

EKSPLORASI SENYAWA KIMIA DARI DAUN PALIASA  
(*Kleinhovia hospita* Linn.) PADA FRAKSI ETIL ASETAT  
YANG AKTIF TERHADAP UDANG *Artemia salina* Leach.



ANASTASIA T.A

H 311 01 016



Tgl. Terbit	06 Agustus 05
Asal Dari	fak. Uipa
Banyaknya	1 (satu) ek
Harga	4
No. Inventaris	357/06-08-05
No. R. 12	

JURUSAN KIMIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN  
ALAM  
UNIVERSITAS HASANUDDIN  
MAKASSAR  
2005

**EKSPLORASI SENYAWA KIMIA DARI DAUN PALIASA  
(*Kleinhovia hospita* Linn.) PADA FRAKSI ETIL ASETAT  
YANG AKTIF TERHADAP UDANG *Artemia salina* Leach.**

*Skripsi ini diajukan sebagai salah satu syarat  
untuk mencapai gelar sarjana sains*

Oleh

**ANASTASIA T.A  
H 311 01 016**



**MAKASSAR**

**2005**

*SKRIPSI*

**EKSPLORASI SENYAWA KIMIA DARI DAUN PALIASA  
(*Kleinhovia hospita* Linn.) PADA FRAKSI ETIL ASETAT  
YANG AKTIF TERHADAP UDANG *Artemia salina* Leach.**

Disusun dan diajukan oleh

**ANASTASIA T.A  
H 311 01 016**

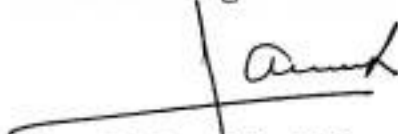
Skripsi ini telah diperiksa dan disetujui oleh:

Pembimbing Utama



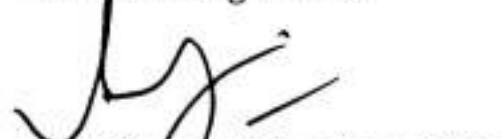
Dr. Nunuk Hariani S., MS.  
Nip: 131 658 774

Pembimbing Pertama



Drs. B. Jawahir, MS  
NIP. 130 288 861

Pembimbing Kedua



Prof. Dr. H. Alfian Noor, MSc  
NIP. 130 520 684

*Berbahagialah orang yang mendapat hikmat dan yang memperoleh  
kepandaian,  
karena keuntungannya melebihi keuntungan perak  
dan hasilnya melebihi emas  
Ia lebih berharga dari pada permata, apapun yang kau inginkan,  
tidak dapat menyamainya.*

*Siapa mengindahkan didikan, menuju jalan kehidupan,  
tetapi siapa mengabaikan teguran akan tersesat.*

*Untuk segala sesuatu ada masanya,  
untuk apapun dibawah langit ada waktunya*

*Karya kecil ini kupersembahkan kepada mereka yang tetap menyayangi dan  
selalu setia menemani perjalanan hidupku.*

## KATA PENGANTAR

Segalah puji dan syukur penulis haturkan kehadirat Tuhan Yang Maha Kuasa, karena berkat rahmat, kasih, perlindungan serta restu-Nya sehingga penulis dapat menyusun dan menyelesaikan skripsi ini dengan baik tepat pada waktunya, guna memenuhi salah satu syarat untuk memperoleh gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Limpah terimakasih dan penghargaan yang sebesar-besarnya penulis haturkan kepada **Ibu Dr. Nunuk Hariani S, MS.** selaku pembimbing utama, **Bapak Drs Beddu Jawahir, MS.** selaku pembimbing pertama dan **Bapak Prof. Dr. H. Alfian Noor, MSc.** selaku pembimbing kedua yang telah banyak meluangkan waktu, tenaga dan pikiran dalam menuntun, mengarahkan dan membimbing penulis baik dalam penelitian maupun dalam penyusunan skripsi ini hingga selesainya. Juga kepada **Bapak Dr. Ir. Prastawa Budi** dan **Ibu Dra. Hj. Hasnah Natsir, Msi.** masing-masing selaku Ketua dan Sekretaris Jurusan Kimia Fakultas MIPA Universitas Hasanuddin.

Penulis juga menghaturkan terimakasih yang tulus kepada:

1. Tim penguji, **Bapak Drs. Yusafir Hala, MSi.,** (ketua), **Ibu Dra. Hj. Seniwati Dali, Msi.** (sekretaris) **Bapak Ir. Prastawa Budi, Ibu Dr. Nunuk Hariani S., MS,** serta **Bapak Prof. Dr. H. Alfian Noor, MSc.** masing-masing sebagai anggota dan segenap dosen serta pegawai Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin

2. Hormat dan sujud kepada ayahanda **Bapak T. Ta'dung Allo** dan ibunda **Christina Tulak** serta **Pastor Stefanus Salenda' Lebang Pr** berkat doa, cinta dan kasih sayang yang tidak bertepi serta dukungannya baik materi maupun moril sehingga penulis bisa menyelesaikan skripsi ini dengan baik. Kepada kakak terkasih **Abia** (Almarhumah) meskipun kakak sudah tiada namun kasihmu tetap menjadi kekuatan dalam hidup penulis. Juga kepada kakak **Agnes** dan adik **Anthon** yang selalu setia memberikan semangat kepada penulis .
3. Kakak tersayang (**K' SIL**), selesainya skripsi ini tidak terlepas dari dukungan, perhatian, doa dan kasih sayang yang senantiasa kakak berikan kepada penulis.
4. Adik kecil "**Emi**" yang selalu setia mendampingi dan menemani penulis dalam keadaan apapun. Namamu akan terukir indah dalam hati penulis.
5. Teman-teman seperjuangan "**Paliasa dan Moraceae group**" (Elly, Hasmina, Rahmin, Nurma, Asry, Habibie, Tahir, Tria, Amina, dan Sutra) spesial **Anis** dan **Wiwi**, terima kasih atas kebersamaan yang terjalin di antara kita selama ini, baik selama penelitian maupun dalam penyusunan skripsi. Semoga persahabatan kita tidak terkikis oleh sang waktu.
6. Teman-teman "**chemistry 01**": **Dina, Deby, Ita, Ira, Ayu, Anis, Wiwi, Fitri , Meylan, Agnes NC, Agnes Y, Masdin, Sutra, Dian, Wira, Habibie, Gulam, Jaya, Amina , Indra, Bisma, Nurma, Rahmin, Mely, Tria , Asry, Fitriani, Hani, Fahri, Wayan, Budi, Anang, Tahir, Tamriea, Idham, Minu, Elly, dan Ega.**
7. Saudara-saudara dari Paduan Suara "**Serafim**" yang selalu mendukung penulis dengan cara dan gaya masing-masing baik berupa tenaga, pikiran, pujian

maupun celaan yang memotivasi penulis dalam penyusunan hingga selesainya skripsi ini. Terima kasih yang sebesar-besarnya penulis haturkan teristimewa kepada : **Ronald, Kres, Nelce, Mbak Desi, Ito, Anis, Sabe, Wina, Ino, Petric, K'Reli, K' Cici, dan K'Jo.** Hidup ini indah karena adanya kalian.

8. Kepada semua pihak yang telah berperan sehingga skripsi ini bisa selesai dengan baik.

Penulis sungguh menyadari bahwa skripsi ini tidak terlepas dari kekurangan, oleh karena itu saran dan kritik yang sifatnya membangun sangat diharapkan demi kesempurnaan karya tulis ini.

Akhirnya penulis dengan segala kerendahan hati mohon maaf jika terdapat kekeliruan dalam penyusunan dan penulisan skripsi ini semoga karya tulis ini dapat memberikan kontribusi dan manfaat bagi perkembangan ilmu pengetahuan khususnya Kimia Organik Bahan Alam.

Makassar, Mei 2005

Penulis

## ABSTRAK

Daun paliasa (*Kleinhovia hospita* Linn) digunakan oleh masyarakat khususnya masyarakat Sulawesi Selatan sebagai obat tradisional untuk mengobati berbagai macam penyakit. Penelitian ini dilakukan untuk isolasi dan identifikasi serta uji bioaktivitas senyawa kimia yang terkandung dalam daun paliasa fraksi etil asetat. Proses isolasi dilakukan dengan metoda maserasi, ekstraksi dan fraksinasi serta uji bioaktivitas terhadap benur udang *Artemia salina* Leach dengan menggunakan metoda *Brine Shrimp Lethality Test*. Dari proses isolasi diperoleh dua isolat tunggal yaitu senyawa 1 yang termasuk golongan terpen dan senyawa 2 yang merupakan senyawa turunan stilben. Informasi kedua senyawa ini diperoleh berdasarkan data uji pendahuluan menggunakan pereaksi Lieberman-Buchard dan analisis spektroskopi IR. Hasil uji bioaktivitas terhadap fraksi-fraksi tersebut menunjukkan korelasi positif terhadap pemanfaatan daun paliasa sebagai obat tradisional

Kata kunci : *Artemia salina*, bioaktivitas, *Kleinhovia hospita*.



## ABSTRACT

Paliasa leaves (*Kleinhovia hospita* Linn.) are used by people especially in South Sulawesi as traditional medicine. The aims of this research were isolate, identify, and examine bioactivity test of the chemical compounds contained in paliasa leaves of ethyl acetate fractions. Isolation process was done by maseration, extraction, and fractionation methods and the *Brine Shrimp Lethality Test* using *Artemia salina* Leach was used for the bioactivity test. From the isolation process, two pure compounds were obtained. They were compound (1), terpenoid and compound (2), stilben. Information of the compounds was obtained ased on a pretest using Lieberman-Buchard reagen and IR spectra. Bioactivity results to showed there is a positive correlation to paliasa leaves as that are correlation to utilization of etween active fractions and paliasa leaves as traditional drug .

Keyword : *Artemia salina*, bioactivity, *Kleinhovia hospita*

## DAFTAR ISI

	Halaman
KATA PENGANTAR .....	v
ABSTRAK.....	viii
ABSTRACT.....	ix
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR TABEL .....	xiv
DAFTAR GAMBAR.....	xv
DAFTAR LAMPIRAN .....	xvi
DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN .....	xvii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah.....	2
1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian.....	2
1.3.1 Maksud Penelitian.....	2
1.3.2 Tujuan Penelitian.....	2
1.4 Manfaat penelitian .....	3

BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	4
2.1 Uraian Tumbuhan .....	4
2.1.1 Klasifikasi Tumbuhan .....	4
2.1.2 Nama Daerah .....	5
2.1.3 Morfologi Tumbuhan .....	5
2.1.4 Kandungan Senyawa Kimia.....	5
2.1.4.1 Uraian Umum Senyawa Kimia Kandungan Tumbuhan Paliasa .....	6
2.1.4.1.1 Fenol.....	6
2.1.4.1.2 Terpenoid .....	6
2.1.4.1.3 Alkaloid .....	7
2.1.5 Khasiat .....	7
2.2 Ekstraksi Bahan Alam .....	9
2.2.1 Metode Ekstraksi.....	9
2.2.2 Ekstraksi secara Maserasi .....	9
2.3 Metode Kromatografi .....	9
2.3.1 Kromatografi Lapis Tipis.....	10
2.3.2 Kromatografi kolom Vakum .....	11
2.3.3 Kromatografi kolom kilat .....	11
2.4 Bioassay .....	12
2.5 Analisis Instrumentasi .....	12

2.5.1 Spektroskopi Infra Merah (IR).....	12
2.5.2 Spektroskopi Ultra Violet (UV).....	13
2.5.3 Spektroskopi Massa.....	14
<b>BAB III METODE PENELITIAN.....</b>	<b>15</b>
3.1 Alat Penelitian.....	15
3.2 Bahan Penelitian.....	15
3.3 Waktu dan Tempat .....	15
3.4 Perlakuan dan Rancangan Percobaan.....	16
3.4.1 Pengumpulan Sampel.....	16
3.4.2 Ekstraksi .....	16
3.4.3 Isolasi .....	16
3.4.4 Penentuan Struktur.....	17
<b>BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....</b>	<b>18</b>
4.1 Ekstraksi Maserasi dan Partisi .....	18
4.2 Kromatografi Kolom Vakum .....	18
4.3 Uji Bioassay .....	19
4.4 Kromatografi Kolom Gravitasi .....	20
4.5 Kromatografi Kolom Flash .....	23
4.6 Hubungan Toksisitas dengan Penggunaannya sebagai Obat Tradisional .....	25
4.7 Analisis Spektroskopi .....	26

4,7.1 Senyawa 1 .....	26
4.7.2 Senyawa 2 .....	29
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	31
5.1 Kesimpulan.....	31
5.2 Saran.....	31
DAFTAR PUSTAKA.....	32
LAMPIRAN.....	34

## DAFTAR TABEL

Tabel	Halaman
1. Data $LC_{50}$ fraksi utama hasil KKV .....	19
2. Data $LC_{50}$ fraksi utama hasil KKG fraksi F .....	20
3. Data $LC_{50}$ fraksi utama hasil KKG fraksi G .....	22
4. Data $LC_{50}$ fraksi utama hasil KKF fraksi J .....	23

## DAFTAR GAMBAR

Gambar	Halaman
1. Kromatogram senyawa 1 dengan tiga macam sistem eluen .....	21
2. Kromatogram senyawa 2 dengan tiga macam sistem eluen .....	24
3. Spektrum IR senyawa 1 .....	26
4. Spektrum MS senyawa 1 .....	27
5. Usulan struktur senyawa 1 .....	27
6. Pola fragmentasi senyawa 1 .....	28
7. Spektrum IR senyawa 2 .....	29
8. Struktur ampelopsin F .....	30

## DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
1. Kromatogram hasil fraksinasi .....	34
2. Kromatogram hasil fraksinasi .....	35
3. Perbandingan spektrum IR senyawa 2 dengan ampelopsin F.....	36
4. Bagan fraksinasi fraksi KKV .....	37
5. Bagan fraksinasi fraksi J dengan KKF .....	38
6. Bagan fraksinasi fraksi F dengan KKG .....	49
7. Bagan fraksinasi fraksi G dengan KKG.....	40
8. Bagan kerja secara keseluruhan .....	41
9. Gambar daun paliasa ( <i>Kleinhovia hospita</i> Linn.) .....	43



## DAFTAR SIMBOL DAN SINGKATAN

%	: persen
$\mu$	: mikron
$\mu\text{g/mL}$	: mikrogram per mililiter
$^{\circ}\text{C}$	: derajat selsius
$\text{Al}_2\text{O}_3$	: aluminium oksida
$\text{CCl}_4$	: karbon tetraklorida
$\text{CeSO}_4$	: cerium sulfat
cm	: sentimeter
$\text{cm}^{-1}$	: sentimeter pangkat minus satu
DMSO	: dimetil sulfoksida
$\text{H}_2\text{SO}_4$	: asam sulfat
IR	: infra red
Jl.	: jalan
kg	: kilogram
KLT	: kromatografi lapis tipis
Km	: kilometer
$\text{LC}_{50}$	: median lethal concentrate
Lr.	: lorong
m	: meter
m/e	: massa per elektron
mg	: milligram

mL	: mililitér
mL/menit	: mililiter per menit
mm	: milimeter
MS	: mass spectroscopy
N	: normalitas
NaOH	: natrium hidroksida
NMR	: nuclear magnetic resonance
ppm	: part per million
Rf	: perbandingan jarak noda dengan jarak pelarut/eluen
UV	: ultraviolet
v/v	: volum per volum
$\epsilon$	: epsilon
$\lambda_{\text{maks}}$	: lamda maksimum
$\mu\text{L}$	: mikroliter
$\nu$	: bilangan gelombang



# BAB I

## PENDAHULUAN

### I.1 Latar Belakang

Daun paliasa (*Kleinhovia hospita* Linn.) merupakan salah satu jenis tumbuhan yang digunakan oleh masyarakat Sulawesi Selatan sebagai obat tradisional secara turun temurun. Oleh masyarakat di Sulawesi Selatan, daun paliasa ini dapat digunakan untuk mengobati penyakit kuning, hipertensi, dan kolesterol. Secara tradisional daun ini diolah dengan cara direbus dan air rebusan tersebut diminum sebagai obat.

Beberapa penelitian ilmiah telah dilakukan di antaranya adalah uji farmakokinetika dengan menggunakan hewan percobaan dan hasilnya menunjukkan bahwa ekstrak daun paliasa dapat melindungi radang hati tikus (Raflizar, 2000), mempunyai efek antidiabetes dengan mekanisme penghambatan terhadap transport aktif glukosa (Hasni, 2002), sebagai obat anti tumor dalam sarcoma mencit (Latiff, 1997).

Tanaman paliasa termasuk dalam suku Sterculiaceae. Menurut Haeruddin (1989), daun paliasa ini mengandung senyawa triterpenoid, asam pirsid, dan minyak atsiri. Pemanfaatan tumbuhan sebagai obat tradisional telah diketahui oleh masyarakat Indonesia dan menunjukkan hasil yang memuaskan walaupun tidak seiring dengan bukti-bukti secara ilmiah yang mendukung hal ini. Oleh karena itu, perlu adanya pengetahuan tentang komponen kimia dalam suatu tumbuhan yang berkhasiat sebagai obat agar dapat diterima secara ilmiah dan pemanfaatan bahan alam sebagai obat tradisional dapat berkembang dan dipertanggungjawabkan.

pemanfaatan bahan alam sebagai obat tradisional dapat berkembang dan dipertanggungjawabkan.

Untuk mengetahui komponen kimia yang terkandung dalam tumbuhan dan berkhasiat sebagai obat khususnya pada daun paliasa, maka dilakukan penelitian dengan menggunakan metoda ekstraksi maserasi yang selanjutnya komponen kimia yang terdapat dalam maserat dipisahkan berdasarkan perbedaan polaritasnya. Hasil pemisahan tersebut yaitu fraksi dalam n-heksan, metilen klorida, dan etil asetat, dianalisis lebih lanjut menggunakan kromatografi lapis tipis, kromatografi kolom vakum, dan kromatografi kolom flash. Sementara itu, penentuan senyawa aktif dilakukan dengan metoda bioassay menggunakan "brine shrimp lethality test".

## **1.2 Rumusan Masalah**

Dari uraian di atas, pengetahuan tentang komponen kimia dalam daun paliasa yang berkhasiat sebagai obat sangat diperlukan untuk mengetahui senyawa aktif apa yang terkandung dalam daun tersebut.

## **1.3 Maksud dan Tujuan Penelitian**

### **1.3.1 Maksud Penelitian**

Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa aktif daun paliasa dalam pelarut etil asetat.

### **1.3.2 Tujuan Penelitian**

Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan mengidentifikasi serta uji bioaktivitas senyawa kimia yang terkandung dalam daun paliasa fraksi etil asetat.

#### 1.4 Manfaat Penelitian

1. Memberikan data ilmiah tentang komponen aktif daun paliasa pada fraksi etil asetat
2. Memberikan pengalaman secara praktis maupun teoritis bagi peneliti.
3. Sebagai informasi untuk penelitian lebih lanjut.



## BAB II

### TINJAUAN PUSTAKA

#### 2.1 Uraian Tumbuhan

##### 2.1.1 Klasifikasi Tumbuhan

Kingdom	: Plantae
Devisi	: Spermathophyta
Sub devisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledoneae
Sub kelas	: Apetalae
Bangsa	: Sterculiales
Suku	: Sterculiaceae
Marga	: <i>Kleinhovia</i>
Jenis	: <i>Kleinhovia hospita</i> Linn.

(Van Steenis, 1975)

##### 2.1.2 Nama Daerah

Ambon	: Kinar
Bali	: Kalimaha
Bugis	: Aju pali, Paliasa
Irian Jaya	: Noton
Jawa	: Kayu tahun, Katumaha, Katimanggu, Timanga.
Madura	: Manggar
Makassar	: Kayu paliasa, Kawuasa

(Van Stenis 1975)

### 2.1.3 Morfologi Tumbuhan

Paliasa (*Kleinhovia hospita* Linn) merupakan pohon yang tingginya 5 - 20 meter. Daunnya bertangkai panjang, berbentuk jantung, lebar 4,5-27 cm kali 3-24 cm, pada pangkalnya bertulang daun menjari. Bunga dalam malai di ujung lebar, berambut halus. Daun pelindung oval. Tajuk kelopak 5 berbentuk lanset, panjang 6-10 mm, warna merah, berambut berbentuk bintang. Daun mahkota 4 – 5 di antaranya berbentuk pita lebar dengan pangkal berbentuk kantong, duduk, panjang 6 mm, berwarna merah, yang lainnya lebih pendek, oval melintang dengan tepi melipat ke dalam yang melengket satu sama lain dengan ujung berwarna kuning. Dasar bunga memanjang membentuk tiang yang tipis, pada pangkalnya dikelilingi oleh tonjolan dasar bunga berbentuk cawan. Benang sari tersusun dalam 5 berkas tiga-tiga. Berkas kecil berbentuk gigi. Kepala sari tertancap secara perisai. Bakal buah beruang 5, tangkai putik 1. buah kotak berbentuk pir, menggelembung seperti selaput, bersudut 5, panjang lebih kurang 2 cm, membuka menurut ruang (Van Steenis. 1975).

### 2.1.4 Kandungan Senyawa Kimia

Berdasarkan penelitian sebelumnya, daun paliasa mengandung senyawa sianogenik, asam lemak, cincin siklopropenil yang terdiri atas skopoletin, kaempferol (golongan flavonoid) dan quercetin (Latiff, 1997). Selain itu juga terdapat minyak atsiri, triterpenoid, asam prusid (Haeruddin,1989), saponin, cardenolin, bufadienal, antarkinon (Raflizar, 2000), proantosianidin dan sianidin (Watson, 1992).

#### **2.1.4.1 Uraian Umum Senyawa Kimia Kandungan Tumbuhan Paliasa**

Berdasarkan uraian di atas, uraian secara umum tentang senyawa yang terkandung dalam tumbuhan paliasa adalah sebagai berikut :

##### **2.1.4.1.1 Fenol**

Senyawa fenol termasuk golongan senyawa yang sangat besar, struktur molekulnya terdiri dari gugus hidroksil. Senyawa fenol yang diidentifikasi pada famili dan spesies tumbuhan paliasa yang termasuk dalam golongan flavonoid antara lain flavonol, quarcetin, sianidin dan kaempferol.

Banyak dari senyawa flavonoid yang mempunyai bioaktivitas yang menarik diperoleh dari tumbuhan tingkat tinggi seperti yang diisolasi dari genus *Artocarpus* atau tumbuhan nangka-nangkaan yaitu artoindonesianin-B yang bersifat toksik terhadap sel tumor P-388 diisolasi dari *Artocarpus altilis* asal kabupaten Soppeng (Erwin dkk., 2001), dan artoindonesianin X dan Y memperlihatkan aktivitas terhadap benur udang *Artemia salina* Leach yang diisolasi dari tumbuhan *Artocarpus fretessi* Hassk (Moraceae), asal Kabupaten Luwu (Soekamto, 2003)

##### **2.1.4.1.2 Terpenoid**

Senyawa terpenoid juga merupakan golongan senyawa yang sangat besar, merupakan produk metabolit sekunder dari makhluk hidup terutama tumbuhan-tumbuhan. Senyawa terpenoid bukan merupakan senyawa aromatik dan kebanyakan merupakan senyawa volatil (mudah menguap) termasuk minyak-minyak atsiri. Senyawa terpenoid yang diidentifikasi pada tumbuhan paliasa adalah triterpenoid (Noor, 2004) dan saponin (Ralizar, 2000). Triterpenoid



mempunyai kerangka utama yaitu squalen yang berhubungan dengan biosintesis senyawa-senyawa steroid seperti kolesterol.

#### **2.1.4.1.3 Alkaloid**

Alkaloid adalah senyawa organik yang mengandung nitrogen dalam bentuk heterosiklik dan bersifat basa. Senyawa ini tersebar luas pada tumbuhan-tumbuhan dan banyak yang mempunyai efek fisiologis yang kuat seperti kuinin turunan alkaloid kuinolin sebagai anti malaria diisolasi dari tumbuhan chinkona dan alkaloid opium seperti papaferin, kodein, narkotin, morfin, dan heroin dari biji opium (Tobing, 1989).

Beberapa senyawa yang lain seperti golongan quinon yaitu; kardenolin, antarkinon dan senyawa turunan kumarin yaitu; skopoletin (7-hidroksi-6-metoksikumarin) serta senyawa seperti sianogenik, proantosianidin, asam lemak, bufadienal, dan asam prusit, diidentifikasi pada spesies tumbuhan paliasa dan famili Sterculiaceae. Senyawa-senyawa yang diuraikan di atas dan turunannya yang lain, kemungkinan dapat ditemukan pada tumbuhan paliasa.

#### **2.1.5 Khasiat**

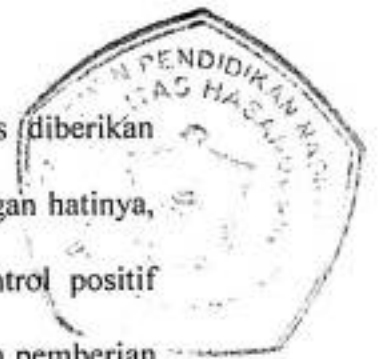
Berdasarkan pengalaman empiris, khasiat daun tumbuhan paliasa dipercaya dapat mengobati penyakit hepatitis, kolesterol tinggi, gula, dan hipertensi (Herlina, 1993). Bahkan di beberapa tempat diketahui kambium pohonnya digunakan untuk menyembuhkan pneumonia dan juga menghilangkan kutu rambut (Latif, 1997)

Penelitian yang dilakukan oleh Rafizlar (2000), adalah pengujian khasiat ekstrak daun paliasa terhadap 63 ekor tikus putih betina *Strain wistar* yang

menderita radang hati. Perakuannya dimulai dengan semua tikus diberikan larutan  $CCl_4$  dengan dosis 0,55 mg/kg berat badan untuk merusak organ hatinya, kecuali kelompok kontrol negatif. Sedangkan tikus kelompok kontrol positif diberikan larutan  $CCl_4$  tanpa pemberian ekstrak daun paliasa. Sebelum pemberian ekstrak daun paliasa dilakukan pengukuran kadar SGPT Plasma, kandungan peroksida lipid hati dan derajat kerusakan hati semua tikus.

Pemberian ekstrak daun paliasa dengan dosis divariasikan dilakukan setelah 24 jam dan 48 jam pemberian  $CCl_4$ . Pada hari ke-2 atau jam ke-50 semua tikus dibunuh dan diambil sampel darahnya melalui jantung serta organ hati untuk pemeriksaan histopatolog. Hasil penelitian memperlihatkan perbedaan yang bermakna antara kelompok kontrol positif dengan kelompok perlakuan, dimana ekstrak daun paliasa dapat melindungi radang hati yang diakibatkan oleh  $CCl_4$ .

Menurut Heyne (1987) dalam Noor, 2004, daun paliasa dapat digunakan sebagai pengharum rambut dan mengobati iritasi mata. Daun paliasa juga digunakan sebagai pencuci rambut dan mempunyai kemampuan melawan rasa gatal. Berdasarkan hasil penelitian, ekstrak metanol dan ekstrak eter daun paliasa 15 % juga mampu meningkatkan regenerasi sel-sel hati mencit (Suryawati, 1991). Pemakaian daun paliasa sebagai obat tradisional sudah tersebar di seluruh nusantara khususnya di Sulawesi Selatan, Maluku, Ternate, dan Papua. Bahkan penggunaannya sampai di Papua New Guinea (PNG) dan kepulauan Solomon di Pasifik. Para pemakai daun paliasa sebagai obat tradisional umumnya berasal dari keluarga ekonomi menengah ke bawah dan kebanyakan digunakan sebagai obat alternatif apabila obat modern tidak lagi efektif.



## **2.2 Ekstraksi Bahan Alam**

### **2.2.1 Metode Ekstraksi**

Ekstraksi adalah proses pelarutan komponen-komponen kimia yang terdapat dalam suatu sampel dengan menggunakan pelarut yang sesuai dengan komponen yang diinginkan. Tujuan ekstraksi adalah untuk menarik komponen kimia yang terdapat dalam bahan alam. Ekstraksi ini didasarkan atas perpindahan massa komponen zat padat ke dalam pelarut dan perpindahan mulai terjadi pada lapisan antar muka, kemudian terdifusi masuk kedalam pelarut.

### **2.2.2 Ekstraksi secara maserasi**

Maserasi merupakan cara ekstraksi yang sederhana, dilakukan dengan cara merendam potongan simplisia dalam pelarut organik. Zat aktif yang terkandung dalam tanaman maupun hewan lebih larut dalam pelarut organik. Proses terekstraksinya zat aktif dalam tanaman adalah masuknya pelarut organik ke dalam rongga sel yang mengandung zat aktif setelah menembus dinding sel. Zat aktif akan terlarut sehingga terjadi perbedaan konsentrasi antara larutan zat aktif di dalam sel dan pelarut organik di luar sel. Maka larutan yang lebih pekat akan terdifusi keluar sel, dan proses ini berulang terus sampai terjadi keseimbangan antara konsentrasi zat aktif di dalam sel dengan diluar sel (Harbone, 1979).

## **2.3 Metode Kromatografi**

Kromatografi adalah proses pemisahan komponen kimia yang terjadi karena komponen cuplikan bergerak dalam kecepatan yang berbeda disebabkan sifat partisi, adsorpsi, dan distribusi dari komponen kimia yang dipisahkan di antara fase diam dan fase gerak. Teknik kromatografi yang sering digunakan

adalah kromatografi kertas, kromatografi lapis tipis, kromatografi kolom, dan kromatografi gas. Sebagai penjerap adalah kertas,  $Al_2O_3$ , silika gel/kieselguhr, selulosa, poliamida, dan lain-lain (Sastrohamidjojo, 1979).

### 2.3.1 Kromatografi lapis tipis (KLT)

Kromatografi lapis tipis adalah aplikasi dari kromatografi adsorpsi di mana lapisan adsorpsi yang tipis dilekatkan pada suatu lapisan datar tipis (pelat), biasanya lempengan kaca, aluminium, atau plastik. Elusi terjadi oleh gerakan kapiler pelarut yang merambat dalam lempengan tipis adsorben. Eluen dapat berupa pelarut tunggal maupun campuran tergantung pada kejelasan kromatogram yang diperoleh. Berbagai jenis penampak noda dapat digunakan untuk memperjelas noda dalam kromatogram.  $R_f$  adalah nilai khas setiap senyawa yang hanya tergantung pada jenis adsorben dan sistem eluen yang digunakan. Nilai  $R_f$  merupakan perbandingan antara jarak yang ditempuh noda dengan jarak yang ditempuh eluen dari titik penotolan. Karena sifat khasnya, maka nilai  $R_f$  dipakai untuk mengidentifikasi suatu sampel dengan senyawa baku, namun lebih pasti lagi jika dilakukan mix- $R_f$  sebagaimana halnya dengan pengukuran mix-melting point suatu sampel kristal dengan kristal bakunya. Secara singkat KLT dapat digunakan untuk :

1. Mengidentifikasi sampel dengan zat baku.
2. Mengecek kemurnian zat
3. Mengecek komponen fraksi
4. Mengecek jalannya reaksi
5. Mengkonfirmasi ketunggalan zat (elusi tak terhingga)

6. Mempersiapkan sistem eluen untuk kromatografi kolom atau KLT preparatif

### **2.3.2 Kromatografi Kolom Vakum (KKV)**

Kromatografi kolom vakum, kolom dikemas kering dalam keadaan vakum agar diperoleh kerapatan kemasan maksimum. Pelarut yang kepolarannya rendah dituang ke permukaan silika kasar sambil divakum sampai kering dan siap digunakan. Cuplikan dilarutkan dalam pelarut yang sesuai untuk diimpregnasi dan dimasukkan pada bagian atas adsorben dan dielusi dengan eluen yang sesuai mulai dari eluen yang kepolarannya rendah lalu kepolaran ditingkatkan secara bertahap. Kolom dihisap sampai kering pada setiap pengumpulan fraksi. KKV menggunakan tekanan rendah untuk meningkatkan laju aliran fase gerak (Hostettman, 1995).

### **2.3.3 Kromatografi Kolom Flash (KKF)**

Konsep kromatografi kolom flash sangat sederhana dan mudah dilakukan, merupakan pemisahan preparatif dengan menggunakan kromatografi kolom biasa yang dimodifikasi. Salah satu cara pemurnian senyawa alam dapat dilakukan dengan cara kromatografi kilat menggunakan silika gel.

Cuplikan dimasukkan ke kolom dan kolom ditutup dengan penutup kolom yang dilengkapi lubang masukan udara bertekanan dan kutub jarum untuk mengendalikan pasukan udara bertekanan. Dengan cara ini dapat dicapai tekanan sekitar 1 bar di atas tekanan atmosfer untuk melulusi cuplikan. Bergantung pada ukuran kolom, cuplikan sebanyak 0,01-10,0 gram dapat dipisahkan hanya dalam waktu 15 menit (Hostettman, 1995).

## 2.4 Bioassay

Untuk mengetahui aktivitas suatu senyawa hasil isolasi, maka perlu dilakukan uji bioaktivitas. Uji bioaktivitas primer yang lazim digunakan pada ekstrak maupun senyawa-senyawa bahan alam adalah *Brine shrimp lethality test*. Uji aktivitas ini dilakukan terhadap udang *Artemia salina*. *Brine shrimp lethality test* merupakan uji aktivitas yang mempunyai korelasi positif dengan uji-uji sekunder yang lain, seperti anti tumor sel leukemia P-388 maupun kanker (Laboratorium Kimia Radiasi dan Kimia Organik, 2004).

## 2.5 Analisis Instrumentasi

Spektroskopi adalah studi mengenai hubungan antara energi dan materi. Warna-warna yang tampak adalah akibat absorpsi energi oleh senyawa organik maupun senyawa anorganik. Spektroskopi dapat dianggap sebagai perluasan suatu pemeriksaan visual yang lebih mendalam terhadap absorpsi energi radiasi oleh macam-macam senyawa kimia, dengan memperkenalkan ukuran ciri-ciri secara kualitatif maupun kuantitatif dengan ketelitian yang lebih besar.

Data hasil analisis spektroskopi memberikan informasi spektrum untuk pemahaman struktur suatu senyawa yang belum diketahui atau untuk karakterisasi tertentu dari suatu senyawa yang telah diketahui (Sastrohamidjojo, 1985).

### 2.5.1 Spektroskopi Infra Merah (IR)

Spektrometri inframerah (IR) memberikan informasi tentang gugus fungsional suatu senyawa yang berdasarkan atas interaksi dari radiasi elektromagnetik dengan resonansi vibrasi atau rotasi dalam suatu struktur molekul.

Metode ini didasarkan pada penyerapan sinar infra merah oleh molekul senyawa. Karena panjang gelombang infra merah lebih pendek daripada panjang gelombang sinar tampak maupun ultra violet, maka energi infra merah tidak mampu mentransisikan elektron melainkan hanya menyebabkan molekul bergetar

Pada umumnya radiasi IR pada daerah sekitar  $2,5 \mu - 200 \mu$ , yang setara dengan bilangan gelombang  $4000 \text{ cm}^{-1} - 50 \text{ cm}^{-1}$ . Dalam suatu molekul, massa atom yang mengalami vibrasi atau rotasi demikian juga kuat ikatan dan kesimetrisan molekul menentukan frekuensi dan panjang gelombang dari absorpsi IR. Absorpsi radiasi IR terjadi hanya jika momen dipol permanen molekul berubah dari suatu resonansi vibrasi atau rotasi. Kesimetrisan molekul secara langsung mempengaruhi momen dipol permanen (Silverstein, 1996).

### 2.5.2. Spektroskopi Ultra violet (UV)

Pengukuran absorbansi atau transmitan dalam spektroskopi ultraviolet dan daerah sinar tampak digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif spesies kimia. Absorbansi spesies ini berlangsung dalam dua tahap, yang pertama yaitu  $M + h\nu = M^*$ , merupakan eksitasi elektron spesies akibat absorpsi foton ( $h\nu$ ) dengan waktu hidup terbatas ( $10^{-8} - 10^{-9}$  detik). Tahap kedua adalah relaksasi dengan eksitasi elektron terjadi oleh penyerapan foton dan kembali ke keadaan semula dengan melepaskan energi yang diserap. Absorpsi dalam daerah ultraviolet dan daerah tampak menyebabkan eksitasi elektron ikatan. Puncak absorpsi ( $\lambda_{\text{maks}}$ ) dapat dihubungkan dengan jenis ikatan-ikatan yang ada dalam spesies (Khopkar, 1990).

### 2.5.3 Spektroskopi Massa (MS)

Spektroskopi massa (MS) adalah suatu metode analisis yang dapat menyeleksi molekul-molekul gas bermuatan berdasarkan massa atau beratnya. Umumnya spektrum massa diperoleh dengan mengubah senyawa suatu sampel menjadi ion-ion gas yang bergerak cepat yang dipisahkan berdasarkan perbandingan massa terhadap muatan ( $m/e$ ).

Proses ionisasi menghasilkan partikel-partikel bermuatan positif, dimana massa yang terdistribusi adalah spesifik terhadap senyawa induk. Selain untuk penentuan struktur molekul, spektrum massa dipakai untuk penentuan analisis kuantitatif. Biasanya sampel ditembaki dengan berkas elektron yang menghasilkan suatu ion molekul atau fragmen ionik. Fragmen-fragmen bermuatan ini dapat dipisahkan menurut massanya (Silverstein, 1996).





## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini yaitu : seperangkat alat destilasi, rotavapor dengan laborta 4000 dan pompa vakum N810FT.18, corong Buchner, neraca analitik, oven, lampu UV 254 nm, blender, corong pisah, kolom vakum, kolom flash/kilat, chamber, mikropipet, mikroplate, penotol, tabung ependroft, wadah maserasi, wadah penetasan, dan alat-alat gelas yang lazim digunakan.

#### 3.2 Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah : daun paliasa, metanol, n-heksan, metilen klorida, etil asetat, aseton, DMSO, serum sulfat 2% ( $\text{CeSO}_4$ ) dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , NaCl, aquadest, telur udang *A. salina*, Silika G GF<sub>254</sub> (7730), silica G 60 (7734), dan plat KLT.

#### 3.3 Waktu dan Tempat Penelitian

##### 3.3.1 Waktu penelitian

Penelitian ini dilakukan mulai pada bulan Desember 2004 – April 2005.

##### 3.3.2 Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan di laboratorium Kimia Organik dan laboratorium Kimia Radiasi, sedangkan pengambilan dan pengeringan sampel yang dilakukan di Jl. Perintis Kemerdekaan IV Lr. 8 Km 10 Tamalanrea Makassar. Identifikasi spesimen tumbuhan dilakukan oleh Herbarium Bogoriensis, LIPI Bogor.

### 3.4 Perlakuan dan Rancangan Percobaan

#### 3.4.1 Pengumpulan Sampel

Pengambilan sampel dilakukan pada saat daun paliasa sudah tampak berwarna hijau tua dan sudah mulai berbunga. Kemudian daun paliasa dikeringkan di bawah sinar matahari langsung dan diblender halus.

#### 3.4.2 Ekstraksi

Pada penelitian ini daun paliasa akan diekstraksi dengan menggunakan cara maserasi yaitu sampel direndam dalam metanol pada suhu kamar selama satu kali 24 jam sebanyak empat kali kemudian disaring dan dipisahkan pelarutnya melalui evaporasi. Ekstrak metanol selanjutnya dipartisi secara berturut-turut dengan pelarut n-heksan, metilen klorida, dan etil asetat. Fraksi etil asetat yang diperoleh dimonitor dengan kromatografi lapis tipis dan dideteksi dengan lampu UV serta disemprot dengan larutan penampak noda  $\text{CeSO}_4$  2% dalam  $\text{H}_2\text{SO}_4$  2 N.

#### 3.4.3 Isolasi

Pada tahap ini akan diawali dengan fraksinasi menggunakan KKV hasil partisi etil asetat menjadi beberapa fraksi dimana eluen yang digunakan dapat diketahui berdasarkan hasil KLT. Fraksi-fraksi etil asetat yang diperoleh kemudian di analisis KLT dan fraksi yang mempunyai noda yang sama digabungkan menjadi satu fraksi. Fraksi-fraksi ini dikeringkan kemudian dilakukan uji bioaktivitas terhadap benur udang *A. salina*.

Fraksi-fraksi yang aktif selanjutnya difraksinasi kembali hingga diperoleh isolat murni.

#### **3.4.4 Penentuan struktur**

Penentuan struktur molekul dilakukan dengan menganalisis data spektroskopi IR, dan MS dari senyawa murni yang diperoleh.

## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1 Ekstraksi Maserasi dan Partisi

Daun paliasa yang digunakan adalah daun yang sudah tampak hijau dan mulai berbunga, karena pada saat itu kandungan zat berkhasiat dari daun umumnya maksimal. Daun dikeringkan lalu diblender halus agar senyawa-senyawa yang terkandung di dalamnya dapat mudah keluar saat ekstraksi. Berat ekstrak daun paliasa yang diperoleh setelah maserasi dan evaporasi adalah 525,27 gram. Ekstrak metanol kering ini ditambahkan dengan aquadest untuk mengendapkan klorofilnya. Filtrat dari hasil pengendapan klorofil di partisi berturut-turut dengan pelarut berdasarkan perbedaan polaritas yaitu n-heksan, metilen klorida dan etil asetat. Setiap fraksi dari hasil partisi dikeringkan melalui evaporasi. Fraksi n-heksan berwarna hijau tua dengan berat 0,704 gram, fraksi  $\text{CH}_2\text{Cl}_2$  berwarna coklat dengan berat 2,188 gram dan ekstrak etil asetat berwarna coklat kemerah-merahan dengan berat 3,774 gram.

#### 4.2 Kromatografi Kolom Vakum

Pada fraksi etil asetat (3,774 g) hasil partisi dilakukan fraksinasi dengan menggunakan KKV, yang sebelumnya telah dimonitor dengan KLT. Pada KKV digunakan kolom vakum diameter 5 cm silika G 60 GF<sub>254</sub> dengan eluen etil asetat : n-heksan (6 : 4). Pada fraksinasi ini, digunakan perbandingan eluen yang berada di sekitar perbandingan eluen sebenarnya mulai dari eluen non polar hingga eluen polar. Hasil KKV ini diperoleh 18 fraksi. Dari ke-18 fraksi tersebut, dimonitor kembali dengan KLT. Berdasarkan kromatogramnya (Lampiran 1),

fraksi yang mempunyai nilai Rf yang sama digabungkan dan diperoleh 10 fraksi utama.

#### 4.3 Uji Bioassay

Fraksi utama hasil KKV diuji bioaktivitasnya terhadap benur udang *Artemia Salina* Leach untuk mengetahui keaktifan dari setiap fraksi dengan menggunakan *Brine Shrimp Lethality Test*. Pada uji bioaktivitas ini benur udang, *A. salina* dimasukkan ke dalam mikropate yang mengandung sampel yang dilarutkan dengan menggunakan pelarut DMSO dalam berbagai konsentrasi. Hasil uji bioaktivitas dari fraksi gabungan KKV dapat dilihat pada Tabel 1, dan dari Tabel tersebut dapat diketahui bahwa terdapat 5 fraksi aktif, dan 5 fraksi non aktif. Selanjutnya penelitian dilakukan terhadap ke-5 fraksi yang aktif.

Tabel 1 . Data LC<sub>50</sub> fraksi gabungan hasil kromatografi kolom vakum.

No.	Fraksi	LC <sub>50</sub> (µg/mL)
1.	A	12688,9
2.	B	1114.85
3.	C	<b>292.94</b>
4.	D	524.62
5.	E	<b>34,60</b>
6.	F	<b>123.30</b>
7.	G	<b>32.63</b>
8.	H	1547.41
9	I	2143.70
10.	J	<b>344.82</b>

#### 4.4 Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG)

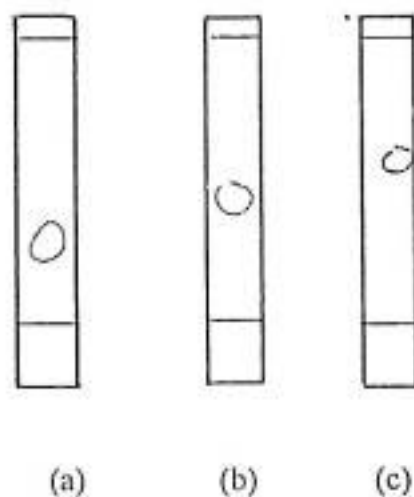
Menurut Anderson, et, al, (1990), nilai  $LC_{50}$  yang lebih dari 200 ppm( $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) dari senyawa murni digolongkan tidak aktif, tetapi karena uji toksisitas dilakukan pada ekstrak (fraksi) sehingga nilai  $LC_{50} < 500$  digolongkan aktif. Nilai  $LC_{50}$  menunjukkan konsentrasi sampel yang menyebabkan 50 % kematian. Fraksi aktif hasil KKV yaitu fraksi F (18 mg) difraksinasi menggunakan KKG dengan eluen etil asetat : n-heksan (3 : 7) yang ditingkatkan kepolarannya. Dari hasil kromatografi kolom gravitasi ini diperoleh 30 fraksi dan setelah dianalisis dengan KLT (Lampiran 2), diperoleh tiga fraksi utama. Tiga fraksi utama dari fraksi F diuji toksisitasnya terhadap udang *A. salina* dan data  $LC_{50}$  yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel 2.

Tabel 2. data  $LC_{50}$  fraksi utama dari fraksi F

No.	Fraksi	$LC_{50}$ ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )
1.	F <sub>1</sub>	3348,17
2.	F <sub>2</sub>	163176.6
3.	F <sub>3</sub>	77.54

Dari ketiga fraksi utama di atas, hanya fraksi F<sub>3</sub> yang aktif terhadap *A. salina* dengan  $LC_{50}$  adalah 77.54  $\mu\text{g}/\text{mL}$ , sedangkan F<sub>1</sub> dan F<sub>2</sub> tidak aktif. Setelah melakukan pengamatan terhadap ketiga fraksi ini, fraksi F<sub>2</sub> berbentuk padatan yang selanjutnya dianalisis dengan KLT dan memperlihatkan 3 komponen. Kristalisasi dan rekristalisasi dilakukan dengan menggunakan pelarut

n-heksan, kloroform dan etil asetat, sehingga diperoleh kristal berwarna putih kecoklatan, dengan berat 2 mg dan tidak berpendar dibawah lampu UV. Uji kemurnian dilakukan dengan analisis KLT pada tiga macam sistem eluen. Kromatogram (Gambar 1) tersebut menunjukkan satu noda dengan  $R_f$  0,27 eluen MeOH : n-heksan (8 : 2) (Gambar 1a),  $R_f$  0,47 eluen Aseton : etil asetat (2 : 8) (Gambar 1b) dan  $R_f$  0,6 eluen MeOH: etil asetat :n-heksan (3 : 1 : 1) (Gambar 1c)



Gambar 1. Kromatogram senyawa I dengan tiga macam sistem eluen.

Untuk fraksi G (28,3 mg), difraksinasi menggunakan KKG dengan eluen metanol : kloroform : n-heksan (5 : 3 : 2) yang ditingkatkan kepolarannya dalam proses fraksinasi. Dari proses KKG ini diperoleh 16 fraksi dan setelah dimonitor dengan KLT (Lampiran 3), diperoleh 7 fraksi utama, yang selanjutnya diuji toksisitasnya terhadap *A. salina*. Data  $LC_{50}$  ketujuh fraksi utama tersebut, hanya fraksi  $G_5$  yang aktif terhadap benur udang *A. salina*, sedangkan keenam fraksi lainnya tidak aktif (Tabel 3).

Tabel 3. Data LC<sub>50</sub> fraksi utama dari fraksi G

No.	Fraksi	LC <sub>50</sub> (µg/mL)
1.	G <sub>1</sub>	7384,99
2.	G <sub>2</sub>	3927,74
3.	G <sub>3</sub>	4442,31
4.	G <sub>4</sub>	1241,85
5.	G <sub>5</sub>	382,08
6.	G <sub>6</sub>	9200,96
7.	G <sub>7</sub>	1871,95

#### 4.5 Kromatografi kolom Flash (KKF)

Fraksi J dari hasil KKV dengan berat (1,24 g), difraksinasi lebih lanjut dengan menggunakan KKF. Sebelum dilakukan fraksinasi untuk fraksi J, terlebih dahulu dimonitor dengan KLT untuk mengetahui eluen yang cocok agar dapat memisahkan setiap komponen yang ada dalam fraksi tersebut. Hasil KLT menunjukkan perbandingan eluen aseton : etil asetat (1 : 9). Pada kromatografi kolom flash ini digunakan kolom dengan diameter 2 cm dan tinggi silika 20 cm. Dari KKF diperoleh 57 fraksi dan setelah dimonitor dengan KLT (Lampiran 4) diperoleh delapan fraksi utama.

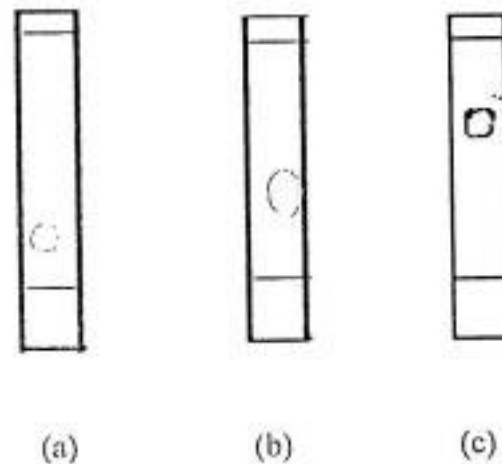


Fraksi-fraksi utama tersebut dikeringkan kemudian diuji keaktifannya dengan metoda *Brine Shrimp Lethality Test.*, dan hasil uji bioaktivitas tersebut dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Data LC<sub>50</sub> fraksi utama dari fraksi J

No.	Fraksi	LC <sub>50</sub> (µg/mL)
1.	J <sub>1</sub>	401.18
2.	J <sub>2</sub>	802.07
3.	J <sub>3</sub>	188.42
4.	J <sub>4</sub>	147.86
5.	J <sub>5</sub>	386.50
6.	J <sub>6</sub>	808.07
7.	J <sub>7</sub>	1206.35
8.	J <sub>8</sub>	727.87

Dari data tersebut di atas, ada empat fraksi aktif yaitu fraksi J<sub>1</sub>, J<sub>3</sub>, J<sub>4</sub> dan J<sub>5</sub>. Fraksi J<sub>4</sub> berbentuk padatan dan setelah dianalisis dengan KLT, menunjukkan adanya empat komponen. Kristalisasi dan rekristalisasi fraksi J<sub>4</sub> dengan menggunakan pelarut metanol dan n-heksan menghasilkan kristal berwarna kuning muda (senyawa 2) sebanyak 1,4 gram yang berpendar di bawah lampu UV. Uji kemurnian untuk senyawa 2 dilakukan dengan mengukur titik leleh yaitu 340 °C - 352 °C dan analisis dengan KLT pada tiga macam sistem eluen yang menunjukkan satu noda dengan **Rf 0,26** (eluen MeOH : n-heksan 7 : 3) (Gambar 2a), **Rf 0,45** (eluen MeOH : CHCl<sub>3</sub> : n-heksan 5 : 3 : 2) (Gambar 2b) dan **Rf 0,7** (eluen MeOH : EtOAc 2 : 8) (Gambar 2c)



Gambar 2. Kromatogram senyawa 2 dengan tiga macam sistem eluen.

#### 4.6 Hubungan Toksisitas dengan Penggunaannya sebagai Obat Tradisional

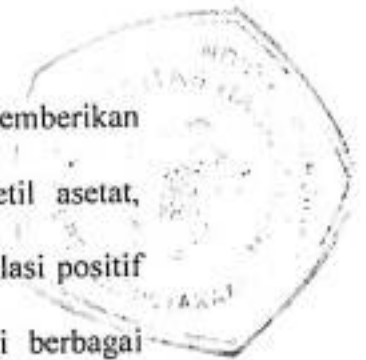
Hasil pengujian bioaktivitas setiap fraksi yang diperoleh baik dari KKV, KKF maupun KKG, memperlihatkan bahwa setiap fraksi mempunyai tingkat toksisitas tersendiri terhadap benur udang *A. salina*.

Fraksinasi awal terhadap fraksi etil asetat dengan menggunakan KKV, setelah di uji bioaktivitasnya terdapat 5 fraksi atau setengah dari 10 fraksi utama yang diperoleh dari fraksinasi fraksi etil asetat yang aktif terhadap benur udang *A. salina*.

Fraksi J setelah difraksinasi dan diuji bioaktivitasnya, terdapat 4 fraksi yang aktif terhadap benur udang dari delapan fraksi utama yang diperoleh. Demikian pula dengan fraksi F, uji bioaktivitas terhadap fraksi hasil fraksinasi tersebut, terdapat satu fraksi yang aktif dari tiga fraksi yang diperoleh. Sedangkan fraksi G setelah difraksinasi dan diuji bioaktivitasnya, terdapat 1 fraksi yang aktif terhadap *A. salina* dari tujuh fraksi utama yang diperoleh.

Data  $LC_{50}$  setiap hasil fraksinasi, baik fraksinasi awal maupun fraksinasi lanjutan, memperlihatkan selalu terdapat fraksi yang aktif terhadap benur udang

*A. salina* bahkan ada yang sampai 50 %. Data ini secara ilmiah memberikan gambaran bahwa dalam ekstrak daun paliasa, khususnya fraksi etil asetat, terkandung fraksi-fraksi dan senyawa-senyawa yang memberikan korelasi positif terhadap pemanfaatannya sebagai obat tradisional untuk mengobati berbagai macam penyakit.

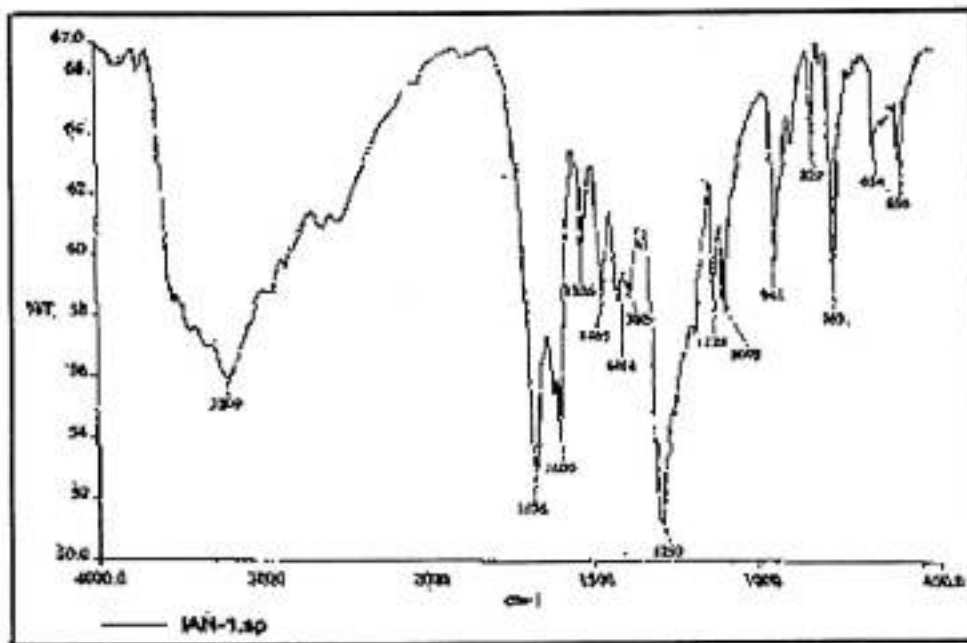


#### 4.7 Analisis Spektroskopi

##### 4.7.1 Senyawa 1

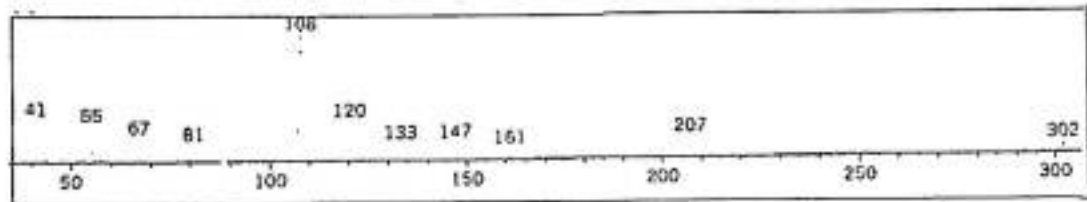
Senyawa 1 merupakan senyawa yang tidak berpendar pada lampu UV, berwarna coklat muda, dan spektrum IRnya dapat dilihat pada Gambar 3.

Spektrum IR senyawa 1 memperlihatkan adanya serapan untuk rentang O-H bebas pada  $\lambda_{\max}$  3209  $\text{cm}^{-1}$ ; karbonil (C=O) pada serapan 1676  $\text{cm}^{-1}$ . serapan pada  $\lambda_{\max}$  1600  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan adanya gugus alkena; serapan pada  $\lambda_{\max}$  1382  $\text{cm}^{-1}$  mengindikasikan gugus metil dan gugus metilen pada serapan  $\lambda_{\max}$  1414  $\text{cm}^{-1}$ .



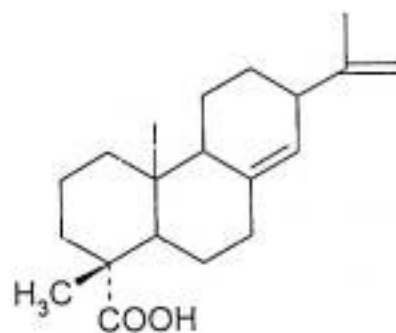
Gambar 3. Spektrum IR senyawa I.

Untuk senyawa-senyawa yang tidak berpendar dibawah sinar lampu UV, kemungkinan besar merupakan senyawa-senyawa yang berasal dari golongan terpenoid atau steroid. Walaupun banyak senyawa-senyawa golongan terpenoid atau steroid memiliki sistem tiga ikatan rangkap, namun ikatan rangkap yang dimiliki tidak terkonjugasi sehingga tidak dapat menyerap sinar pada daerah panjang gelombang sinar tampak dan ultraviolet. Setelah dilakukan uji triterpenoid dan steroid terhadap senyawa I dengan menggunakan pereaksi Lieberman Buchard, ternyata senyawa ini negatif steroid maupun triterpen.

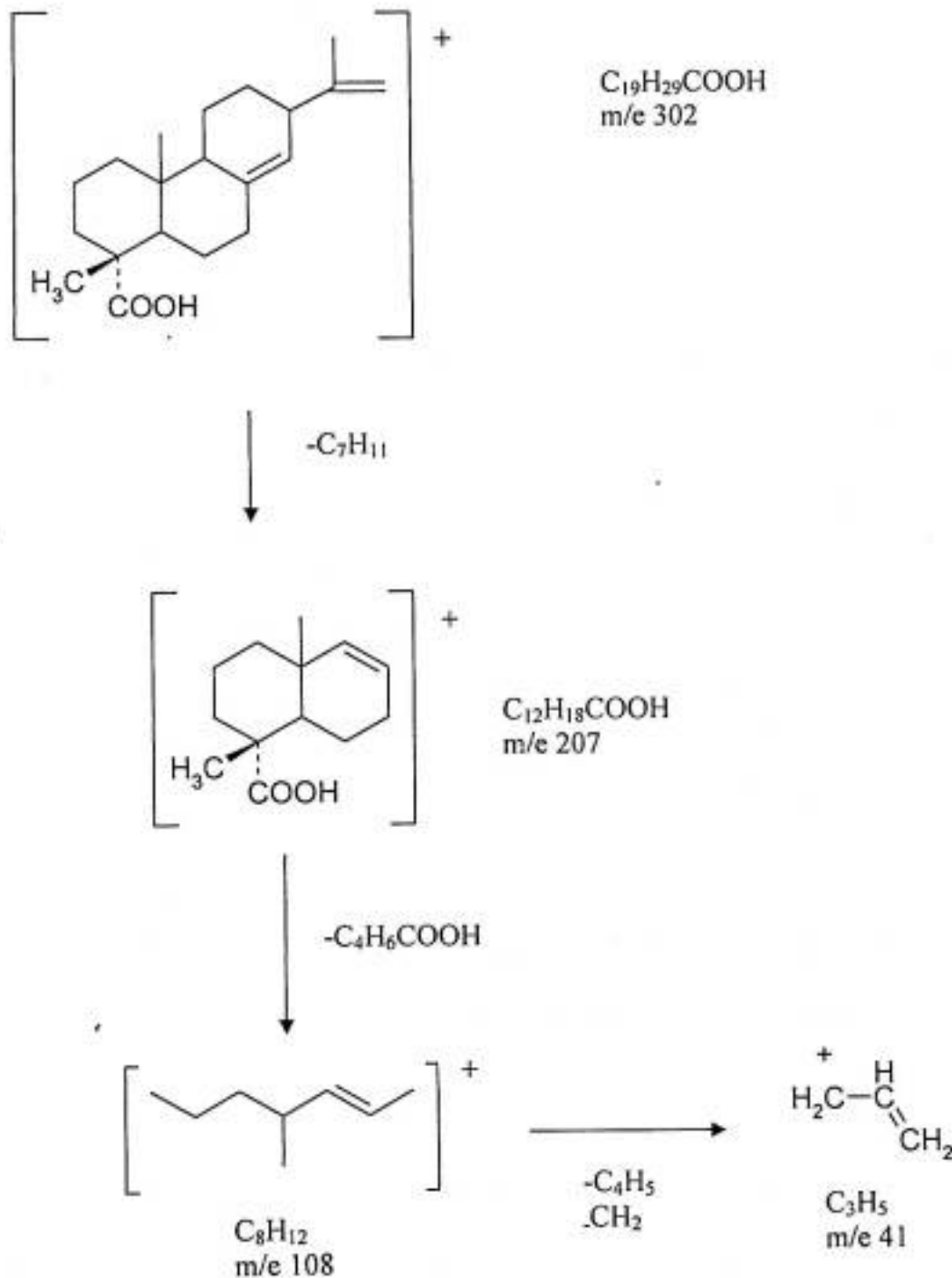


Gambar 4. Spektrum MS senyawa 1

Spektrum MS senyawa 1 memperlihatkan adanya puncak fragmentasi pada m/e 41 sampai dengan m/e 302. Perbandingan massa muatan dengan nilai m/e 302, maka senyawa 1 diduga senyawa asam poliatik ( $C_{19}H_{29}COOH$ ) dengan struktur pada Gambar 5. Perbandingan massa muatan m/e 302 ( $C_{19}H_{29}COOH$ ) menjadi m/e 207 ( $C_{12}H_{18}COOH$ ) dengan melepaskan satu molekul  $-C_7H_{11}$  (M-95). Pelepasan satu molekul  $-C_4H_6COOH$  (M-99) ditunjukkan dengan nilai m/e 207 ( $C_{12}H_{18}COOH$ ) menjadi m/e 108 ( $C_8H_{12}$ ). Perbandingan massa muatan m/e 108 ( $C_8H_{12}$ ) menjadi m/e 55 ( $C_4H_7$ ) ditandai dengan pelepasan satu molekul  $-C_4H_5$  (M-53), perbandingan massa m/e 55 ( $C_4H_7$ ) menjadi m/e 41 dengan melepaskan satu molekul  $-CH_2$  (M-14), serta perbandingan massa m/e 41 mengindikasikan adanya satu molekul  $C_3H_5$ .



Gambar 5. Struktur asam poliatik



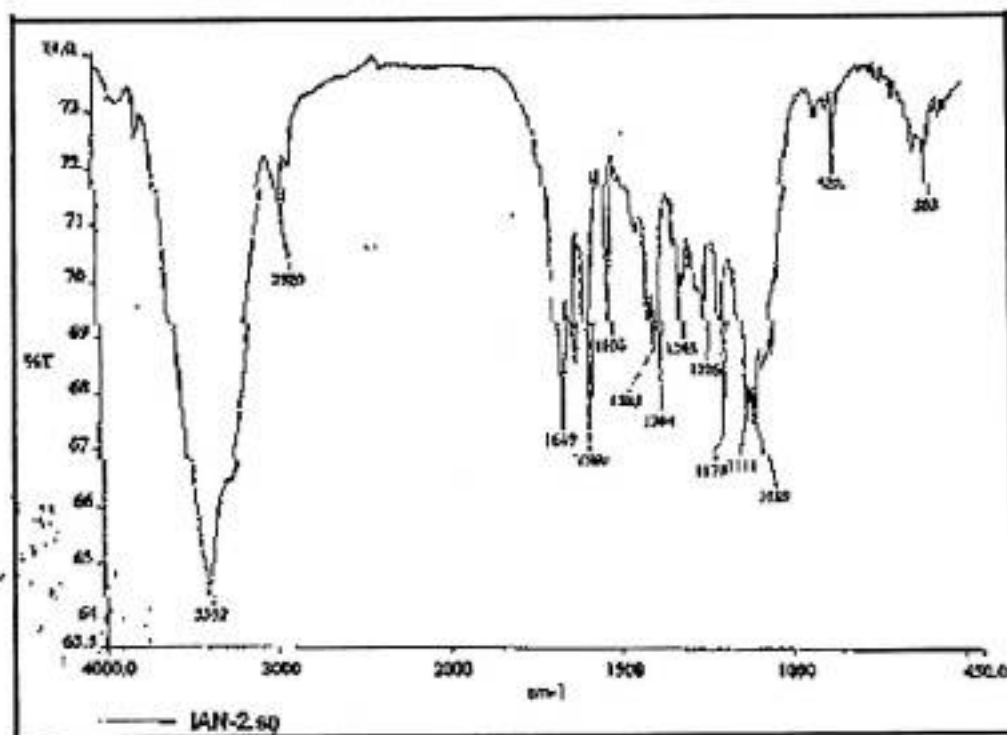
Gambar 6. Kemungkinan pola fragmentasi senyawa 1.

Dari analisis spektroskopi dapat diasumsikan bahwa senyawa ini merupakan golongan terpen dimana berdasarkan berat molekul terbesar yang ditunjukkan pada puncak fragmentasi  $m/e \ 302$  memberikan gambaran bahwa

senyawa ini merupakan diterpen yang mengandung OH bebas yang berasal dari asam karboksilat.

#### 4.7.2 Senyawa 2

Senyawa 2 diperoleh sebagai kristal yang berwarna kuning muda dengan titik leleh 348 °C - 352 °C dan berpendar di bawah lampu UV.



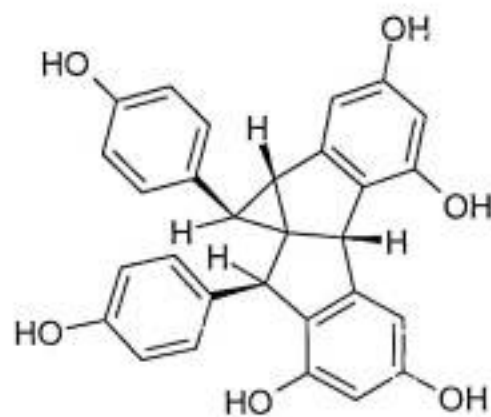
Gambar 7. spektrum senyawa 2

Spektrum IR senyawa 2 (Gambar 4) memperlihatkan adanya serapan untuk O-H pada  $\lambda_{\text{max}}$  3392  $\text{cm}^{-1}$  yang diperkuat oleh adanya pita-pita utama pada  $\lambda_{\text{max}}$  1276-1089  $\text{cm}^{-1}$ . Uluran C-H alifatik pada  $\lambda_{\text{max}}$  2920  $\text{cm}^{-1}$ ; dan gugus metil pada  $\lambda_{\text{max}}$  1385  $\text{cm}^{-1}$ .

Senyawa yang berpendar di bawah sinar UV, dapat mengindikasikan isolat tunggal ini mengandung sistem ikatan rangkap terkonjugasi sehingga dapat menyerap sinar pada daerah panjang gelombang sinar tampak dan sinar

ultraviolet. Senyawa tersebut termasuk golongan senyawa fenolik yang memiliki sistem ikatan rangkap yang terkonjugasi dengan sistem aromatik.

Senyawa 2 ini memiliki kemiripan sebesar 46,53% dengan spektrum IR senyawa ampelopsin F (Lampiran 5). Ampelopsin F adalah suatu senyawa yang telah diisolasi sebelumnya dari akar *Caragana sinica* dengan menggunakan pelarut etil asetat, dimana senyawa ini bermanfaat sebagai anti-HIV. Adapun senyawa ini memiliki struktur dengan kerangka dasar stilben. Struktur ampelopsin F dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Struktur ampelopsin F

Dari analisis spektroskopi senyawa 2 maka dapat diasumsikan bahwa kemungkinan besar senyawa 2 ini merupakan suatu senyawa turunan stilben.



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1 Kesimpulan

Dari hasil penelitian yang di peroleh maka dapat disimpulkan bahwa berdasarkan hasil uji toksisitas terhadap fraksi-fraksi yang diperoleh, dalam ekstrak daun paliasa fraksi etil asetat terdapat fraksi-fraksi aktif terhadap benur udang *Artemia salina* Leach yang memberikan korelasi positif terhadap pemanfaatannya sebagai obat tradisional untuk mengobati berbagai macam penyakit.

Dari proses isolasi diperoleh isolat tunggal yaitu senyawa 1 berwarna coklat muda yang merupakan senyawa terpen dan senyawa 2 berwarna kuning muda yang termasuk golongan stilben.

#### 5.2 Saran

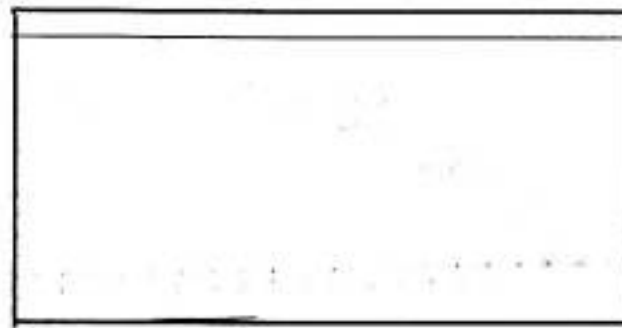
Melihat penelitian yang telah dilakukan, dapat disarankan bahwa penelitian ini perlu dilanjutkan pada fraksi non-aktif karena kemungkinan mengandung senyawa aktif di dalamnya dan disarankan pula penelitian lebih lanjut untuk isolasi dan identifikasi senyawa kimia pada tumbuhan paliasa bagian batang dan buah.

## DAFTAR PUSTAKA

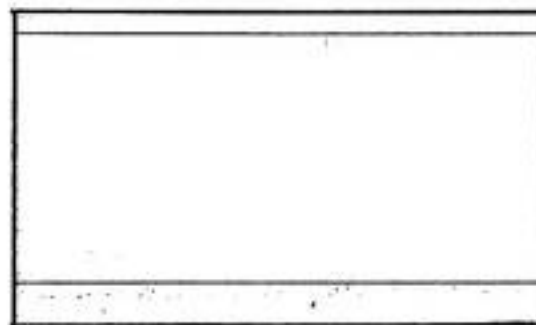
- Anderson, J.E., Goetz, C.M., dan McLaughlin, J.L., 1990, *A Blind Comparison of Simple Bench-top Bioassays and Human Tumour Cell Cytotoxicities as Antitumor Prescreen*, *Phytochemical analysis*, 6, 107-111.
- Departemen Kesehatan Republik Indonesia, 1979, *Farmakope Indonesia*, edisi III, Jakarta.
- Erwin, Hakim, E.H., Achnad, S.A., Syah, M.Y., Nario, A., Mariko, K., Lukman, M., Didin, M., Hiromitsu, T., 2001, *Artoindonesianin B Suatu Senyawa yang Bersifat Toksik Terhadap Sel Tumor P-388 dari Tumbuhan Artocarpus Altilis*, *Buletin The Indonesian Society of Natural Product Chemistry Vol.1, No.1*, Himpunan Kimia Bahan Alam Indonesia, Bandung
- Haeruddin, (1989), *Isolasi dan Identifikasi Komponen Kimia Ekstrak Metanol Daun Kayu Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.) Asal Ujung Pandang*, Skripsi, Jurusan Farmasi, FMIPA-UNHAS, Makassar.
- Harborne, 1979, *Phytochemical Methods, A Guide to Modern Techniques Of Plant Analysis*, Chapman and Hall, London.
- Hasni, 2002, *Pengaruh Infus Daun Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.) Terhadap Transport Aktif Glukosa pada Usus Halus Marmut*, Skripsi tidak diterbitkan, Jurusan Farmasi, FMIPA-UNJHAS, Makassar.
- Herlina, 1993, *Pengaruh Infus Daun Kayu Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.) Terhadap Penurunan Kadar Glukosa Darah Kelinci*, Skripsi tidak diterbitkan, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Hostettman, K., Hostettman M., dan Morston A., 1995, *Cara Kromatografi Preparatif ; Penggunaan Pada Isolasi Senyawa Bahan Alam*, Penerbit ITB, Bandung .
- Kartikasari.R., 2004, *Isolasi dan Identifikasi konstituen Organik Tanaman Daun Paliasa (Kleinhovia Hospita Linn) Pada Kelarutan Berdasarkan Kelompok Polaritas 2,0; 4,806; 6,0; 9,4; dan 78*, Skripsi tidak diterbitkan, Jurusan Kimia, FMIPA-UNHAS, Makassar.
- Khopkar, S.M., 1990, *Konsep Dasar Kimia Analitik*, diterjemahkan oleh A. Saptorahardjo dan A. Nurhadi, UI-Press, Jakarta.
- Latiff, A., (1997), "*Kleinhovia Haspita Linn*" Faridah, H.I. dan L.J.G Van den Maese, " *Plant Resources of south-east Asia No. II*". diterbitkan, Jurusan Kimia.

- Laboratorium Kimia Radiasi dan Laboratorium Kimia Organik, 2004, *Pelatihan singkat Kimia Bahan Alam*, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Noor, A. dan Kumanireng A.S., 2004, *Isolasi dan Identifikasi Konstituen Organik Tanaman Daun Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.) Pada Kelarutan Berdasarkan Kelompok Polaritasnya*, Suatu Laporan Research, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Raflizar, 2000, *Pokok Daun Paliasa (Kleinhovia Hospita Linn) Sebagai obat radang Hati akut*, ( on-line), <http://digilib.litbang.depkes.go.id/>.
- Sastrohamidjojo, H., 1985, *Kromotografi*, Penerbit Liberty, Yogyakarta .
- Sastrohamidjojo, H., 1979, *Spektroskopi*, Penerbit Liberty, Yogyakarta .
- Silverstein, R.M, Bassler, G.C., dan Morrill T.C., 1996, *Penyelidikan senyawa Organik*, Edisi ke-4, Diterjemahkan oleh J.A. Hartomo dan V.P Anny, Erlangga, Jakarta.
- Soekamto, N.H., 2003, *Profil Fitokimia Beberapa Spesies Meraceae Indonesia*, Disertasi tidak diterbitkan, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Suryawati, 1991, *Pengaruh Pemberian Ekstrak Daun Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.) Terhadap Hati Hewan Uji Mencit*, Skripsi tidak diterbitkan, Jurusan Farmasi FMIPA Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Van Steenis C-G.G.J., (1975), *Flora Untuk Sekolah Di Indonesia*, Terjemahan Surjuinoto, M., P.T Pradya Paramita, Jakarta
- Tobing, R.L., 1989, *Kimia Bahan Alam : Suatu Penelitian Kepustakaan*, Departemen Pendidikan dan Kebudayaan, Jakarta
- Watson, L., and Dallwitz, M.J., 1992, *The Families of Flowering Plants: Sterculiaceae Vent.* (<http://www.Sterculiaceae.html>), diakses Juni 2004).
- Zenta, F., dan Kumanireng, A.S., 2003, *Penuntun Praktikum Kimia Organik*, Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Hasanuddin, Makassar.

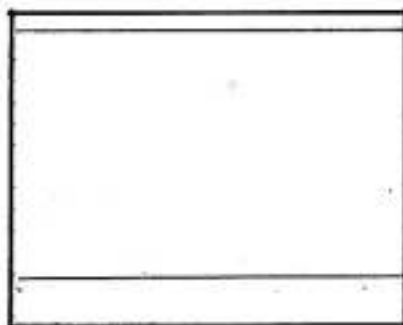
Lampiran 1. Kromatogram hasil fraksinasi



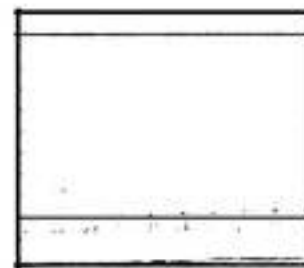
(a)



(b)



(c)



(d)

Keterangan :

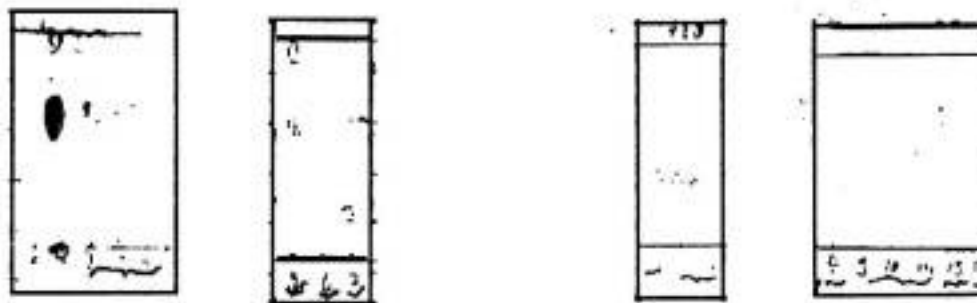
1a. Kromatogram hasil fraksinasi KKV dengan eluen Etil asetat : n-Heksan (8 : 2)

1b. Kromatogram hasil fraksinasi KKG fraksi F dengan eluen Etil asetat :  
n-Heksan (4 : 6).

1c. Kromatogram hasil fraksinasi KKG fraksi F dengan eluen Etil asetat :  
n-Heksan (4 : 6).

1d. Kromatogram hasil fraksinasi KKG fraksi F dengan eluen Etil asetat :  
n-Heksan (4 : 6).

Lampiran 2. Kromatogram hasil fraksinasi

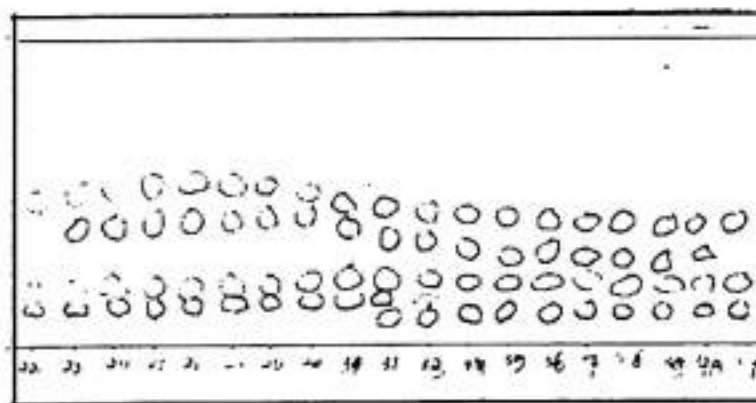


(a)

(b)



(c)

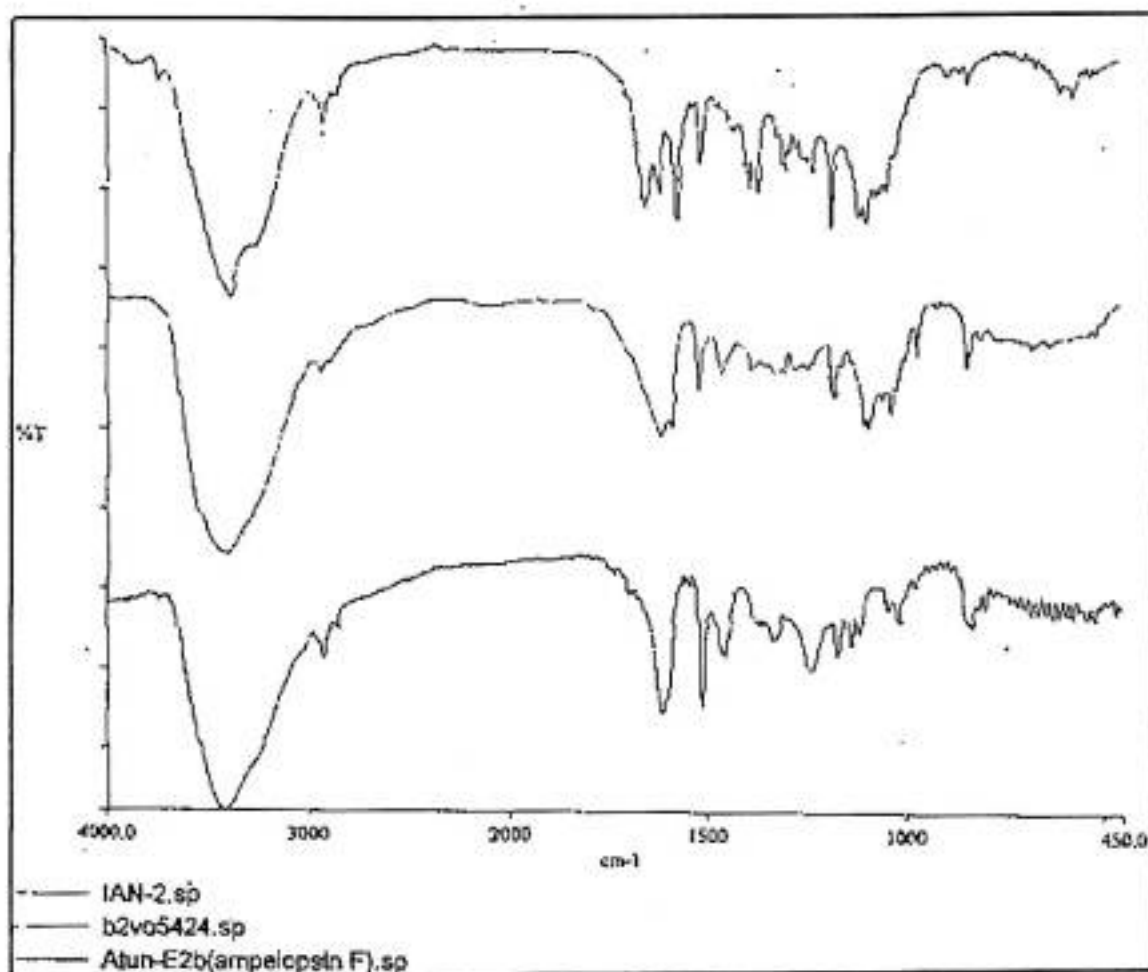


(d)

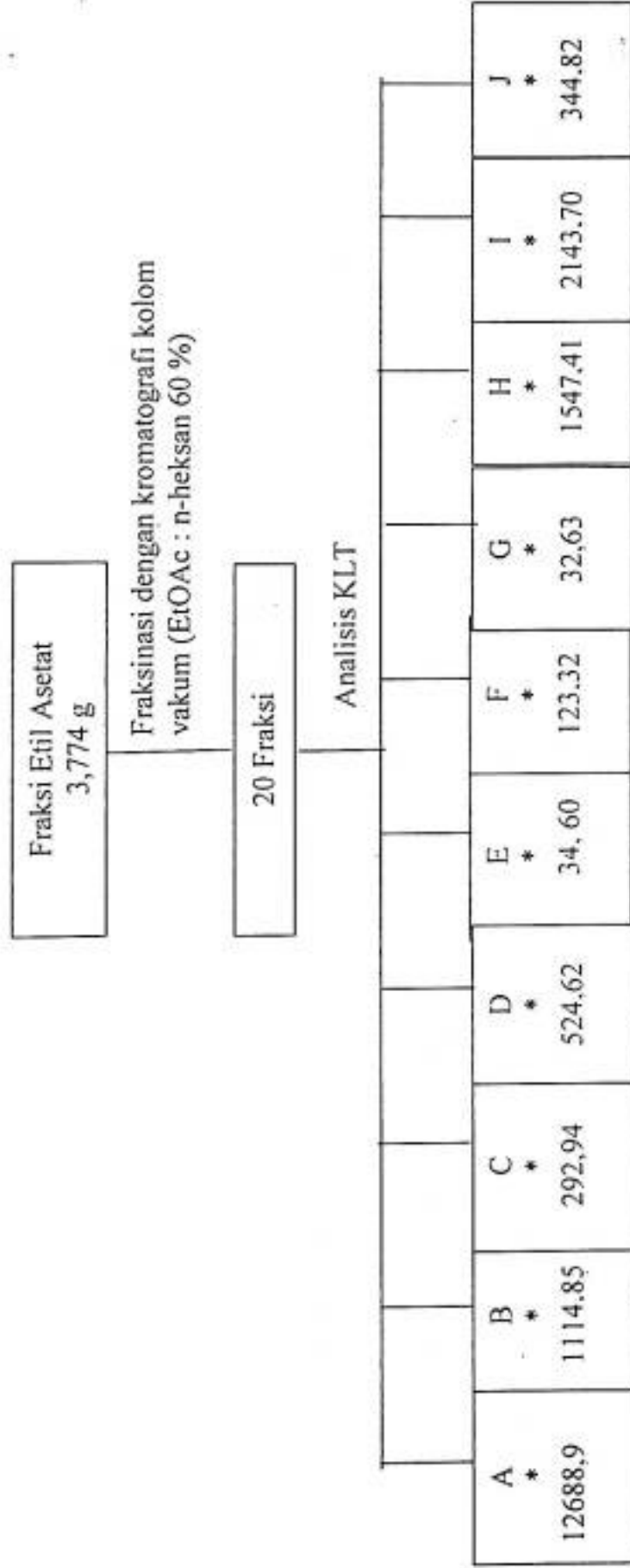
Keterangan :

- 2a. Kromatogram hasil fraksinasi KKG fraksi G dengan eluen Etil asetat :  
n-Heksan (9 : 1)
- 2b. Kromatogram hasil fraksinasi KKG fraksi G dengan eluen Etil asetat : n-  
Heksan (7 : 3)
- 2c. Kromatogram hasil fraksinasi KKF fraksi J dengan eluen Aseton : Etil asetat  
(2 : 8)
- 2d. Kromatogram hasil fraksinasi KKF fraksi J dengan eluen Aseton : Etil asetat  
(2 : 8)

Lampiran 3. Perbandingan spektrum IR senyawa 2 dengan ampelopsin F

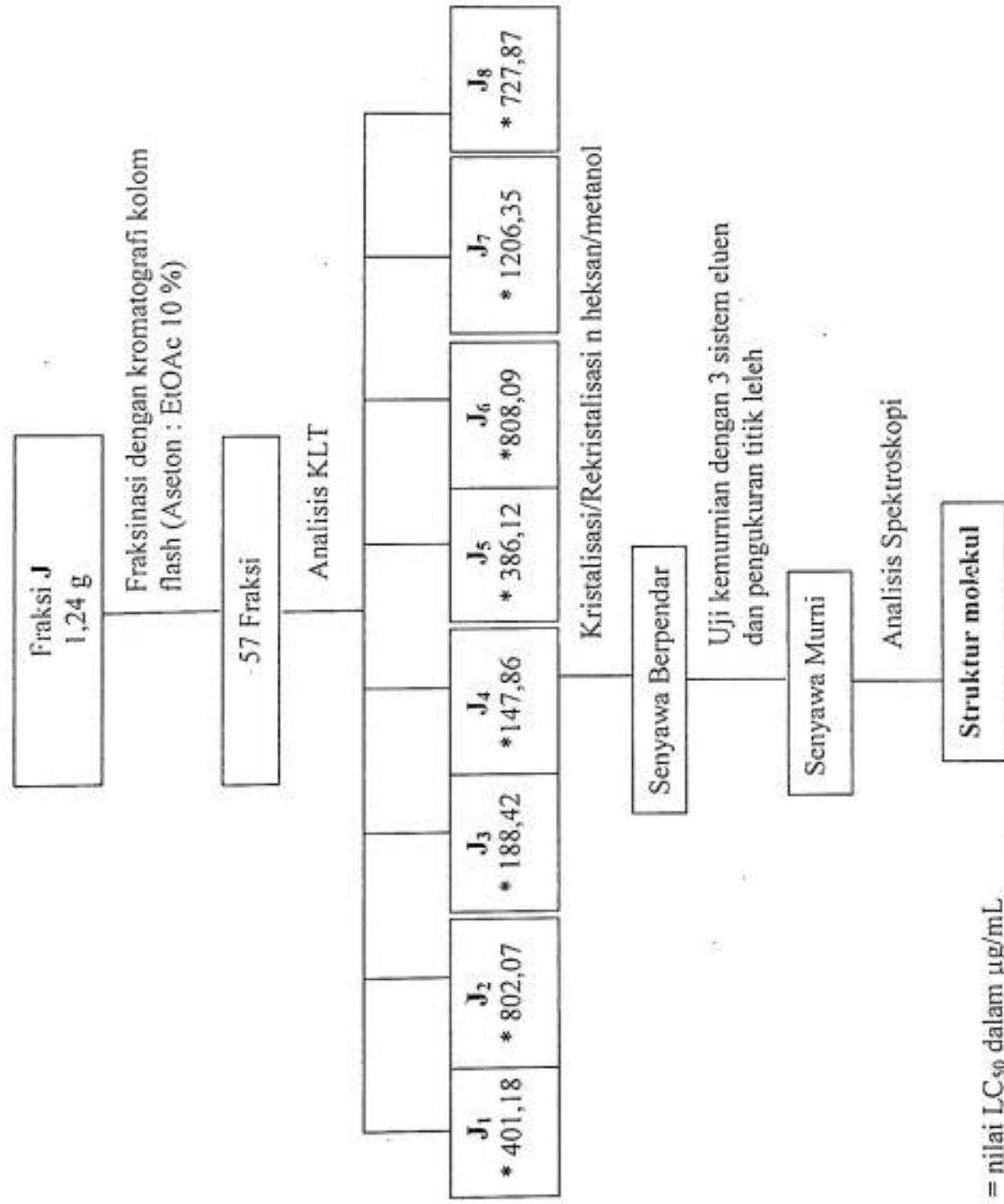


Lampiran 4. Bagan fraksinasi KKV



Ket : \* = nilai I.C.<sub>50</sub> dalam µg/mL

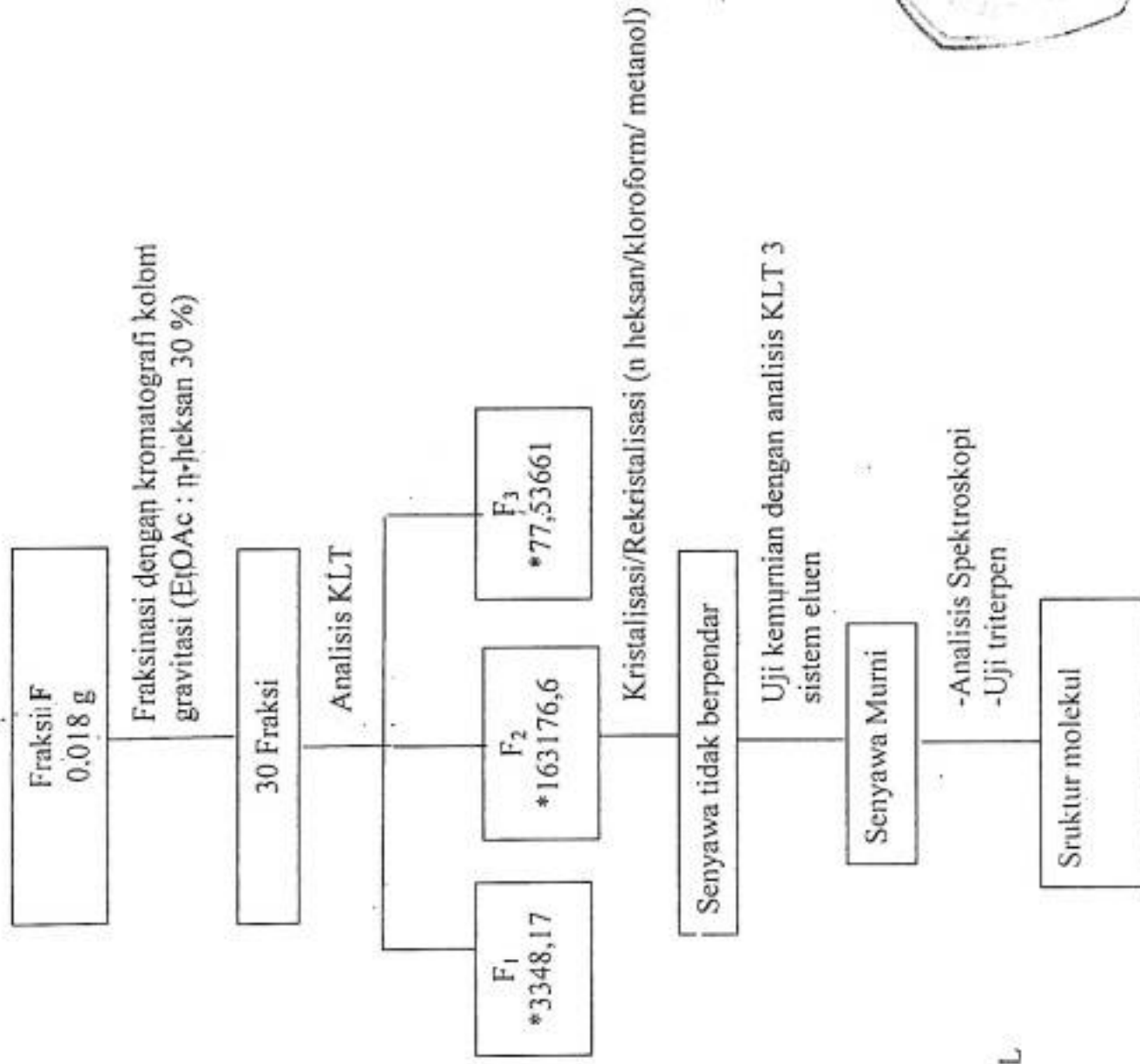
Lampiran 5 Bagan fraksinasi fraksi J dengan KKF



Ket : \* = nilai LC<sub>50</sub> dalam µg/mL



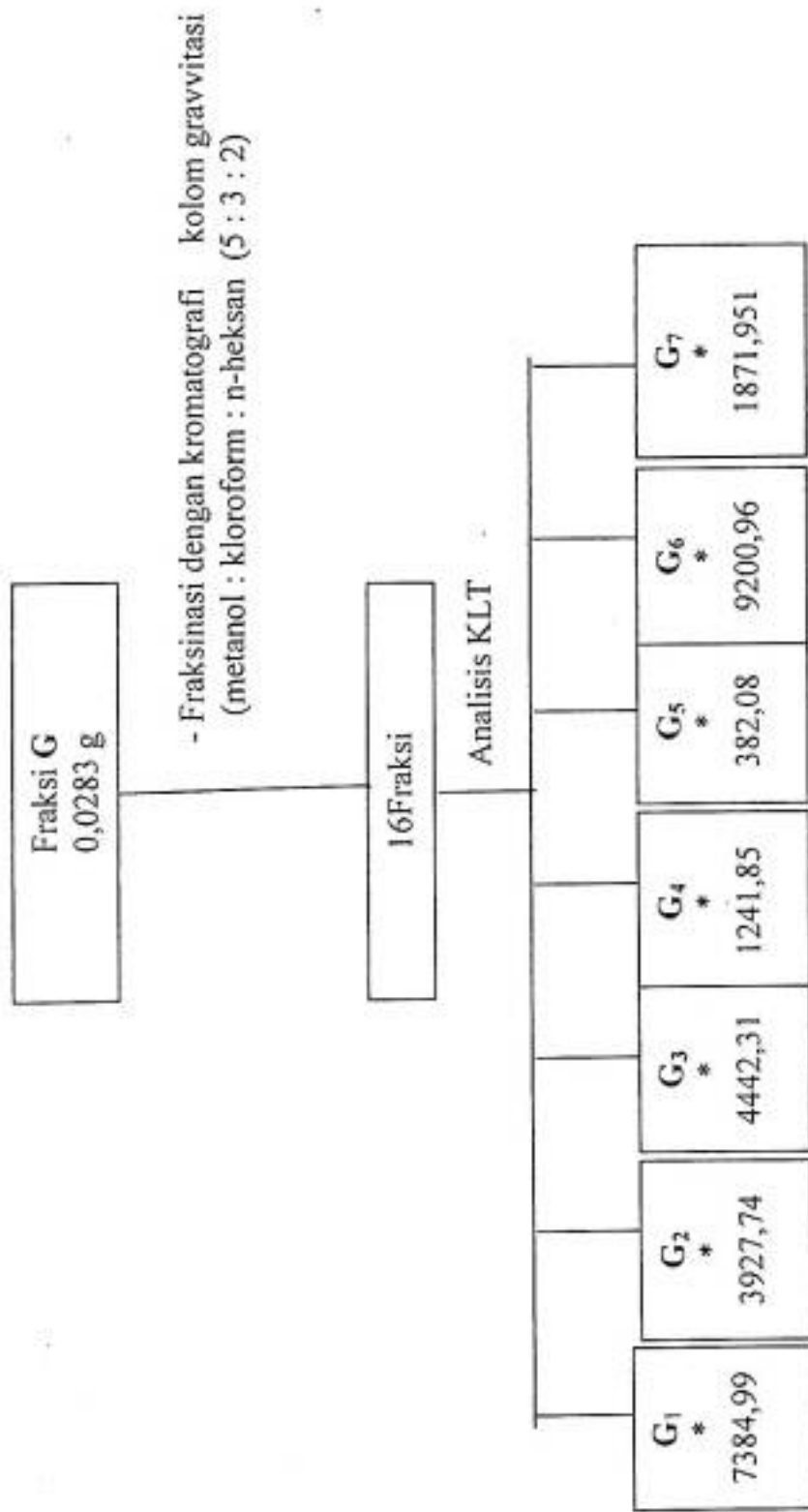
Lampiran 6. Bagan fraksinasi fraksi F dengan KKG.



Ket : \* = nilai  $LC_{50}$  dalam  $\mu\text{g/mL}$ .

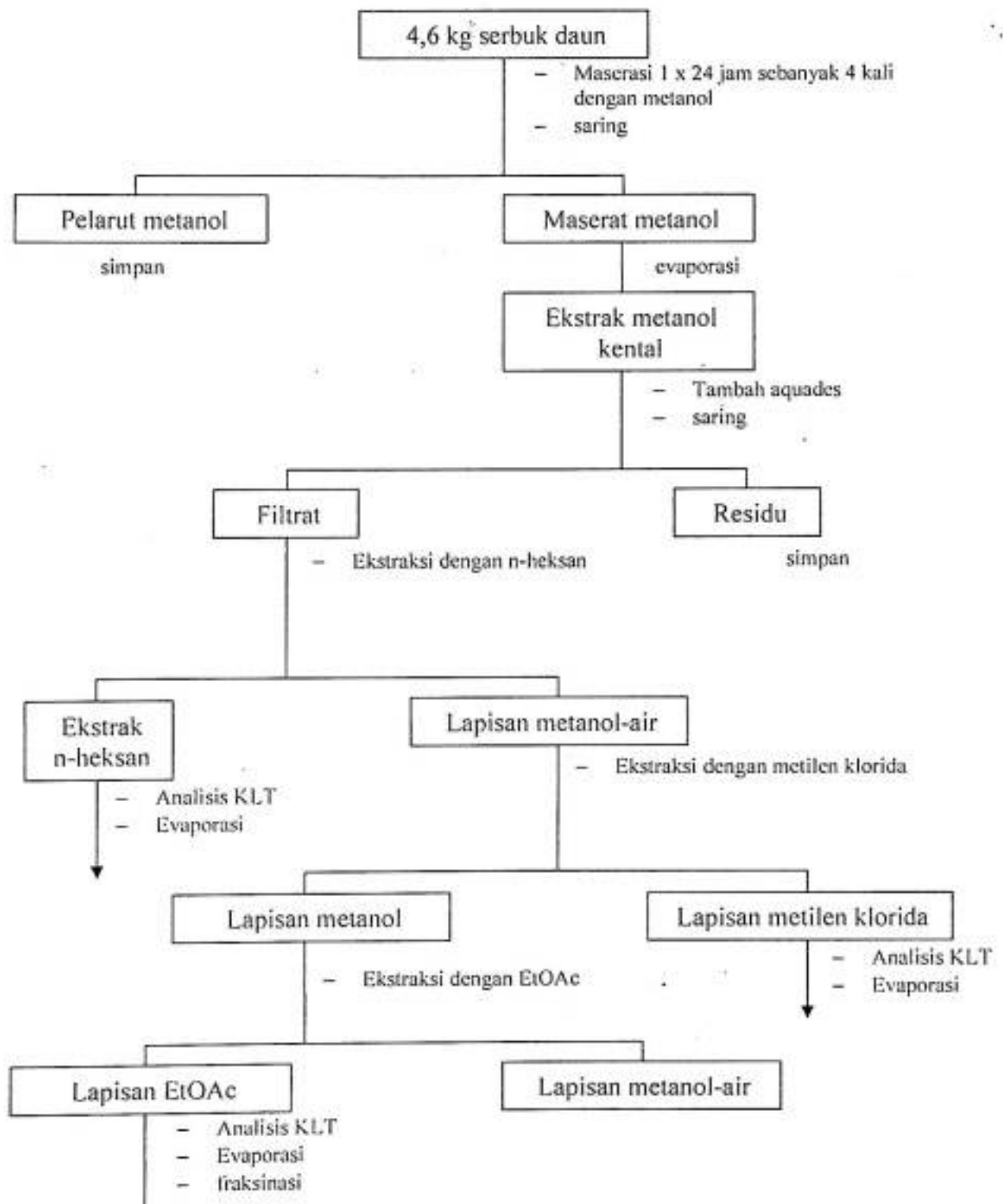


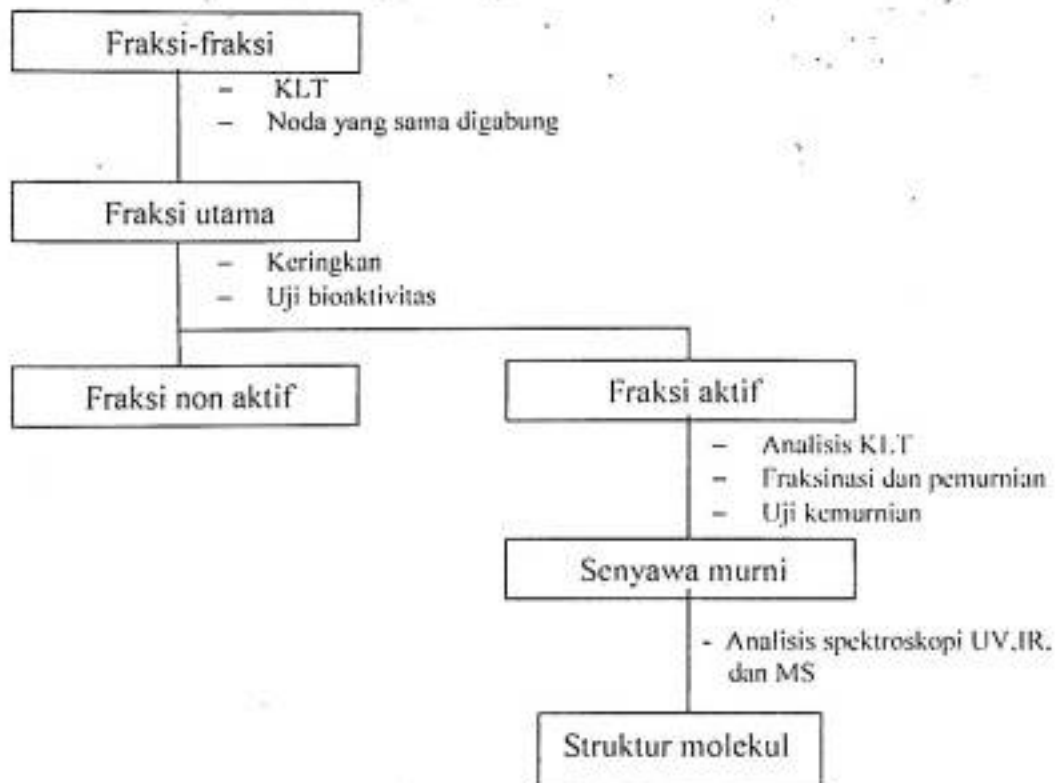
Lampiran 7. Bagan fraksinasi fraksi G dengan KKG



Ket : \* = nilai LC<sub>50</sub> dalam µg/mL

Lampiran 8. Bagan kerja secara keseluruhan





Lampiran 9. Gambar bunga dan daun Paliasa

