakan bahwa gugus -OH mempunyai peran yang tinggi dalam pengikatan Fe, pada pengikatan tertinggi maupun terendah; berarti sangat dimungkinkan ikatan ini membentuk kelat, di samping peran faktor sterik. Hal ini sesuai dengan Sipos *et al.* (1995), jika kelat Fe(III) polisakarida mempunyai kestabilan tinggi maka pembentukan kelat tersebut melibatkan deprotonisasi gugus -OH atau ikatan dengan oksigen β-glikosidik; sedangkan menurut Kaim & Schwederski (1994), polisakarida yang mempunyai gugus fungsional mengandung oksigen yang bermuatan negatif berpotensi mengikat kation secara elektrostatik dan membentuk kelat melalui gugus polihidroksi.

#### KESIMPULAN

Perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit tidak mengakibatkan perubahan jenis monomer sakarida SP, tetapi mengakibatkan perubahan kadar monomer. Pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit, ikatan Fe dengan lignin maupun selulosa pada gugus fungsi -OH; sedangkan terhadap hemiselulosa tidak terjadi pengikatan. Pada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit, ikatan Fe dengan lignin pada gugus fungsi -OH, -COOH; terhadap selulosa pada gugus fungsi -OH, -CH<sub>2</sub>-O-CH<sub>2</sub>-, dan -COO<sup>-</sup>; sedangkan terhadap hemiselulosa pada gugus fungsi -OH.

Kadar lignin dan selulosa pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit lebih tinggi daripada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit. Kadar hemiselulosa dan pektat pada perlakuan pH 3 – lama perebusan 35 menit lebih rendah daripada perlakuan pH 7 – lama perebusan 0 menit.

## DAFTAR PUSTAKA

- Beck MT & Nagypal I. 1990. *Chemistry of Complex Equilibria*. New york: John Wiley & Sons
- Belitz HD & Grosch W. 1987. *Food Chemistry*. Heidelberg: Springer-Verlag Berlin.
- Cheung PCK & Chau CF. 1998. Changes in Dietary Fibre (Resistant Starch and Non Starch Polysaccharides) Content of Cooked Flours Prepared from Three Chinese Indigenous Legume Seeds. *J. Agric. Food Chem.* **46**: 262–265.
- Dreher ML. 1987. *Handbook of Dietary Fiber*. New York and Basel : Marcel Dekker Inc.
- Dougall GJ, Morrison IM, Stewart D, Hillman JR, 1996. Plant Cell Walls as Dietary Fibers : Range, Structure, Processing and Function. *J. Sci. Food Agric.* **70**: 133-150.
- Jiminez A, Rafael G, Coral S, Juan FB, Antonia H. 1996. Molecular Weight and Ionic Characteristics of Olive Cell Wall Polysaccharides During Processing. *J. Agric. Food Chem.* **44** : 913 – 918.
- Kaim W & Schwederski B 1994. *Bioinorganic Chemistry: Inorganic Elements in the Chemistry of Life*. Chichester : John Wiley & Sons.
- Marle JT, Smith TS, Donkers J, van Dijk C, Voragen AGJ, Recourt K, 1997. Chemical and Microscopic Characterization of Potato Cell Walls During Cooking. *J. Agric. Food Chem.* **45** : 50 – 58.
- Miller DD, Schricker BR, Rasmussen RR, Van Campen D. 1981. An In Vitro Method for Estimation of Iron Availability From Meals. *The Am. J. of Clin. Nut.* **34** : 2248 – 2256.
- Muchtadi D, Sri Palipi N, Astawan M. 1992. *Metoda Kimia Biokimia dan Biologi dalam Evaluasi Nilai Gizi Pangan Olahan*. Bogor : Dep. P dan K. Dir. Jen. Dik. Ti. P.A.U. Pangan dan Gizi.
- Santosa J, Jumina, Sudiono S. 2004. *Sintesis Membran Bio-Urai Selulosa Asetat dan Adsorben Super Karboksimetilselulosa dari Ampas Tebu limbah Pabrik Gula*. (Laporan Komprehensif Hasil Penelitian Hibah Bersaing XI). Yogyakarta: Lembaga Penelitian UGM.
- Sipos P, Pierre TG, Tombacz E, Webb J. 1995. Rod Like Iron (III) Oxyhydroxide Particles in Iron(III)- Polysaccharide Solutions. *J.of Inorganic Biochem.* **58**: 129-138.
- Suyitno 1992. *Serat Makanan* (Bahan Ajar). Yogyakarta: PAU Pangan dan Gizi UGM.
- Theander O, Aman P, Westerlund E, Anderson R, Pettersson D. 1995. Total Dietary Fiber Determined as Neutral Sugar Residues, Uronic Acid Residues, and Klason Lignin (The Uppsala Method): Collaborative Study. *J. of AOAC International*. Vol. **78** (4):1030-1044.
- Voragen AGJ & Pilnik W. 1995. Pectins. In : *Food Polysaccharides and Their Applications*. Edited by Stephen AM : 287 – 339
- Yuanita L. 2004. Pengikatan Fe oleh Serat Pangan Kacang Panjang pada Kombinasi Derajat Keasaman dan Lama Perebusan. *Prosiding Seminar Nasional Kimia VI*. ISBN 979-95845-6-6. 10 Agustus 2004.
- Yuanita L. 2006. Penggunaan Metode Grafik Langmuir dan Scatchard pada Penentuan Pola Interaksi Mineral dengan Makromolekul. *Prosiding Seminar Nasional Kimia* ISBN: 979-445-065-0. 4 Februari 2006.
- Yuanita L, Suyono, Hidayati S. 2006. *Penentuan Mekanisme Reaksi Pembentukan Kompleks Fe-Serat pangan pada Kondisi Sisrim Gastrointestinal*. Laporan Penelitian Fundamental 2006.