



**ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIMIA EKSTRAK
DIETIL ETER DAUN JARAK TINTIR (*Jatropha multifida* L.)
ASAL DESA ALLA KABUPATEN ENREKANG**

Oleh:

Maskida Mastika
94 03 093



PERPUSTAKAAN	
Tgl. Terima	5-3-03
Arah Dori	Fak. MIPA
Ganungnya	lela.
Marga	Hadid
No. Inventaris	030305.045
No. Klas	13716

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2001**

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIMIA EKSTRAK
DIETIL ETER DAUN JARAK TINTIR (*Jatropha multifida* L.)
ASAL DESA ALIA KABUPATEN ENREKANG

Skripsi untuk melengkapi tugas-tugas dan
memenuhi syarat-syarat untuk mencapai
gelar sarjana

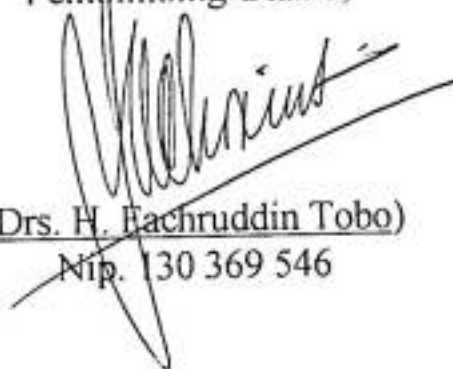
Oleh :

Maskida Mastika
94 03 093

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2001


**ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIMIA EKSTRAK
DIETIL ETER DAUN JARAK TINTIR (*Jatropha multifida* L.)
ASAL DESA ALLA KABUPATEN ENREKANG**

Disetujui Oleh:
Pembimbing Utama,




(Drs. H. Fachruddin Tobo)
Nip. 130 369 546

Pembimbing Pertama



(Drs. Durhanuddin Taebe)
Nip. 130 784 251

Pembimbing Kedua



(Dra. Jeanny Wunas, M.S.)
Nip. 130 520 423

Makassar, Tanggal 16 Juli 2001

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur saya panjatkan kehadiran Allah SWT, atas segala limpahan Rakhmat, Taufik dan Hidayah-Nya sehingga saya dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Melalui skripsi ini saya menyampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada Bapak Drs. H.Fachruddin Tobo selaku pembimbing utama, Bapak Drs. H. Burhanuddin Taebe selaku pembimbing pertama dan Ibu Dra. Jeanny Wunas, MS, selaku pembimbing kedua yang telah meluangkan waktu untuk memberikan petunjuk dan menyumbangkan pikiran serta tenaga dalam membimbing saya mulai saat perencanaan dan penelitian hingga selesainya penyusunan skripsi ini.

Pada kesempatan ini, tak lupa saya sampaikan terima kasih kepada:

1. Bapak Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
2. Ketua/Sekretaris Jurusan Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin
3. Bapak / Ibu Kepala Laboratorium di Lingkungan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, khususnya Jurusan Farmasi.
4. Bapak / Ibu Dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, khususnya Jurusan Farmasi
5. Ibu Dra. Jeanny Wunas, MS selaku Penasehat Akademik

6. Mursalim S.Si, Farida S.Si, serta rekan-rekan mahasiswa dan semua pihak yang tidak dapat disebut satu persatu

Atas segala bantuan, bimbingan, dan partisipasi yang telah diberikan selama saya menempuh pendidikan di Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Ucapan terima kasih yang tidak terhingga kepada kedua orang tua saya yang tercinta: Ayahanda Mashud Tika Tomasajang dan Ibunda Cakka atas semua bimbingan, perhatian, dan do'a yang diberikan kepada saya selama menempuh pendidikan hingga skripsi ini selesai. Kepada saudara-saudara saya " Mastika Famili's " yang tercinta saya ucapkan banyak terima kasih atas do'a dan perhatiannya. Juga kepada "The Best Friends" Masyuri, Ardi, Rahmat dan Ansar, terima kasih atas do'a dan semua yang telah kalian berikan kepada saya.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan, khususnya dibidang farmasi.

Makassar,

2000

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian terhadap daun jarak tintir (*Jatropha multifida* L.) asal Enrekang (Duri) Propinsi Sulawesi Selatan yang digunakan oleh penduduk setempat sebagai obat maag dan getah daunnya digunakan sebagai obat luka baru dengan maksud untuk mengetahui komponen kimia yang terdapat didalamnya.

Penelitian ini meliputi ekstraksi secara maserasi menggunakan pelarut metanol. Suspensi ekstrak metanol diekstraksi dengan dietil eter. Selanjutnya, ekstrak dietileter diisolasi dengan kromatografi kolom menggunakan adsorben silika gel G60 dan cairan pengelusi hexan : Etil asetat perbandingan (20:1), (15:1), (12:1), (10:1), (8:2) dan (7:3), menghasilkan 4 fraksi, yaitu fraksi F1, F2, F3 dan F4. Dari fraksi F1, diperoleh senyawa murni dalam bentuk kristal halus. Senyawa murni ini diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis dan diuji kemurniannya dengan kromatografi lapis tipis dua dimensi kemudian dikarakterisasi dan diidentifikasi dengan analisis spektroskopi dan fraksi kimia.

Identifikasi fraksi F1 dengan reaksi kimia positif sebagai alkaloid. Identifikasi dengan spektroskopi infra merah menunjukkan gugus aromatik (inti benzen) pada bilangan gelombang 3150 cm^{-1} , gugus metilen pada bilangan gelombang 2650 cm^{-1} dan 2850 cm^{-1} , gugus metil pada bilangan gelombang 1360 cm^{-1} dan gugus eter pada bilangan gelombang 1260 cm^{-1} . Identifikasi dengan spektroskopi UV-VIS menghasilkan serapan maksimum pada 270 nm dan menunjukkan adanya gugus aromatik (inti benzen). Identifikasi dengan spektroskopi massa menghasilkan $M^+ = 468$.

Berdasarkan data tersebut dapat disimpulkan bahwa senyawa fraksi F1 termasuk golongan alkaloid. Mempunyai serapan maksimum 207 nm dan mengandung gugus metilen (-CH₂-), gugus metil (-CH₃), gugus eter (C-O-C) dan inti benzen dengan berat molekul 468.

ABSTRACT

The tintir castor leaf (*Jatropha multifida* L) which is origin of Enrekang (Duri) provinci of South Sulawesi that applied by local residents as a gastric drug and served as newly injury drug in its leaf latex, has been researched and has purpose to known the chemical components that contained in it.

This research includes the macerationally extraction by using methanol solvent. Mrthanol extract suspension is extracted with eter diethyl. Then, eter diethyl extract is isolated with colom chromatography using silica gel G 60 adsorbent and elutes liquid hexane : ethyl acetate with ratio (20:1), (15:1), (12:1), (10:1),(8:2) and (7:3), it result in 4 fractions, that is fraction F1, F2, F3 and F4. From Fraction F1, are obtained a pure compound in form of refined crystal. This pure compound is identficated in the manner of slight layer chromatography and its purity is examined with two dimension of slight layer chromatography and then, it is characterized and identficated by analyzes of spectroscopy and chemical fraction.

Identification of f fraction F1 with chemical reaction is positiv as alkaloid. Identification with red infra spectroscopy is show aromatic cluster (benzene core) at phase number of 3150 cm^{-1} , methylene cluster at phase number of 2650 cm^{-1} and 2850 cm^{-1} , methylene cluster at phase number of 1360 cm^{-1} and eter cluster at phase number of 1260 cm^{-1} . Identification with spectroscopy UV-VIS is produces maximum absorption at 270 nm and it shows presences of aromatic cluster (benzeen core). Identification with mass spectroscopy is produces $M^+ = 468$.

With basis of the data it is can concludes that fraction compound F1 included into alkaloid class. It has maximum absorption 207 nm and contain methylene cluster (-CH₂-), methyl cluster (-CH₃), eter cluster $\begin{matrix} \diagup & & \diagdown \\ & \text{C-O-C} & \\ \diagdown & & \diagup \end{matrix}$ and benzene core for molecular weight is 468.

DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	v
ABSTRAK	vii
ABSTRACT	ix
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR GAMBAR	xiv
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR LAMPIRAN	xvi
BAB I PENDAHULUAN	1
BAB II POLA PENELITIAN	3
BAB III TINJAUAN PUSTAKA	5
III.1 Uraian Tumbuhan	5
III.1.1 Klasifikasi Tumbuhan	5
III.1.2 Nama Daerah	5
III.1.3 Morfologi Tumbuhan	6
III.1.4 Kandungan Kimia	6
III.1.5 Kegunaan Tumbuhan	6
III.2 Metode Ekstraksi Bahan Alam	6
III.2.1 Tujuan Ekstraksi	7
III.2.2 Jenis –Jenis Ekstraksi	7
III.2.2. Ekstraksi secara Maserasi	7

III.2.2.2 Ekstraksi secara Perkolasi.....	8
III.2.2.3 Ekstraksi secara Soxhletasi	9
III.2.2.4 Ekstraksi secara Refluks	12
III.2.2.1 Ekstraksi secara Destilasi	
Uap air	12
III.3 Metode Isolasi dan Pemurnian	14
III.3.1 Kromatografi Lapis Tipis	14
III.3.2 Kromatografi Kolom	15
III.4 Identifikasi dan Karakteristik Komponen Kimia	15
III.4.1 Spektroskopi Inframerah	16
III.4.2 Spektroskopi Ultraviolet	17
III.4.3 Spektroskopi Massa	18
BAB IV PELAKSANAAN PENELITIAN	19
IV. 1 Penyiapan Alat dan Bahan	19
IV.1.1 Alat-alat yang Digunakan.....	19
IV.1.2 Bahan-bahan yang Digunakan.....	20
IV.2 Penyiapan Bahan Penelitian.....	20
IV.2.1 Pengambilan Bahan.....	20
IV.2.2 Pengolahan Bahan.....	21
IV.3 Ekstraksi Bahan Penelitian.....	21
IV.3.1 Ekstraksi Secara Maserasi dengan Pelarut Metanol..	21
IV.3.2 Ekstraksi dengan Pelarut Dietil Eter.....	21

IV.4. Pemisahan dan Pemurnian Komponen Kimia	22
IV.4.1 Penyiapan Kolom kromatografi	22
IV.4.2 Pemisahan Komponen kimia Ekstrak Dietil Eter..	22
IV.4.3 Pengujian Kemurnian dengan Metode KLT Dua Dimensi.....	23
IV.4.4 Pemurnian secara Kristalisasi.....	23
IV.5 Identifikasi dan Karakterisasi	23
IV.5.1 Spektroskopi Inframerah.....	23
IV.5.2 Spektroskopi Ultraviolet.....	24
IV.5.3 Spektroskopi Massa	24
IV.5.4 Identifikasi dengan Reaksi Kimia.....	24
BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	25
V.1 Hasil Penelitian	25
V.2 Pembahasan	27
BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN	31
VI.1 Kesimpulan	31
VI.2 Saran	31
DAFTAR PUSTAKA	32

DAFTAR GAMBAR

Gambar		Halaman
1a.	Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak Metanol Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha multifida</i> L.) dengan Penampak Noda Sinar Uv 254 nm...	35
1b.	Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak Metanol Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha multifida</i> L.) dengan Penampak Noda Asam Sulfat 10%...	36
2	Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha multifida</i> L.)	37
3a.	Kromatografi Lapis Tipis Hasil Isolasi Kromatografi Kolom Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha multifida</i> L.)	38
3b.	Kromatografi Lapis Tipis Hasil Isolasi Kromatografi Kolom Senyawa Fraksi A Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha multifida</i> L.)	39
4.	Kromatografi Lapis Tipis Dua Dimensi Fraksi A Ekstrak Dietil Eter Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha multifida</i> L.)	40
5.	Diagram Spektrum Inframerah Senyawa Fraksi A.....	41
6.	Diagram Spektrum Spektroskopi Ultraviolet Senyawa Fraksi A.....	42
7.	Diagram Spektrum Spektroskopi Massa Senyawa Fraksi A.....	43

DAFTAR TABEL

Tabel		Halaman
Ia.	Nilai Rf Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak Metanol Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha Multifida</i> L.) dengan Penampak Noda Sinar UV 254 nm.....	44
Ib.	Nilai Rf Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak Metanol Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha Multifida</i> L.) dengan Penampak Noda Asam Sulfat 10%.....	45
II.	Nilai Rf Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha Multifida</i> L.)	46
IIIa.	Nilai Rf Kromatografi Lapis Tipis Hasil Isolasi Kromatografi Kolom Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha Multifida</i> L.).....	47
IIIb.	Nilai Rf Kromatografi Lapis Tipis Hasil Isolasi Kromatografi Kolom Senyawa Fraksi A Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha Multifida</i> L.).....	48
IV.	Nilai Rf Kromatografi Lapis Tipis Dua Dimensi Senyawa Fraksi A Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha Multifida</i> L.)	49



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	Halaman
A. Skema Kerja.....	50
B. Foto Tumbuhan Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha Multifida</i> L.).....	51
C. Hasil Determinasi Tumbuhan Daun Jarak Tintir (<i>Jatropha Multifida</i> L.)...	52

BAB I

PENDAHULUAN

Indonesia dikenal sebagai negara yang potensial dengan sumber bahan alamnya yang meliputi tumbuhan obat dan biota laut. Hal ini dapat diketahui dengan tersedianya buku yang menguraikan tentang tumbuhan obat Indonesia diantaranya: *Materia Medika Indonesia*, *Tumbuhan Obat*, *Tumbuhan sebagai Sumber Bahan Obat*, *Flora Of Java*, buku *Lontara*, *Tumbuhan berguna Indonesia* dan lain sebagainya (1).

Berdasarkan penelitian yang dilakukan oleh para ahli botani, sekitar 250.000-300.000 spesies tumbuhan tinggi yang potensial digunakan sebagai bahan baku obat tradisional, baru 5-10% yang telah diteliti komponen kimianya atau aktivitas biologiknya(2).

Pemeliharaan dan pengembangan obat tradisional ini mendapat dukungan dari pemerintah Indonesia sebagaimana dituangkan dalam GBHN 1993 dan Undang-Undang Kesehatan No.23 tahun 1992, yang mengupayakan pengobatan tradisional sebagai warisan budaya bangsa harus terus dikembangkan dan tingkatkan melalui usaha penemuan obat-obat termasuk budidaya tanaman obat tradisional yang dapat dipertanggungjawabkan mamfaat dan keamanannya agar terwujud derajat kesehatan masyarakat yang optimal (3).

Tumbuhan yang banyak digunakan oleh masyarakat dalam pengobatan diantaranya adalah familia *Euphorbiaceae*. Tumbuhan ini terdiri dari beberapa spesies, antara lain: *Jatropha curcas* L. (jarak pagar) yang mengandung asam palmitin dan stearin, berkhasiat sebagai ekspektoran dan roboransia. *Ricinus*

communis L. (jarak) mengandung risin dan asam risinolat, berkhasiat sebagai analgetik. *Jatropha podagrica* Hook (jarak bali) digunakan sebagai obat demam. *Jatropha gossypifolia* L. (jarak ulung) yang mengandung tanin, alkaloid dan kalsium oksalat, berkhasiat sebagai obat lepra (Morris Hansen) dan perangsang muntah. *Jatropha multifida* L. (jarak tintir) yang digunakan oleh masyarakat di desa Alla, Kecamatan Anggeraja, Kabupaten Engreng (Duri) sebagai obat maag dan getah daunnya digunakan sebagai obat luka baru.

Komponen kimia dari tumbuhan ini yang telah diketahui antara lain adalah : alkaloid, saponin, flavonoid dan tannin. Tetapi penelitian komponen kimia daun tumbuhan ini masih kurang, yang telah diteliti adalah batangnya.

Sehubungan dengan hal tersebut di atas maka telah dilakukan penelitian mengenai isolasi dan identifikasi ekstrak dietil eter daun jarak tintir dengan maksud untuk mengetahui komponen kimia yang terdapat dalam daun tumbuhan jarak tintir. Tujuannya adalah untuk memperoleh data kimia dan menambah data ilmiah guna peningkatan penggunaan obat tradisional sebagai pengobatan alternatif.

BAB II

POLA PENELITIAN

II.1 Penyiapan Alat dan Bahan

Alat dan bahan disiapkan sesuai kebutuhan penelitian.

II.2 Penyiapan Bahan Penelitian

II.2.1 Pengambilan Bahan

Bahan yang digunakan berupa daun kelima dari atas tumbuhan jarak tintir yang diambil dari Desa Alla Kecamatan Anggeraja, Kabupaten Enrekang (Duri), Propinsi Sulawesi Selatan.

II.2.2 Pengolahan Bahan

Bahan yang telah dibersihkan, dikeringkan pada tempat yang tidak terkena cahaya matahari langsung, setelah kering bahan dipotong-potong kecil.

II.3 Ekstraksi Sampel

II.3.1 Ekstraksi dengan Metode Maserasi

Bahan yang telah diolah kemudian diekstraksi secara maserasi dengan menggunakan pelarut metanol. Ekstrak yang diperoleh kemudian diuapkan.

II.3.2 Ekstraksi dengan Pelarut Dietil Eter

Ekstrak metanol kental, ditambahkan dengan 50 ml dietil eter dalam corong pisah, dikocok dan dibiarkan hingga terpisah, lapisan eter ditampung. Perlakuan ini dilakukan sebanyak 3 (tiga) kali.

II.4 Identifikasi Sampel

Sampel hasil ekstraksi baik ekstrak metanol maupun ekstrak dietil eter diidentifikasi dengan menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT).

II.5 Isolasi Kandungan Kimia

Ekstrak dietil eter kering disuspensikan dengan cairan pelarut kemudian diisolasi secara kromatografi kolom.

II.6 Pemurnian Sampel

Dilakukan dengan mempergunakan kromatografi lapis tipis dua dimensi dan kristalisasi.

II.7 Identifikasi dan Karakterisasi Komponen Kimia Murni

Komponen kimia murni yang diperoleh diidentifikasi dengan spektroskopi.

II.8 Pembahasan Hasil Penelitian

Pembahasan dilakukan berdasarkan hasil yang telah diperoleh dari penelitian.

II.9 Pengambilan Kesimpulan

Kesimpulan diambil berdasarkan pembahasan hasil penelitian.

BAB III

TINJAUAN PUSTAKA

III.1 Uraian Tumbuhan (6,7,8,9,12)

III.1.1 Klasifikasi Tumbuhan

Dunia	:	Plantarum
Divisi	:	Spermatophyta
Anak divisi	:	Angiospermae
Kelas	:	Dicotyledoneae
Sub kelas	:	Monochlamydeae
Bangsa	:	Euphorbiales
Suku	:	Euphorbiaceae
Marga	:	Jatropha
Jenis	:	<i>Jatropha multifida</i> L.

III.1.2 Nama Daerah

Bugis	:	Daun Yodium
Toraja	:	Daun penisilin
Sulawesi Utara	:	Daun gedi
Maluku	:	Balacai batai (Temate)
Sunda	:	Jarak gurita
Jawa	:	Jarak cina

III.1.3 Morfologi Tumbuhan

Semak, tahunan, tinggi ± 2 m. Batang berkayu, pangkal membesar, bergetah, penampang bulat, bekas daun nampak jelas, masih muda hijau setelah tua putih kehijauan. Daun tunggal, tersebar, panjang 15-20 cm, bulat bercangap, pertulangan menjari, ujung runcing, pangkal membulat, tepi rata, hijau. Bunga majemuk, bentuk malai, bertangkai, diujung cabang, benang sari delapan, kepala sari bentuk tapal kuda, putik tiga, pendek, kelopak bercangap, merah. Buah kendaga, panjang $\pm 1,5$ cm, muda hijau setelah tua coklat. Biji bulat, muda putih setelah tua coklat. Akar tunggang, putih kekuningan.

III.1.4 Kandungan Kimia

Batang dari tumbuhan ini mengandung alkaloida, saponin, flavonoida dan tanin.

III.1.5 Kegunaan Tumbuhan

Tumbuhan jarak tintir dalam masyarakat Desa Alla, Kecamatan Anggeraja, Kabupaten Enrekang (Duri), Propinsi Sulawesi Selatan digunakan sebagai obat maag dengan cara merebus daun jarak tintir dengan air dan daun rebusannya diminum setiap hari sampai sembuh. Sedangkan sebagai obat luka dengan cara menetasakan getah daun segar jarak tintir pada luka.



III.2 Metode Ekstraksi (4,10)

III.2.1 Tujuan Ekstraksi

Tujuan Ekstraksi adalah untuk menarik komponen-komponen kimia yang terdapat dalam simplisia. Proses ekstraksi ini didasarkan atas perpindahan massa komponen-komponen zat padat yang ada dalam simplisia ke dalam pelarut, setelah pelarut menembus dinding sel, kemudian berdifusi karena terjadi perbedaan tekanan di luar dan di dalam sel.

III.2.2 Jenis-jenis Ekstraksi

Jenis-jenis ekstraksi bahan alam yang sering dilakukan adalah secara dingin dan ekstraksi secara panas. Ekstraksi secara dingin dilakukan dengan cara maserasi, perkolasi dan soxhletasi, sedangkan ekstraksi secara panas dilakukan dengan cara refluks dan destilasi uap air.

III.2.2.1 Ekstraksi secara maserasi

Metode maserasi merupakan metode cara penyarian yang sederhana. Maserasi dilakukan dengan cara merendam serbuk simplisia dalam cairan penyari. Cairan penyari akan menembus dinding sel dan masuk ke dalam rongga sel yang mengandung zat aktif, zat aktif akan larut dan karena adanya perbedaan konsentrasi antara larutan zat aktif di dalam sel dengan diluar sel, maka larutan terpekat didesak keluar. Peristiwa tersebut berulang sehingga terjadi keseimbangan antara larutan di luar dan di dalam sel.

Metode maserasi digunakan untuk menyari simplisia yang mengandung komponen kimia yang mudah larut dalam cairan penyari, tidak mengandung zat yang mudah mengembang seperti benzoin, tiraks dal lilin.

III.2.2.2 Ekstraksi Secara Perkolasi

Metode perkolasi merupakan metode penyarian secara sederhana yang dilakukan dengan cara bahan yang akan diekstraksi dikemas dalam kolom dengan kran pada ujung bawah dan penyaring ditengah atau sinter untuk mencegah keluarnya bahan padat. Kran dibuka, pelarut pengekstraksi (pada suhu kamar atau diatasnya) dituang dari atas dan dibiarkan menembus sampel. Dengan demikian, bahan-bahan kimia terekstraksi dapat dikumpulkan dalam wadah yang sesuai. Penguapan pelarut menghasilkan ekstrak kering.

Proses ini dapat diulang sebanyak mungkin bila perlu untuk menjamin sampel telah terekstraksi secara keseluruhan.

Keuntungan metode ini tidak memerlukan langkah tambahan, yaitu sampel sel awal (marc) telah terpisah dari ekstrak.

Kerugiannya adalah kontak antara sampel padat tidak merata atau terbatas bila dibandingkan dengan metode ekstraksi menggunakan refliks, dan pelarut dapat menjadi dingin selama

proses perkolasi sehingga tidak melarutkan komponen secara efisien.

III.2.2.3 Ekstraksi Secara Soxhletasi

Dalam metode soxhlet sampel yang akan diekstraksi diletakkan dalam "pelindung, (thimbel)" selulosa atau pembungkus dalam kompartemen tengah dengan bagian sifon dan pipa samping keduanya dihubungkan pada kompartemen yang lebih rendah. Pelarut diletakkan dalam kompartemen bawah dan kondensor dipasang di atas kompartemen sampel pusat. Perhatikan bahwa setiap komponen dari alat yang disusun (wadah, pelarut, kompartemen sampel dan kondensor) merupakan bagian-bagian terpisah dari alat gelas yang dirakit bersama dengan isi yang sesuai, untuk membuat peralatan lengkap.

Pelarut dalam wadah bawah (biasanya labu dengan alas bulat) dipanaskan hingga mendidih, dan uapnya akan melalui pipa samping naik ke kondensor. Disinilah uap akan mengembun dan menetes ke thimble yang berisi sampel yang diekstraksi. Pelarut yang hangat akan menembus sampel dan dinding thimble, ekstrak terkumpul dalam kompartemen pusat. Ketika ekstrak mencapai ketinggian ujung sifon, seluruh cairan dalam

kompartemen pusat mengalir melalui sifon dan kembali ke wadah pelarut. Proses ini kemudian diulang.

Dalam metode ini, ekstrak berkumpul dalam wadah bawah, perlahan-lahan konsentrasinya semakin pekat. Dengan menganggap tidak ada bahan yang menguap, uap yang berasal dari ekstrak yang dipanaskan dianggap sebagai uap pelarut murni. Sehingga cairan yang menetes ke sampel dari kondensor secara esensial hingga cairan yang menetes ke sampel dari kondensor secara esensial merupakan pelarut murni, walaupun diperoleh dari ekstrak. Dengan demikian, walaupun pelarut yang dibutuhkan relatif sedikit, keaktifan volume pelarut yang digunakan untuk ekstraksi, proporsional terhadap waktu selama proses dibiarkan berlangsung.

Proses soxhlet berguna untuk ekstraksi sempurna dari sampel tanaman dengan pelarut khusus, contohnya untuk membebaskan lemak atau jika diinginkan komponen khusus 100%. Proses soxhlet ini juga berguna jika diinginkan ekstraksi sempurna yang berkelanjutan menggunakan suatu seri pelarut dengan kepolaran yang meningkat, misalnya hexane, kloroform, metanol dan air. Namun perlu untuk mengeringkan sampel tanaman pada saat penggantian pelarut untuk mencegah terbawanya sisa-sisa pelarut ke pelarut selanjutnya. Berbagai

macam ukuran peralatan soxhlet tersedia untuk dicocokkan dengan skala yang sesuai.

Metode ini memiliki keterbatasan. Salah satu masalah utamanya yaitu karena pelarut didaur ulang. Ekstrak yang terkumpul pada wadah dibelah bawah terus menerus dipanaskan dan dapat berakibat terjadinya reaksi peruraian yang disebabkan oleh panas. Yang kedua, jumlah total senyawa-senyawa yang diekstraksi akan melampaui kelarutannya dalam pelarut tertentu. Sehingga senyawa-senyawa tersebut dapat mengendap dalam wadah dan membutuhkan volume pelarut yang lebih banyak untuk melarutkannya. Yang ketiga, bila dilakukan dalam skala besar, mungkin tidak cocok untuk menggunakan pelarut dengan titik didih yang terlalu tinggi, seperti metanol atau air, karena seluruh alat yang berada dibawah kondensor perlu berada pada temperatur ini untuk pergerakan uap pelarut yang efektif. Yang keempat, tidak seperti metode refluks, metode ini terbatas pada ekstraksi dengan pelarut murni atau campuran azeotropik dan tidak dapat digunakan untuk ekstraksi dengan campuran pelarut, misalnya hexane : diklorometan = 1 : 1, atau pelarut yang diasamkan atau dibasakan, karena uapnya akan

mempunyai komposisi yang berbeda dalam pelarut cair di dalam wadah.

III.2.2.4 Ekstraksi secara Refluks

Ekstraksi dengan alat refluks termasuk ekstraksi secara panas. Cara ini termasuk cara ekstraksi berkesinambungan. Bahan yang akan diekstraksi direndam dengan cairan penyari dalam labu alas bulat yang dilengkapi dengan pendingin tegak, kemudian dipanaskan sampai mendidih, cairan penyari akan menguap, uap tersebut diembunkan oleh pendingin dan turun untuk menyari kembali zat aktif dalam simplisia tersebut, demikian seterusnya. Ekstraksi secara refluks biasanya dilakukan 3 x 4 jam.

Simplisia yang biasa diekstraksi dengan cara ini adalah simplisia yang mempunyai komponen kimia yang tahan terhadap pemanasan dan mempunyai tekstur yang keras seperti akar, batang, buah atau biji dan herba.

III.2.2.5 Ekstraksi Secara Destilasi Uap

Destilasi uap adalah metode yang populer untuk ekstraksi minyak-minyak menguap (minyak esensial) dari sampel tanaman. Ini dapat dilakukan dengan beberapa cara. Salah satu metodenya yaitu mencampur bahan dengan air lalu dipanaskan hingga mendidih (destilasi dengan air). Uap yang

timbul dikumpulkan dan dibiarkan mengembun, dan minyak terpisah dari air. Tetapi jika minyak tersebut harus dibiarkan dari pemanasan yang berlebihan, maka uap dari generator yang terpisah dapat dibuat melewati sampel tanaman, yang disuspensikan dalam air tetapi tidak dipanaskan (destilasi uap air) atau secara langsung melewati sampel tanaman yang diletakkan dalam jarak yang diatur antara pintu masuk uap dan kondensor (destilasi uap langsung).

Destilasi uap berpegang pada prinsip fisik yaitu, jika dua cairan tidak bercampur digabungkan, tiap cairan bertindak seolah-olah pelarut itu hanya sendiri, dan menggunakan tekanan uap. Tekanan uap total dari campuran yang mendidih sama dengan jumlah tekanan uap parsial, yaitu tekanan yang digunakan oleh komponen tunggal. Karena pendidihan yang dimaksud yaitu tekanan uap total sama dengan tekanan atmosfer, titik didih dicapai pada temperatur yang lebih rendah dari pada jika tiap-tiap cairan berada dalam keadaan murni.

Destilasi uap membutuhkan peralatan yang relatif sederhana, dan tidak membutuhkan langkah-langkah penyaringan untuk memisahkan minyak yang terekstraksi dari sampel tanaman. Tetapi, destilasi uap tidak dapat digunakan bila minyak tersebut mengandung senyawa yang mudah terhidrolisis seperti ester

atau bahan yang mudah teroksidasi atau terurai oleh panas. Untuk minyak-munyak seperti ini, metode alternatif dapat digunakan, seperti ekstraksi langsung sampel tanaman dengan minyak tertentu (enfleurage), pelarut, cairan superkritis atau phytosols.

III.3 Metode Isolasi dan Pemurnian (11, 12, 13, 14, 15, 16)

III.3.1 Identifikasi dengan Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi lapis tipis adalah salah satu cara analisis yang digunakan untuk memisahkan komponen kimia secara cepat berdasarkan prinsip adsorpsi dan partisi.

Adsorben merupakan serbuk halus yang dibuat secara merata dan tipis (0,1-0,25 mm) di atas lempeng kaca sebagai fase diam dan cairan pengembang sebagai fase gerak. Karena adanya perbedaan daya serap adsorben terhadap komponen kimia, maka komponen kimia akan bergerak dengan kecepatan yang berbeda. Hal ini yang menyebabkan terjadinya pemisahan. Perbandingan antara jarak yang ditempuh komponen kimia dengan jarak yang ditempuh cairan pengelusi disebut R_f (Rate of Flow).

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh senyawa terlarut}}{\text{Jarak yang ditempuh cairan pengelusi}}$$

Penampak noda yang sering digunakan adalah asam sulfat 10% atau sinar ultraviolet.

III.3.2 Isolasi dengan Kromatografi Kolom

Kolom kromatografi merupakan metode kromatografi klasik, yang sampai saat ini penggunaannya masih banyak digunakan. Kolom kromatografi digunakan untuk memisahkan senyawa-senyawa dalam jumlah banyak. Pemisahan komponen kimia dengan metode ini pada prinsipnya sama dengan kromatografi yang lain yaitu adsorpsi dan partisi. Kolom kromatografi atau tabung untuk pengaliran karena gaya tarik bumi (gravitasi) atau sistem bertekanan rendah, biasanya terbuat dari kaca yang dilengkapi kran jenis tertentu pada bagian bawahnya untuk mengatur aliran pelarut. Ukuran keseluruhan kolom sangat beragam, tetapi panjangnya sekurang-kurangnya 10 kali garis tengah dalamnya dan mungkin sampai 100 kalinya. Pada dasarnya makin panjang ukuran suatu kolom makin bagus pemisahannya. Ukuran kolom dan banyaknya adsorben yang dipakai ditentukan oleh bobot campuran linarut yang akan dipisahkan. Untuk pemisahan normal nisbah bobot 30:1 untuk noda yang letaknya berjauhan pada kromatografi lapis tipis. Jika pemisahan yang lebih sukar dipakai perbandingan penyerap : linarut yang lebih tinggi 100:1 atau 300:1 dan lebih sering digunakan kolom kecil panjang. Kemasan adsorben yang biasa digunakan adalah silika gel G60, kieselgur dan aluminium oksida. Cairan penyari hasil isolasi ditampung sebagai fraksi-fraksi dalam vial volume 10 ml.

III.4 Identifikasi dan Karakterisasi Komponen Kimia (15, 17, 18, 19, 20)

III.4.1 Spektroskopi Inframerah

Hampir setiap senyawa yang memiliki ikatan kovalen, baik senyawa organik maupun senyawa anorganik akan menyerap berbagai frekuensi radiasi elektromagnetik dalam daerah spektrum inframerah. Daerah spektrum inframerah terletak pada panjang gelombang 2,5 dan 15 μm . Daerah spektrum elektromagnetik antara 0,8-2,5 μm disebut inframerah dekat dan daerah spektrum elektromagnetik antara 15-200 μm disebut inframerah jauh.

Penyerapan energi radiasi inframerah oleh molekul menyebabkan terjadi eksitasi pada molekul tersebut ke tingkat energi yang lebih tinggi. Namun demikian hanya frekuensi tertentu dari radiasi inframerah yang akan diserap oleh molekul sesuai dengan perubahan energi yang memiliki orde dari 2-10 kkal/mol. Radiasi dalam kisaran energi ini sesuai dengan kisaran frekuensi vibrasi rentangan dan vibrasi bengkokan dari ikatan kovalen dalam molekul.

Kegunaan yang lebih penting dari spektrum inframerah adalah memberikan keterangan tentang molekul. Serapan setiap tipe ikatan hanya diperoleh dalam bagian-bagian kecil tertentu dari daerah vibrasi inframerah. Kisaran serapan yang kecil digunakan untuk menentukan tipe ikatan.



Pada dasarnya instrumentasi yang digunakan dalam radiasi inframerah menggunakan dasar-dasar optik, yaitu komponen mekanik dan listrik yang dirancang bangun untuk mengubah perubahan energi yang sangat kecil yang diakibatkan oleh serapan cuplikan menjadi suatu spektrum yang akurat dan memberikan hasil ulang yang tinggi. Adapun komponen-komponen tersebut terdiri dari 4 bagian utama, yaitu sumber radiasi, kisi difraksi (monokromator), tempat cuplikan dan detektor. Cahaya dari sumber radiasi dilewatkan melalui cuplikan kemudian dipecahkan menjadi frekuensi-frekuensi individunya oleh monokromator dan selanjutnya terukur oleh detektor.

III.4.2 Spektroskopi Ultraviolet

Radiasi cahaya ultraviolet pada molekul atau atom menyebabkan terjadinya elektromagnetik, oleh karena itu spektrum ultraviolet disebut juga spektrum elektromagnetik, sebagai akibat transisi antara dua tingkat energi elektron dari molekul atau atom. Gugusan atom yang mengabsorpsi radiasi elektromagnetik disebut gugus kromofor. Spektrum absorpsi suatu senyawa dapat diketahui melalui jalannya kurva dengan jumlah dan letak, intensitas dan bentuk maksimum yang dapat memberikan petunjuk adanya kromofor dari substansi yang ada.

Daerah pengukuran pada panjang gelombang 180-380 nm disebut daerah radiasi ultraviolet.

Spektrofotometer ultraviolet terdiri atas sumber radiasi yang memancarkan radiasi monokromatis dari sumber radaisi yang memancarkan radiasi polikromatis, wadah untuk sampel yang dianalisis dan detektor yang berfungsi yang mengubah sinyal radiasi yang diterima menjadi sinyal elektromagnetik.

III.4.3 Spektroskopi Massa

Spektroskopi Massa suatu teknik analisis yang mendasarkan pemisahan berkas-berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa dan muatan (m/e) dan pengukuran berkas-berkas dari ion dalam sebuah spektrometer massa, suatu contoh dalam keadaan gas ditembak dengan elektron dari molekul inti dan terbentuk suatu ion organik, ion organik ini tidak stabil dan pecah menjadi fragmen yang lebih kecil, baik berbentuk radiasi bebas maupun ion-ion lain. Fragmen yang bermuatan positif ini akan dideteksi dan memberikan spektrum massa yang merupakan gambaran antara jumlah relatif fragmen bermuatan positif yang berlainan terhadap angka banding massa dengan muatan (m/e) dari fragmen itu, fragmen yang bermuatan positif tersebut akan muncul sebagai puncak-puncak. Puncak menyatakan suatu fragmen molekul dan intensitas puncak sebanding jumlah relatif fragmen-fragmen.

BAB IV
PELAKSANAAN PENELITIAN

IV.1 Penyiapan Alat dan Bahan

IV.1.1 Alat-alat yang digunakan

1. Bejana Kromatografi
2. Corong
3. Corong pisah
4. Gelas piala
5. Gelas ukur
6. Lampu Ultraviolet 254 nm
7. Lempeng kromatografi (UVSL-25)
8. Lemari pendingin
9. Oven listrik (Memmert)
10. Penyemprot
11. Pipa kapiler
12. Pipet tetes
13. Rotavapor (Buchi)
14. Seperangkat alat maserasi
15. Seperangkat alat kromatografi kolom
16. Spektrofotometer ultraviolet (Shimadzu)
17. Spektrofotometer inframerah (Shimadzu)
18. Spektrofotometer massa (Jeol DX 303)

19. Timbangan

20. Vial

IV.1.2 Bahan-bahan yang digunakan

1. Air suling
2. Asam sulfat p.a (E. Merck)
3. Benzen teknis
4. Daun jarak tintir (*Jatropha multifida* L.)
5. Dietil eter teknis
6. Etil asetat teknis
7. Heksan teknis
8. Kapas
9. Kloroform
10. Metanol p.a (E. Merck)
11. Metanol teknis
12. Silika gel G 60 (E. Merck)
13. Silika gel G 60 F-254 (E. Merck)

IV.2 Penyiapan Bahan Penelitian

IV.2.1 Pengambilan Bahan

Bahan yang digunakan berupa daun jarak tintir (*Jatropha multifida* L.) yaitu daun kelima dari atas sampai pada daun yang tidak kuning diambil di Desa Alla, Kecamatan Anggeraja, Kabupaten Enrekang (Duri), Propinsi Sulawesi Selatan.

IV.2.2 Pengolahan Bahan

Bahan yang telah dikumpulkan dibersihkan dan dikeringkan dengan cara diangin-anginkan pada tempat yang tidak terkena sinar matahari langsung, setelah kering bahan digunting-gunting kecil dengan ukuran 0,25cm- 0,6 cm setara dengan derajat halus 4/18.

IV.3 Ekstraksi Bahan Penelitian

IV.3.1 Ekstraksi secara Maserasi dengan pelarut Metanol

Bahan yang telah dikeringkan ditimbang sebanyak 500 g, dimasukkan dalam bejana maserasi dan dikembangkan dengan sedikit pelarut metanol, kemudian ditambahkan metanol sebanyak 3750 ml (1:7,5) dan dibiarkan selama lima hari, terlindung dari cahaya matahari sambil sesekali diaduk kemudian disaring. Ekstraksi dilakukan 3x5 hari setiap kali dengan pelarut metanol 3750 ml. Ekstrak yang diperoleh dikumpulkan kemudian dipekatkan dengan rotavator, diperoleh ekstrak kental sebanyak 15,6 g. Sejumlah kecil ekstrak metanol ini dipisahkan untuk analisa secara kromatografi lapis tipis menggunakan penyerap silika gel G60 F254, cairan pengelusi heksan : etil asetat (7:3) serta menggunakan penampak noda sinar ultraviolet 254 nm dan asam sulfat 10%.

IV.3.2 Ekstraksi dengan pelarut Dietil Eter

Ekstrak metanol kental disuspensikan dengan 25 ml air, kemudian diekstraksikan menggunakan pelarut dietileter dalam corong

pisah sebanyak 3 kali, setiap kali dengan dengan 50 ml. Hasil ekstraksi dikumpulkan kemudian diuapkan dengan rotavator hingga diperoleh ekstrak dietileter kering sebanyak 6,5 g. Selanjutnya dilakukan analisis secara kromatografi lapis tipis menggunakan penyerap silika gel G60 F254, cairan pengelusi heksan : etil asetat (7:3) serta menggunakan penampak noda sinar ultraviolet 254 nm dan asam sulfat 10 %.

IV.4 Pemisahan dan Pemurnian Komponen Kimia

IV.4.1 Penyiapan Kolom Kromatografi

Kolom dibebaslemakkan dengan pelarut kloroform kemudian dipasang tegak lurus pada statif. Pada dasar kolom dimasukkan kapas sebagai penyangga dan selanjutnya diisi dengan cairan pengelusi kemudian silika gel dituangkan ke dalam kolom sedikit demi sedikit. Kran pada kolom dibuka dan di tutup selama penyerap dimasukkan ke dalamnya untuk menjaga agar cairan pengelusi berada selapis di atas permukaan penyerap sehingga kerapatan penyerap berada dala keadaan homogen. Perbandingan penyerap dan ekstrak dietil eter kental 100:1.

IV.4.2 Pemisahan Komponen Kimia Ekstrak Dietil Eter.

Ekstrak dietil eter dilarutkan dengan sedikit cairan pengelusi yang akan digunakan kemudian dimasukkan ke dalam kolom yang telah disiapkan. Selanjutnya cairan pengelusi ditambahkan sesuai dengan urutan kenonpolarannya heksan : etil asetat (20:1), (15:1), (12:1), (10:1), (8:2) dan (7:3) menggunakan pipet tetes melalui dinding kolom sambil

diatur kecepatan aliran cairan pengelusi yang keluar dari ujung kolom .
Fraksi- fraksi yang keluar ditampung dalam wadah ukuran 10 ml dan
setiap fraksi diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis.

IV.4.3 Pengujian Kemurnian dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis Dua Dimensi

Fraksi A yang menampakkan noda tunggal diidentifikasi
secara kromatografi lapis tipis dua dimensi dengan menggunakan cairan
pengelusi heksan : etil asetat (8:2) untuk arah I dan benzena : etil asetat
(8:2) untuk arah II. Penampak noda yang digunakan adalah inar UV 254
nm dan asam sulfat 10%.

IV.4.4 Pemurnian secara Kristalisasi

Fraksi A dikumpulkan dan diuapkan hingga kering, kemudian
dilarutkan dengan metanol dan disimpan dalam lemari pendingin selama
3 hari. Kristal yang terbentuk dipisahkan dari pelarutnya dengan cara
penyaringan, kemudian ditentukan jarak leburnya.

IV.5 Identifikasi dan Karakterisasi

IV.5.1 Spektroskopi Inframerah

Kristal yang diperoleh dari fraksi A diidentifikasi secara
spektroskopi inframerah dengan cara menggerus sampel tersebut bersama
KBr, kemudian ditekan sehingga diperoleh pelet. Pelet dimasukkan ke
dalam sel dan ditempatkan pada celah sinar inframerah selanjutnya

dijalankan dengan menekan tombol on. Spektrum akan direkam pada alat pencatat.

IV.5.2 Spektroskopi Ultraviolet

Senyawa dari fraksi A diidentifikasi dengan spektrofotometer UV dengan cara sampel dilarutkan dengan metanol kemudian dimasukkan ke dalam wadah cuplikan dan ditempatkan diantara sumber radiasi dan monokromator. Spektrum yang dihasilkan direkam oleh pencatat.

IV.5.3 Spektroskopi Massa

Kristal dimasukkan ke dalam ruang pengion, kemudian ditembak dengan elektron berenergi tinggi (70 eV) sehingga terbentuk fragmen-fragmen molekul yang mempunyai perbandingan massa/muatan (m/e) yang berbeda-beda. Spektrum yang dihasilkan direkam oleh alat pencatat.

IV.5.4 Identifikasi dengan Reaksi Kimia

Fraksi yang memperlihatkan noda tunggal diidentifikasi secara reaksi kimia dengan cara kristal yang diperoleh dilarutkan dalam HCl 1N dan dimasukkan dalam tabung reaksi, ditambahkan pereaksi Mayer terbentuk endapan kuning. Dengan Marquis menghasilkan warna ungu. Dan dengan pereaksi Bouchardat menghasilkan endapan warna kuning.

BAB V

HASIL DAN PEMBAHASAN

V.1 Hasil

Setelah dilakukan ekstraksi, isolasi dan identifikasi komponen kimia ekstrak dietil eter daun jarak tintir (*Jatropha multifida* L.) diperoleh hasil sebagai berikut:

A. Ekstraksi Komponen Kimia

Ekstraksi 500 g daun jarak tintir dengan pelarut metanol 3750 ml (1:7,5) secara maserasi diperoleh ekstrak kering sebanyak 15,6 g ekstrak metanol diekstraksi kembali dengan dietil eter diperoleh ekstrak dietil eter kering sebanyak 6,5 g.

B. Identifikasi secara Kromatografi Lapis Tipis

1. Identifikasi komponen kimia ekstrak metanol secara kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi:

- a. Heksan : etil asetat (7:3) dan heksan : etil asetat (8:2) dengan penampak noda sinar UV 254 nm menunjukkan dua noda. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 1a dan tabel 1a.
- b. Heksan: etil asetat (7:3) dan heksan: etil asetat (8:2) dengan penampak noda asam sulfat 10% menunjukkan 5 noda dan 4 noda. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 1b dan tabel 1b.

2. Identifikasi komponen kimia ekstrak dietil eter secara kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi heksan : etil asetat (8:2) dengan

penampak noda sinar UV 254 nm dan asam sulfat 10% menunjukkan 5 noda.

Hasilnya dapat dilihat pada gambar 2 dan tabel II.

C. Pemisahan secara Kromatografi Kolom

Pemisahan komponen kimia ekstrak dietil eter secara kromatografi kolom, menghasilkan 4 fraksi, yaitu A (vial 1-35), fraksi B (Vial 36-60), fraksi C (Vial 61-75) dan fraksi D (vial 76-100). Hasilnya dapat dilihat pada gambar 3a dan tabel IIIa.

D. Identifikasi secara Kromatografi lapis Tipis Dua Dimensi

Identifikasi secara kromatografi lapis tipis dua dimensi menggunakan cairan pengelusi heksan: etil asetat (8:2) untuk arah I dan benzen : etil asetat (8:2) untuk arah II, dengan penampak noda asam sulfat 10% menunjukkan 1 noda. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 4 dan tabel IV.

E. Pemurnian dan Kristalisasi

Pemurnian dilakukan dengan melarutkan fraksi A menggunakan pelarut metanol, kemudian menyimpannya dalam lemari pendingin menghasilkan kristal halus yang tidak memungkinkan untuk diukur jarak leburnya.

F. Identifikasi dan Karakterisasi Komponen Kimia Senyawa Fraksi A

1. Hasil identifikasi senyawa fraksi A secara spektroskopi inframerah menunjukkan puncak-puncak pada bilangan gelombang 2650 cm^{-1} dan 2850 cm^{-1} adalah gugus metilen ($-\text{CH}_2-$) bilangan gelombang 1360 cm^{-1}

adalah gugus metil ($-\text{CH}_3$), bilangan gelombang 1260 cm^{-1} adalah gugus eter ($\text{C}-\text{O}-\text{C}$), bilangan gelombang 3150 cm^{-1} adalah gugus aromatik (inti benzen) dan bilangan gelombang 500 cm^{-1} menunjukkan monosubstitusi inti benzen. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 5.

2. Hasil identifikasi senyawa fraksi A secara spektroskopi ultraviolet menunjukkan serapan maksimum pada 207 nm menunjukkan adanya inti benzen yang tersubstitusi. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 6.
3. Hasil identifikasi senyawa fraksi A secara spektroskopi massa menunjukkan $M=468$. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 7.
4. Identifikasi senyawa fraksi A dengan reaksi kimia menunjukkan adanya alkaloid.

V.2 Pembahasan

Hasil determinasi menunjukkan bahwa tumbuhan jarak yang diperiksa dalam penelitian ini adalah jenis *Jatropha multifida* L. Fakta ini diperlukan agar hasil penelitian tidak diragukan.

Pemeriksaan ekstrak secara berkesinambungan, yaitu ekstraksi secara maserasi daun jarak tintir (*Jatropha multifida* L.) sebanyak 500 g menggunakan pelarut metanol 3750 ml ($1:7,5$) setiap kali ekstraksi dan ekstraksi dilakukan sebanyak tiga kali dengan metanol sebanyak 11.250 ml . Setelah dipekatkan dengan rotavator diperoleh ekstrak metanol kering sebanyak $15,6\text{ g}$. Ekstraksi lebih lanjut menggunakan corong pisah dengan pelarut dietil eter dan air diperoleh ekstrak dietil eter kering sebanyak $6,5\text{ g}$. Dari hasil yang diperoleh

terlihat bahwa jumlah ekstrak metanol kering lebih banyak jika dibandingkan dengan jumlah ekstrak dietil eter kering. Hal ini disebabkan /dipengaruhi oleh adanya kelarutan komponen kimia dalam pelarut, dimana pelarut metanol dapat menarik semua komponen kimia yang bersifat polar maupun non polar sedangkan pelarut dietil eter hanya dapat menarik komponen kimia yang bersifat non polar saja.

Identifikasi ekstrak metanol secara kromatografi lapis tipis dengan cairan pengelusi hexan : etil asetat (7:3) memperlihatkan 6 noda dengan penampakan noda sinar ultraviolet 254 nm dan asam sulfat 10%. Dengan cairan pengelusi heksan : etil asetat (8:2) diperoleh 5 noda dengan penampakan noda sinar ultraviolet 254 nm dan asam sulfat 10%. Identifikasi ekstrak dietil eter secara kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi yang sama, yaitu heksan : etil asetat (7:3) dan (8:2) memperlihatkan jumlah noda dan Rf yang sama.

Dari hasil kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi heksan : etil asetat terlihat bahwa jumlah noda yang diperoleh dari ekstrak metanol sama dengan jumlah noda yang diperoleh dari ekstrak dietil eter. Ini berarti bahwa semua komponen non polar yang terdapat di dalam ekstrak metanol tersari dengan sempurna ke dalam pelarut dietil eter. Sedangkan penggunaan cairan pengelusi dengan perbandingan kepolaran yang berbeda dimaksudkan untuk mengetahui apakah mungkin masih ada noda lain selain keenam noda tersebut.

Ekstrak dietil eter yang diperoleh kemudian diisolasi menggunakan metode isolasi kromatografi kolom dengan cairan pengelusi heksan : etil asetat



perbandingan (20:1), (15:1), (10:1), (8:2) dan (7:3). Penggunaan variasi cairan pengelusi ini dimaksudkan untuk mempermudah dan mempercepat terpisahnya kandungan kimia yang terdapat dalam ekstrak dietil eter daun jarak tintir (*Jatropha multifida* L.). Dari hasil isolasi ini, diperoleh 4 fraksi, yaitu fraksi A, B, C dan fraksi D. Pembagian fraksi ini berdasarkan hasil identifikasi kromatografi lapis tipis. Fraksi A selanjutnya diteliti lebih lanjut karena nodanya tunggal dan lebih besar jika dibandingkan dengan fraksi C. fraksi A pada identifikasi kromatografi lapis tipis dua dimensi memperlihatkan satu node dan dalam pelarut metanol p.a dapat membentuk kristal yang tidak berwarna. Fraksi ini mempunyai BM = 468 yang ditunjukkan oleh spektroskopi massa dengan M = 468. Hasil identifikasi senyawa fraksi A dengan reaksi kimia menunjukkan adanya alkaloid.

Suatu kenyataan bahwa senyawa terisolasi diperoleh sangat kecil jumlahnya dan kristal yang terbentuk hanya berupa kristal halus sehingga tidak memungkinkan diukur jarak leburnya. Ini berarti bahwa komponen kimia fraksi A (alkaloid) yang terkandung dalam daun jarak tintir hanya sedikit yang tertarik kedalam pelarut dietil eter dan mungkin pula sebagian komponen kimia terbuang pada waktu proses rekristalisasi.

Hasil analisis spektroskopi UV-visible senyawa fraksi A tumbuhan daun jarak tintir (*Jatropha multifida* L) menunjukkan suatu panjang gelombang dimana terjadi serapan maksimum yaitu pada 207 nm. Serapan pada panjang gelombang ini menunjukkan adanya cincin benzen (gugus aromatik) yang tersubstitusi. Efek batokromatik (pergeseran merah) terlihat pada puncak

serapan cincin benzen dari 204 nm yang bergeser kepanjang gelombang 207 nm. Efek batokhromatik ini terjadi karena adanya substitusi pada inti benzen dan menunjukkan adanya transisi elektronik dari $n \rightarrow \sigma^*$. Transisi ini biasanya diberikan oleh gugus yang mengandung atom oksigen, nitrogen atau halogen (gugus aoksokrom).

Puncak-puncak serapan yang diberikan oleh spektrum inframerah menunjukkan beberapa gugus fungsi yaitu pita-pita dalam daerah 2650 cm^{-1} dan 2850 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus alkil, pita dalam daerah 1360 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus metil. Gugus ini menandakan bahwa terdapat gugus metilen ($-\text{CH}_2-$) dan gugus metil ($-\text{CH}_3$) dalam senyawa. Satu pita diantaranya 3150 cm^{-1} dan 3000 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus aromatik (inti benzen). Pita kuat dalam daerah 1260 cm^{-1} disebabkan oleh sistem karbon-oksigen-karbon (C-O-C). Diperkirakan timbul eter karena tidak ada pita-pita yang disebabkan oleh C=O dan OH. Dan satu serapan lemah dalam daerah 500 cm^{-1} menunjukkan inti benzen monosubstitusi.

Oleh karena belum lengkapnya data yang berhasil dikumpulkan maka sintesis struktur senyawa terisolasi berdasarkan data spektroskopi tidak dapat dilakukan lebih terperinci. Hanya saja dapat dinyatakan bahwa senyawa fraksi A mempunyai berat molekul 468 dan mempunyai serapan maksimum 207 nm, selain itu dalam senyawa terdapat inti benzen yang monosubstitusi, gugus metil ($-\text{CH}_3$), gugus metilen ($-\text{CH}_2-$) dan gugus eter $\text{C}-\text{O}-\text{C}$.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 Kesimpulan

Berdasarkan data reaksi kimia, data spektrofotometer ultraviolet, inframerah dan massa maka dapat disimpulkan bahwa fraksi A merupakan golongan alkaloid yang mempunyai serapan pada panjang gelombang 207 nm dan senyawanya mengandung inti benzen yang monosubstitusi, gugus eter (C-O-C), gugus metil (-CH₃) dan gugus metilen (-CH₂-) dengan berat molekul 468.

VI.2 Saran

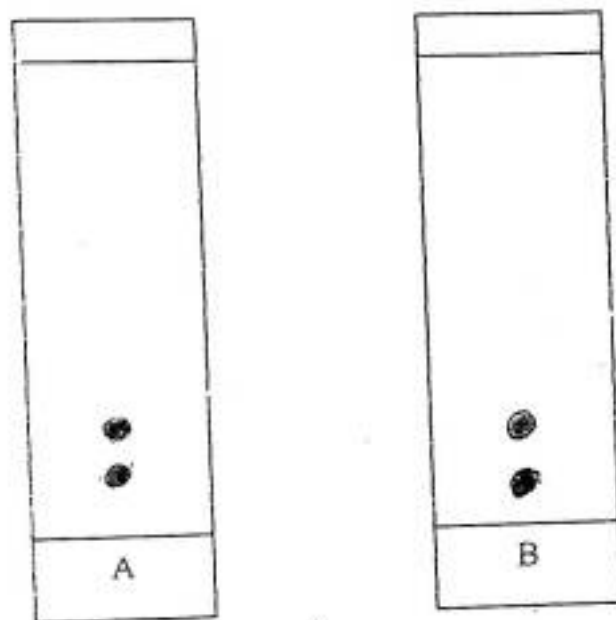
Diharapkan supaya ada penelitian lebih lanjut terhadap senyawa terisolasi fraksi A.

DAFTAR PUSTAKA

1. Tampubolon, O.T., "Tumbuhan Obat", Bharata Karya Aksara, Jakarta, 1-3.
2. Wiryowidagdo, S., "Cara Produksi Obat yang Baik," Kursus Penyegar Ilmu Farmasi, Jurusan Farmasi, F- MIPA , Unhas, Ujung Pandang.
3. Hidayat, I., (1995), "Pengembangan Obat Tradisional Menuju Fitofarmaka dan Peran ISFI yang Diharapkan", Kursus Penyegaran Ilmu Farmasi, Jurusan Farmasi, F-MIPA, Unhas, Ujung Pandang, 1-2.
4. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1968), "Sediaan Galenik", Edisi II, Bakti Husada, Jakarta, 10-13.
5. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1979), "Materia Medika Indonesia", Jilid III, Jakarta, XVIII.
6. Becker, C.E., (1965), "Flora Of Java", Edisi II, N.V.P. Noordhoff-Groningen-The Netherland, 262-264.
7. Sastroamidjojo, S., (1988), "Obat asli Indonesia", Dian Rakyat.
8. Syamsuhidayat, S.S., Hutapea, R.J., (1991), "Inventaris Tanaman Obat Indonesia", Edisi I, Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Badan Penelitian dan Pengembangan Kesehatan, 1-3.
9. Perry, L.M., Metzger, J., (1980), " Medical Plants of east dan Southeast asia : Attributed Properties dan Use", The MIT Press, Cambridge, Massachusetts, and London, England.

10. Harborne, J.B., (1987), "Metode Fitokimia, Penuntun Cara Modern Menganalisa Tumbuhan", Edisi II, Penerbit ITB, Bandung, 1.
11. Sastroamidjojo, H., (1970), "Kromatografi", Liberty, Yogyakarta.
12. Stahl, E., (1996), "Thin Layer Chromatography," 2nd edition, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York.
13. Ditjen POM., (1979), Farmakope Indonesia," Edisi III, Depkes RI, Jakarta.
14. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1979), "Materia Medika Indonesia," Jilid IV, Jakarta.
15. Sujadi, (1986), "Metode Pemisahan", Penerbit Kanisus, Fakultas Farmasi, Universitas Gajah Mada, Yogyakarta.
16. Hartomo, A.J., Purba, A.V., (1986), "Penyelidikan Spektrometri Senyawa Organik."
17. Mulya, M. Ahmad, S., (1990)," Aplikasi Spektrofotometer UV - VIS," Maephiso Grafika, Surabaya.
18. Darise M., dkk., (1985), "Studies of Chemicals Caontituents of Natural Bitters and Sweet Principles," Disertasi Doktor Hirosima University, Japan.
19. Sastroamidjojo, H., (1992)," Spektroskopi Inframerah," Edisi I, Editor: Prof. Drs. Sardjoko, Apt, Fakultas MIPA, UGM, Penerbit Liberty, Yogyakarta.
20. Williams, D.H., Fleming, I.,(1973), " Spectroscopic: Methods In Organic Chemistry," Second Edition, Mc. Graw Hill Book Company Limited Maidenhead, Berkshire, England.

21. Harlim, T., (1986), Spektroskopi, Senyawa Organik I", Fakultas MIPA, Unhas, Penerbit Lepas, Unhas, Ujungpandang.
22. Sastroamidjojo, H., (1985)," Dasar-dasar Spektroskopi," Edisi I, Penerbit Liberty, Yogyakarta.
23. Noerdin, D., (1986)," Elusidasi Struktur Senyawa Organik," Penerbit Angkasa , Bandung.
24. Sudjadi., (1985), " Penentuan Struktur Senyawa Organik," Edisi I, Ghalia Indonesia, Bandung.



Gambar 1a. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Daun Jarak Tintir
(*Jatropha multifida* L.)

Keterangan :

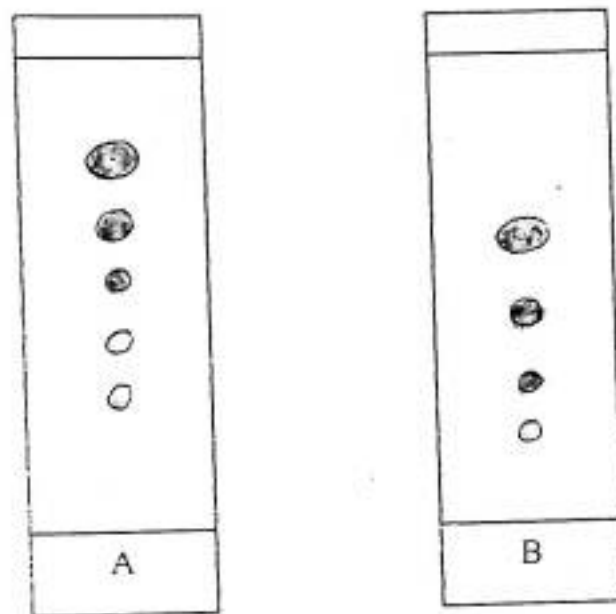
A = Cairan pengelusi Heksan : Etil asetat (7:3)

B = Cairan pengelusi Heksan : Etil asetat (8:2)

Penampak noda = Sinar ultraviolet 254 nm

Adsorben = Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng = 2 x 7 cm



Gambar 1b. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Daun Jarak Tintir
(*Jatropha multifida* L.)

Keterangan :

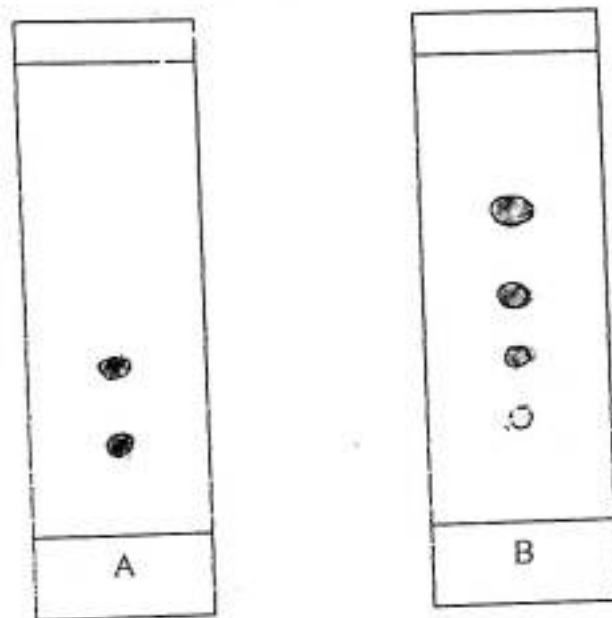
A = Cairan pengelusi Heksan : Etil asetat (7:3)

B = Cairan pengelusi Heksan : Etil asetat (8:2)

Penampak noda = Asam sulfat 10%

Adsorben = Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng = 2 x 7 cm



Gambar 2. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Eter Daun Jarak Tintir
(*Jatropha multifida* L.)

Keterangan :

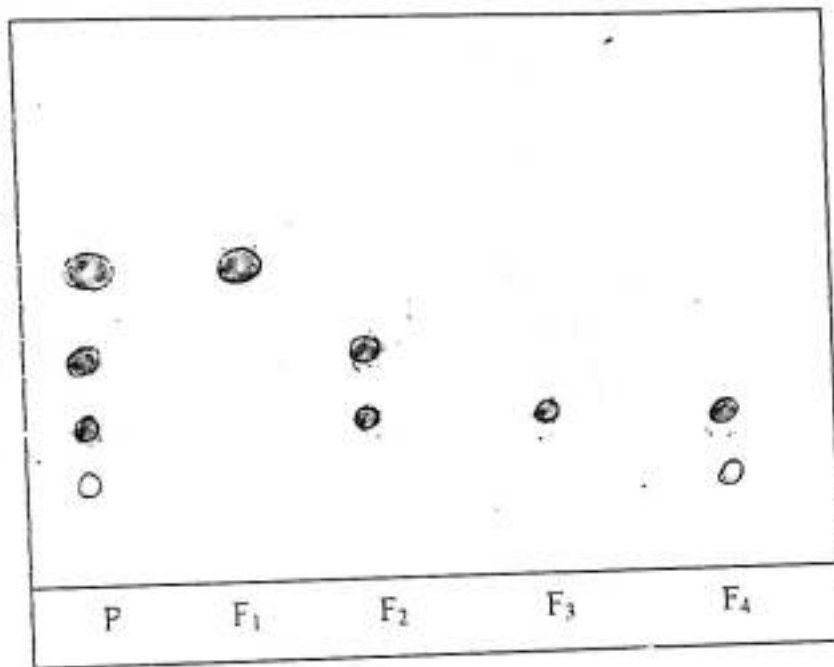
A = Penampak noda Sinar ultraviolet 254 nm

B = Penampak noda asam sulfat 10%

Cairan pengelusi = Heksan : Etil asetat (8:2)

Adsorben = Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng = 2 x 7 cm



Gambar 3a. Kromatogram Lapis Tipis Hasil Isolasi Kolom Kromatografi Daun Jarak Tintir (*Jatropha multifida* L.)

Keterangan :

F₁ = Fraksi A

F₂ = Fraksi B

F₃ = Fraksi C

F₄ = Fraksi D

Cairan pengelusi = Heksan.: Etil asetat (8:2)

Penampak noda = Sinar UV 254 nm

Adsorben = Silika gel G₆₀ F.254



Gambar 3b. Kromatogram Lapis Tipis Hasil Isolasi Kolem Kromatografi Fraksi A Daun Jarak Tintir (*Jatropha multifida* L.)

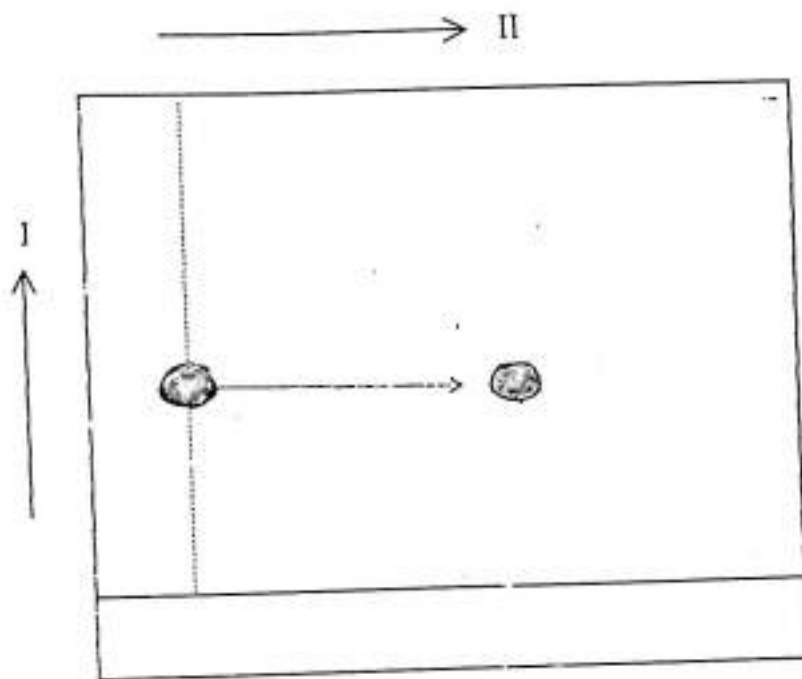
Keterangan :

Cairan pengelusi : Heksan : Etil asetat (8:2)

Penampak noda : asam sulfat 10%

Adsorben : Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng : 2 x 7 cm



Gambar 4. Kromatogram Lapis Tipis Dua Dimensi Fraksi A Ekstrak Dietil Eter Daun Jarak Tintir (*Jatropha multifida* L.)

Keterangan :

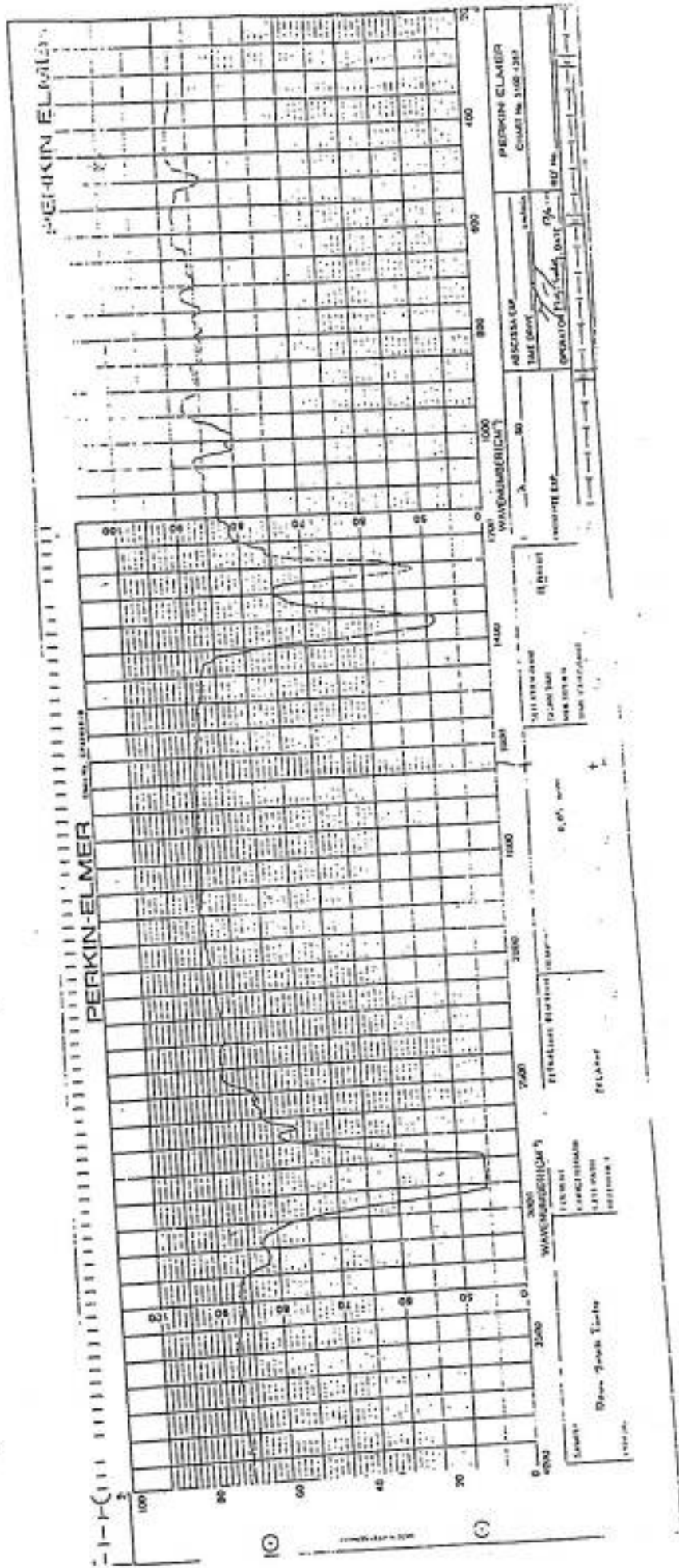
I = Cairan pengelusi Heksan : Etil Asetat (8:2)

II = Cairan pengelusi Benzen : Etil Asetat (8:2)

Penampak noda = Sinar UV 254 nm dari Asam sulfat 10%

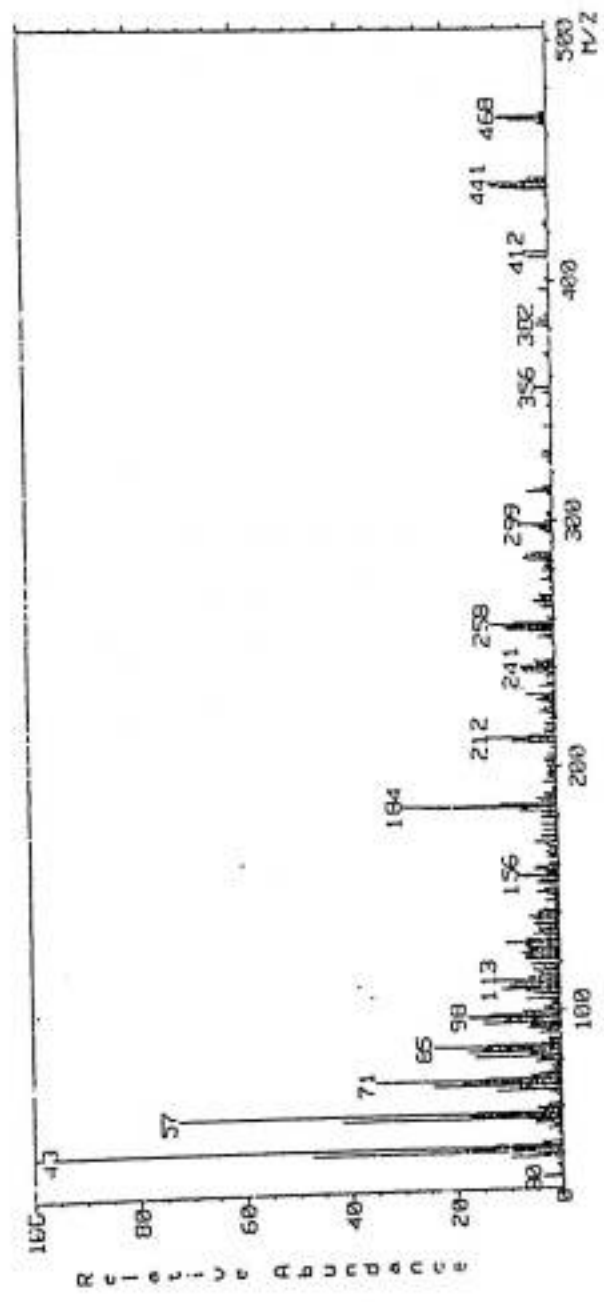
Adsorben = Silika gel G₆₀ F.254

Ukuran lempeng = 5 x 5 cm



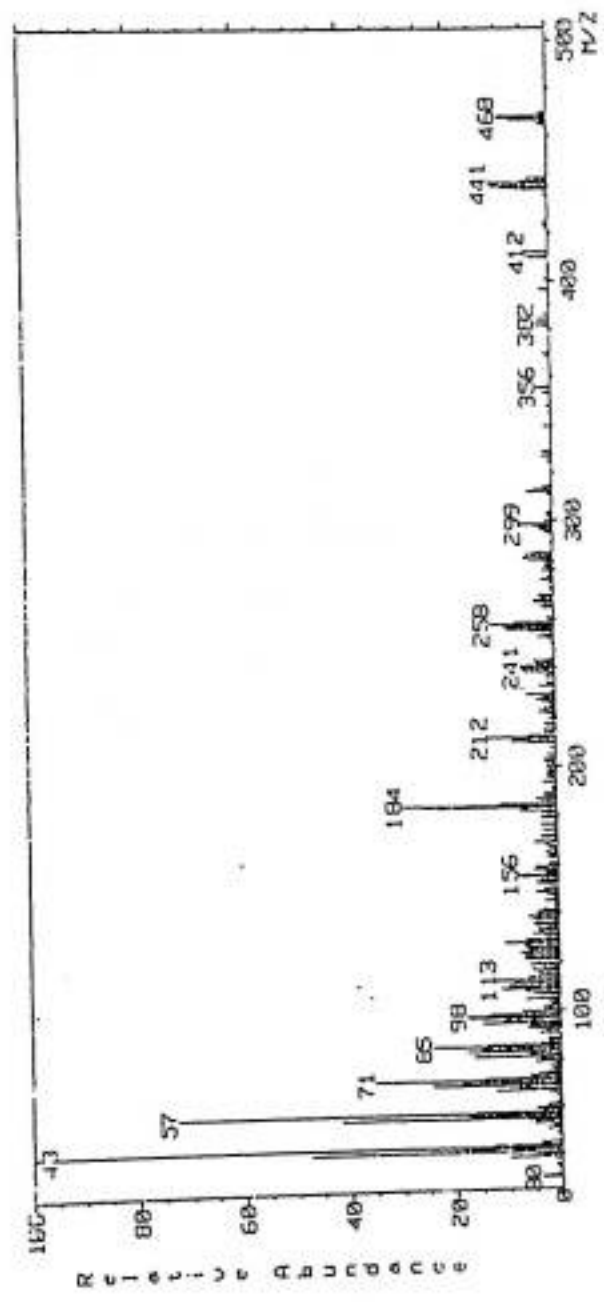
Gambar 5. Diagram Spektrum Spektroskopi Inframerah Senyawa Fraksi A

MASS SPECTRUM Data File: UNKPS.DAT;Z 16-JAN-1 12:16
 Sample: JATROPA 22.MR
 RT 3.427 EI (Pos.) GC 1.4c BP; m/z 43.0000 Int. 4.5536 Lv 0.00
 Scan# (221 to 225)



Gambar 7. Diagram Spektrum Spektroskopi Massa Senyawa Fraksi A

MASS SPECTRUM Data File: UNK05.DAT:2 16-JAN-1 12:16
 Sample: JATROPA 2E.MR
 RT 3.427 EI (Pos.) GC 1.4e SP: m/z 43.0000 Int. 4.5536 Lv 0.00
 Scan# (221 to 225)



Gambar 7. Diagram Spektrum Spektroskopi Massa Senyawa Fraksi A

Tabel Ia. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Daun Jarak Tintir
(*Jatropha multifida* L.)

No	Nilai Rf		Warna Noda	
	A	B	A	B
1	0,40	0,24	Merah	Merah
2	0,18	0,12	Merah	Merah

Keterangan :

A = Cairan pengelusi Heksan : Etil Asetat (7:3)

B = Cairan pengelusi Heksan : Etil Asetat (8:2)

Penampak noda = Sinar ultraviolet 254 nm

Adsorben = Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng = 2 x 7 cm



Ib. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Daun Jarak Tintir
(*Jatropha multifida* L.)

No	Nilai Rf		Warna Noda	
	A	B	A	B
1	0,85	0,67	Ungu	Ungu
2	0,71	0,47	Ungu	Ungu
3	0,58	0,31	Ungu	Ungu
4	0,40	0,24	Hijau	Hijau
5	0,29		Hijau	

Keterangan :

A = Cairan pengelusi Heksan : Etil Asetat (7:3)

B = Cairan pengelusi Heksan : Etil Asetat (8:2)

Penampak noda = Asam sulfat 10%

Adsorben = Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng = 2 x 7 cm

abel II. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Eter Daun Jarak Tintir (*Jatropha multifida* L.)

No	Nilai Rf		Warna Noda	
	A	B	A	B
1	0,24	0,67	Merah	Ungu
2	0,12	0,47	Merah	Ungu
		0,31		Ungu
		0,24		Hijau

Keterangan :

A = Penampak noda Sinar ultraviolet 254 nm

B = Penampak noda Asam sulfat 10%

Cairan pengelusi = Heksan : Etil Asetat (8:2)

Adsorben = Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng = 2 x 7 cm

Tabel IIIa. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Hasil Isolasi Kromatografi Kolom Daun Jarak Tintir (*Jatropha multifida* L.)

Fraksi	No	Nilai Rf	Warna noda
A	1	0,67	Ungu
B	1	0,47	Ungu
	2	0,31	Ungu
C	1	0,31	Ungu
D	1	0,31	Ungu
	2	0,24	Hijau

Keterangan :

Penampak noda = Asam sulfat 10%

Cairan pengelusi = Heksan : Etil Asetat (8:2)

Adsorben = Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng = 2 x 7 cm

Tabel IIIb. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Hasil Isolasi Kromatografi Kolom Fraksi A Daun Jarak Tintir (*Jatropha multifida* L.)

Fraksi	No	Nilai Rf	Warna noda
A	1	0,67	Ungu

Keterangan :

Penampak noda = Asam sulfat 10%

Cairan pengelusi = Heksan : Etil Asetat (8:2)

Adsorben = Silika gel G60 F.254

Ukuran lempeng = 2 x 7 cm

tabel IV. Nilai Rf Kromatografi Lapis Tipis Dua Dimensi Fraksi A daun Jarak Finair
(*Jatropha multifida* L.)

No	Nilai Rf		Warna Noda	
	I	II	I	II
1	0,67	0,71	Ungu	Ungu

Keterangan :

I = Cairan pengelusi Heksan : Etil Asetat (8:2)

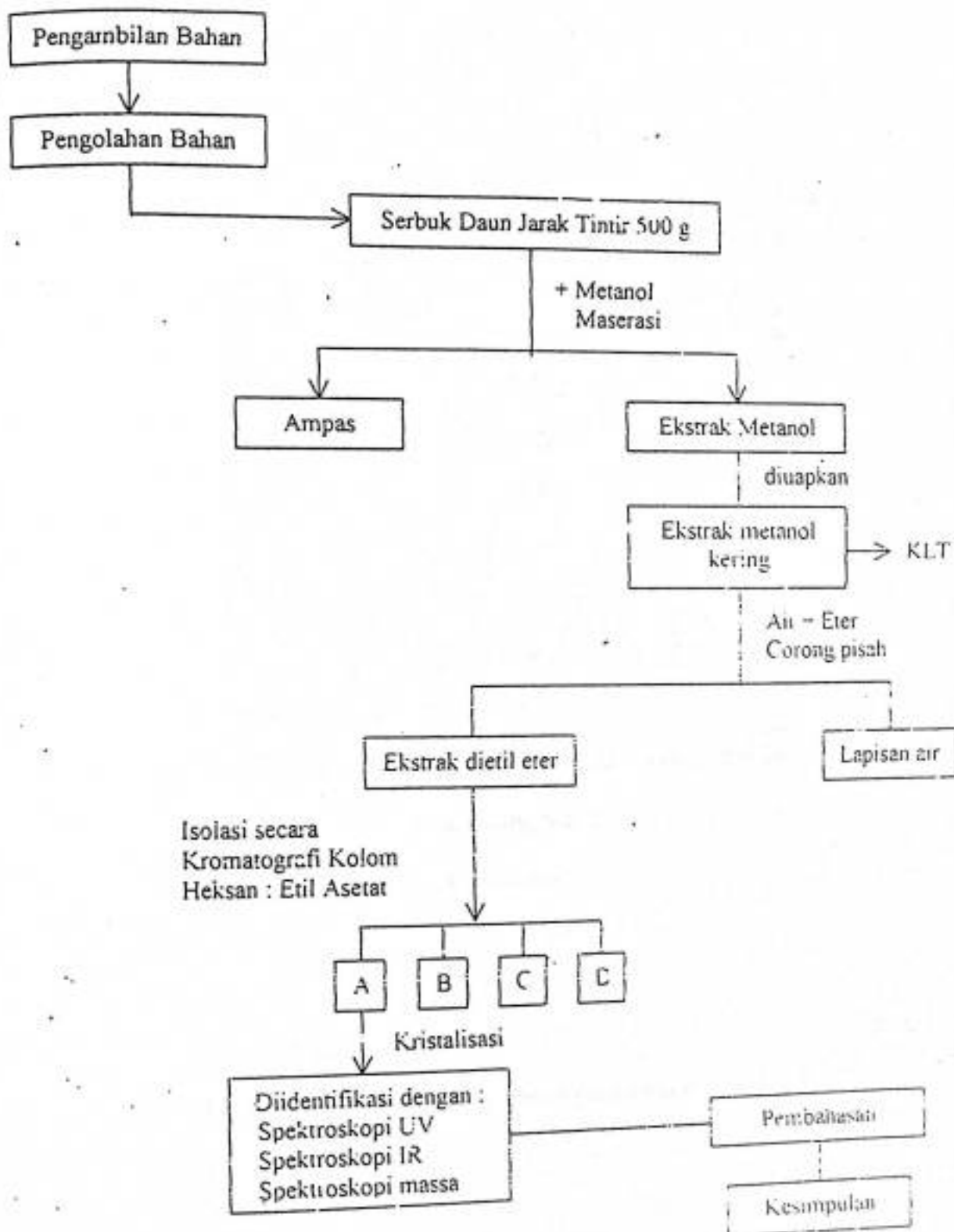
II = Cairan pengelusi Benzen : Etil Asetat (8:2)

Penampak noda = Asam Sulfat 10 %

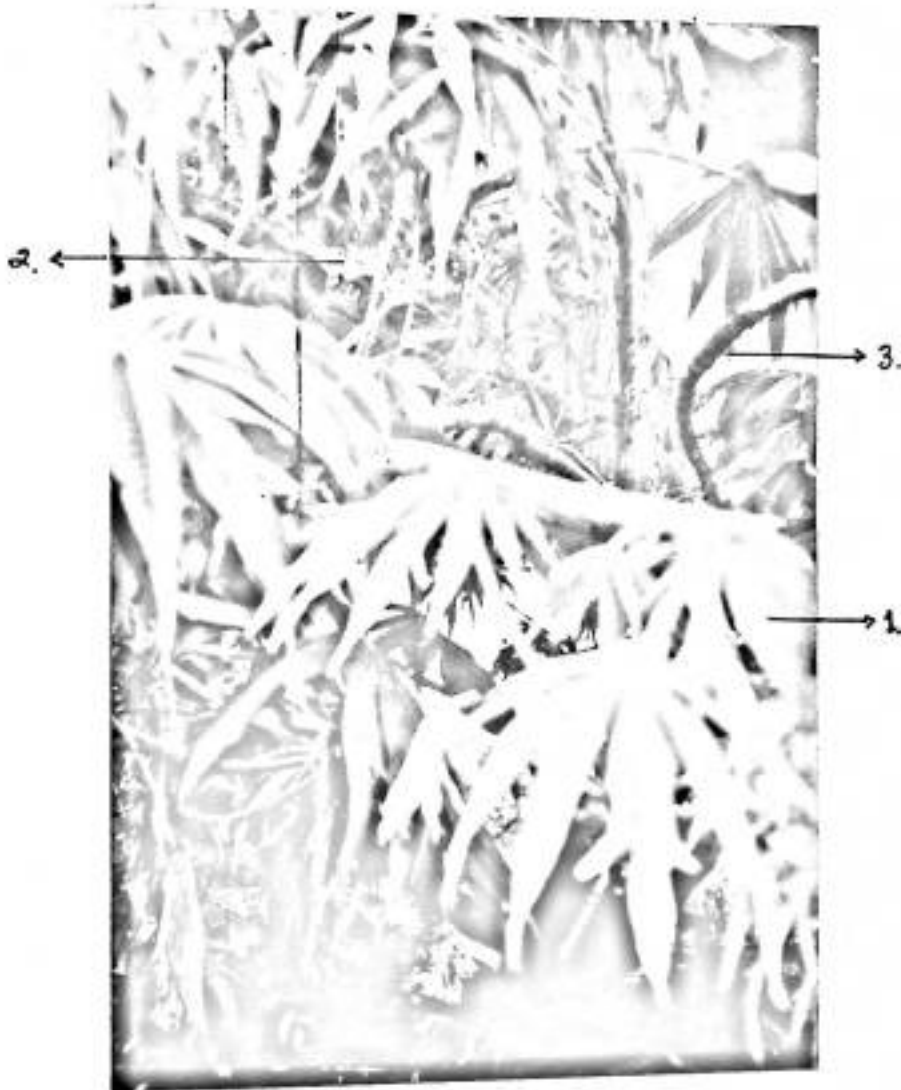
Adsorben = Silika gel G₆₀ F₂₅₄

Ukuran lempeng = 5 x 5 cm

LAMPIRAN A
SKEMA KERJA



LAMPIRAN B



Keterangan :

1. Daun
2. Bunga
3. Batang

Foto. Tumbuhan Daun Jarak tintir (*Jatropha multifida* L.)



Kepada Yth.
Sdr. Maskida Mastika
Jl. Babussalam Raya No. 12
RW 5, Kelurahan Paropo, Kec. Panakukang
Makassar – SULSEL
90231

Dengan hormat,

Bersama ini disampaikan hasil identifikasi tumbuhan beserta fotocopy literaturnya, adapun nama tumbuhan tersebut adalah :

Nama Jenis : *Jatropha multifida* L.

Famili : Euphorbiaceae

Demikian informasi ini kami sampaikan, semoga dapat bermanfaat.

Bogor, 12 Juni 2000

J.J. Afristini