ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIMIA EKSTRAK DIETIL ETER HERBA KACCI-KACCI (*Rumex sagittatus* Thunb.) ASAL MALINO KABUPATEN GOWA

Oleh

HANAPING

91 03 059

PERPUSTAKAAN PUSAT UNIVERSITAS HASANUDDIN

Tgl. terima	5—8—1999
Asal dari	FAK. MIPA
Banyaknya	1 (SATU) EKS.
Harga	HADIAH
No. Inventaris	99 1037 59
No. Klas	

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN
UJUNGPANDANG
1997

SKRIPSI

OLEH

HANAPING

91 03 059

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

UJUNGPANDANG

1997

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIMIA EKSTRAK DIETIL ETER HERBA KACCI-KACCI (*Rumex sagittatus* Thunb.) ASAL MALINO KABUPATEN GOWA

Oleh

HANAPING

91 03 059

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

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS HASANUDDIN

UJUNGPANDANG

1997

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIMIA EKSTRAK DIETIL ETER HERBA KACCI-KACCI (*Rumex sagittatus* Thunb.) ASAL MALINO KABUPATEN GOWA

Disetujui oleh :

Pembimbing Utama	Pembimbing Pertama
(Prof. Dr. H. MUCHSIN DARISE, M.Sc.)	(Drs. H. FACHRUDDIN TOBO)

Pada tanggal, 12Desember 1997

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur kami panjatkan kehadirat Allah SWT atas segala limpahan rahmat, taufik dan hidayahNya sehingga kami dapat menyelesaikan penyusunan skripsi ini.

Melalui skripsi ini kami menyampaikan ucapan terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada Bapak **Prof. Dr. H. Muchsin Darise, M.Sc.**, selaku pembimbing utama sekaligus sebagai penasehat akademik dan Bapak **Drs. H. Fachruddin Tobo** selaku pembimbing pertama, yang selalu meluangkan waktu untuk memberikan petunjuk dan menyumbangkan pikiran serta tenaga dalam membimbing kami mulai saat perencanaan penelitian hingga selesainya penyusunan skripsi ini.

Pada kesempatan ini, tak lupa kami menyampaikan terima kasih kepada:

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
2. Ketua/Sekretaris Jurusan Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
3. Kepala Laboratorium di lingkungan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, khususnya di Jurusan Farmasi.

4. Para dosen Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin, khususnya dosen Jurusan Farmasi.
5. Drs. Sulaeman Apt., Agus Umbara,S.Si., Ali Akbar, Venice Irianto, Mufidah, S.Si., serta rekan-rekan mahasiswa dan semua pihak yang tidak dapat disebut satu per satu.

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

Ucapan terima kasih yang tak terhingga kepada kedua orang tua yang telah banyak memberikan perhatian dan semangat selama kami menempuh pendidikan hingga penyusunan skripsi ini selesai.

Semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu pengetahuan, khususnya dalam bidang Farmasi.

Ujungpandang, November 1997

Penulis

ABSTRAK

Penelitian terhadap komponen kimia herba kacci-kacci (*Rumex sagittanus* Thumb.) yang berasal dari Malino Kecamatan Tinggimoncong Kabupaten Gowa telah dilakukan. Penelitian ini meliputi ekstraksi secara maserasi menggunakan pelarut metanol, ekstrak metanol dipekatkan lalu diekstraksi dengan pelarut dietil eter.

Pemisahan komponen kimia ekstrak dietil eter secara kromatografi lapis menggunakan cairan pengelusi benzen-etil asetat (8:2) menunjukkan 8 pada penampak noda sinar UV 254 mm dan 9 noda pada penampak noda asam sulfat 10 %.

Ekstrak dietil eter dipisahkan dengan kromatografi kolom menggunakan adsorben silikat gel G 60 dan cairan pengelusi benzen-etil asetat dengan perbandingan (15:1), (10:1), (8:2), (7:3), (6:4) dan (5:5) menghasilkan 6 fraksi yaitu fraksi A, B, C, D dan F. Bagian fraksi D menunjukkan komponen tunggal pada kromatografi lapis tipis.

Komponen tunggal dimurnikan dengan cara kristaslisasi kemudian diidentifikasi secara spektroskopi infra merah, ^{1}H-NMR, ^{13}C-NMR dan spektroskopi massa dan reaksi kimia dengan asetilasi. Berdasarkan data yang diperoleh dapat disimpulkan bahwa fraksi D adalah campuran β-sitosterol dan stigmasterol.

ABSTRACT

The isolation and identification of chemical components of the kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.) which is collected from Malino, district of Tinggimoncong, Gowa regency has been carried out. This research concluded maceration extraction method using methanol solvent. The methanol extract was concentrated and extracted with diethyl ether solvent.

Separation of chemical components of diethyl ether through thin layer chromatography using benzene-ethyl acetate (8:2) eluent it is experiencing 8 spots on UV 254 nm ray node shower as well as 9 spots on sulfuric acid 10% node shower.

Diethyl ether extract was separated through column chromatography using silica gel G.60 adsorbent and benzene-ethyl acetate eluent in comparison of (15:1), (10:1), (8:2), (7:3) end (5:5) which is produce 6 fractions i.e. A, B, C, D, E and F. D fraction part experiencing single component through thin layer chromatography.

The single component being pure through crystallization then identified by infra red spectroscopy, ^{11}H-NMR, ^{13}C-NMR mass spectroscopy and chemical reaction with acetylation. Based on the data which has been found, we can conclude that D fraction compound is mixture of β-sitosterol and stigmasterol.

DAFTAR ISI

UCAPAN TERIMA KASIH v

ABSTRAK..... vii

ABSTRACT..... viii

DAFTAR ISI..... ix

DAFTAR GAMBAR..... xiii

DAFTAR TABEL..... xi

DAFTAR LAMPIRAN..... xv

BAB I PENDAHULUAN..... 1

BAB II POLA PENELITIAN..... 4

BAB III TINJAUAN PUSTAKA..... 7

III.1 Uraian Tumbuhan..... 7

III.1.1 Klasifikasi Tumbuhan..... 7

III.1.2 Nama Daerah..... 7

III.1.3 Morfologi Tumbuhan..... 7

III.1.4 Kandungan Kimia..... 8

III.1.5 Kegunaan Tumbuhan..... 8

III.2 Metode Ekstraksi Bahan Alam..... 8

III.2.1 Tujuan Ekstraksi..... 8

III.2.2 Jenis-Jenis Ekstraksi..... 9

III.2.3 Cara-Cara Ekstraksi 9

III.2.3.1 Ekstraksi dengan alat Sokhlet 9

III.2.3.2 Ekstraksi dengan alat refluks 10

III.2.3.3 Ekstraksi dengan alat destilasi uap air 10

III.2.3.4 Ekstraksi secara maserasi 11

III.2.3.5 Ekstraksi secara perkolasi 11

III.3 Metode Isolasi dan Pemurnian 12

III.3.1 Kromatografi Lapis Tipis 12

III.3.2 Kromatografi Kolom 13

III.4 Identifikasi dan Karakterisasi Komponen Kimia 14

III.4.1 Spektroskopi Infra Merah 14

III.4.2 Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti 16

III.4.3 Spektroskopi Ultra Violet 18

III.4.4 Spektroskopi Massa 19

BAB IV PELAKSANAAN PENELITIAN 21

IV.1 Penyiapan Alat dan Bahan 21

IV.1.1 Alat-Alat yang Digunakan 21

IV.1.2 Bahan-Bahan yang Digunakan 22

IV.2 Penyiapan Bahan Penelitian 23

IV.2.1 Pengambilan Bahan 23

IV.2.2 Pengolaan Bahan 23

IV.3 Ekstraksi Bahan Penelitian 23

IV.3.1 Ekstraksi Secara Maserasi dengan Pelarut Metanol 23

IV.3.2 Ekstraksi dengan Pelarut Dietil Eter 24

IV.4 Pemisahan dan Pemurnian Komponen Kimia 24

IV.4.1 Penyiapan Kolom Kromatografi 24

IV.4.2 Pemisahan Komponen Kimia Ekstrak Dietil Eter 25

IV.4.3 Identifikasi Secara Kromatografi Lapis Tipis Dua Dimensi 26

IV.4.4 Pemurnian Secara Kristalisasi 26

IV.5 Identifikasi dan Karakterisasi 26

IV.5.1 Spektroskopi Infra Merah 26

IV.5.2 Spektroskopi ^{1}H-NMR 27

IV.5.3 Spektroskopi ^{13}C-NMR 27

IV.5.4 Spektroskopi Massa 27

IV.6 Identifikasi Secara Asetilasi 28

BAB V HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN 29

V.1 Hasil Penelitian 29

V.2 Pembahasan 33

BAB VI KESIMPULAN DAN SARAN.....36

VI.1 Kesimpulan 36

VI.2 Saran 36

DAFTAR PUSTAKA 37

SKEMA KERJA 39

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR

1 a. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Herba Kacci-Kacci.....40

1 b. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Herba Kacci-Kacci.....41

2 a. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-Kacci.....42

2 b. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-Kacci.....43

3. Kromatogram Lapis Tipis Fraksi-Fraksi dari Kromatografi Kolom Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-Kacci 44

4. Kromatogram Lapis Tipis Dua Dimensi Fraksi D Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-Kacci 45

5. Kromatogram Lapis Tipis Senyawa Fraksi D Setelah Asetilasi 46

6. Diagram Spektrum Infra Merah Senyawa Fraksi D 47

7. Diagram Spektrum ^{1}H-NMR Senyawa Fraksi D 48

8. Diagram Spektrum ^{13}C-NMR Senyawa Fraksi D 53

9. Diagram Spektrum Spektroskopi Massa Senyawa Fraksi D 57

10. Perbandingan "Chemical Shifts" Spektrum ^{13}C-NMR senyawa β-Sitosterol dan Stigmasterol dengan senyawa Fraksi D.....58

11. Reaksi Asetilasi Senyawa Fraksi D 59

DAFTAR TABEL

TABEL

I a. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Herba Kacci-Kacci 60

I b. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Herba Kacci-Kacci 61

II a. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-Kacci 62

II b. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Herba Kacci-Kacci 63

III. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Fraksi-Fraksi dari Kromatogram Kolom Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-Kacci 64

IV. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Dua Dimensi Fraksi D Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-Kacci 65

V. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Senyawa Fraksi D Setelah Asetilasi 66

VI. Perbandingan "Chemical Shifts" Spektrum ^{13}C-NMR senyawa β-Sitosterol dan Stigmasterol dengan senyawa Fraksi D 67

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN

A. Foto Tumbuhan Kacci-Kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.) 68

B. Foto Kromatografi Kolom 69

BAB I

PENDAHULUAN

Tanah air kita potensial dengan tumbuhan yang menghasilkan bahan baku obat yang dapat dimanfaatkan dalam meningkatkan kesejahteraan masyarakat, karena itu pemanfaatan tumbuhan sebagai obat yang merupakan warisan budaya bangsa perlu dilestarikan dan dikembangkan (1).

Dalam rangka meningkatkan pelayanan kesehatan secara lebih luas dan merata, sekaligus memelihara dan mengembangkan warisan budaya bangsa, maka penelitian, pengujian dan pengembangan obat-obatan perlu terus dilakukan, termasuk budidaya tanaman obat tradisional yang secara medis dapat dipertanggungjawabkan manfaat dan keamanannya untuk mewujudkan derajat kesehatan yang optimal bagi masyarakat (1, 2).

Menurut data penelitian yang dilakukan para ahli botani, ada 250.000 - 300.000 species tumbuhan tinggi potensial untuk digunakan sebagai bahan baku obat tradisional. Namun dari jumlah tersebut baru 5 - 10 % yang telah diteliti komponen kimia atau aktivitas biologiknya (3).

Untuk meningkatkan penggunaan obat tradisional diperlukan suatu penelitian yang mendalam tentang komponen kimia serta pembuktian khasiatnya sebagai dasar yang dapat diterima sehingga penggunaan obat

tradisional tidak hanya didasarkan pada pengalaman, tetapi didukung dengan data ilmiah yang cukup.

Komponen kimia pada tumbuhan mempunyai struktur bermacam-macam, baik yang berkhasiat obat maupun yang tidak berkhasiat atau bahkan bersifat racun. Pengetahuan tentang komponen kimia khususnya yang berkhasiat obat perlu dikembangkan dalam rangka pendayagunaannya sebagai pangkal tolak pengembangan obat baru (1).

Tumbuhan yang banyak digunakan dalam pengobatan antara lain Familia Polygonaceae. Ada beberapa species dari familia tersebut yang telah diteliti diantaranya *Rumex acetosa* yang mengandung hiperin, asam krisopanat, vitamin C dan oksimetilantrakuinon, tumbuhan ini memiliki khasiat sebagai karminatif dan antifebrile, serta *Rumex japonicus* yang mengandung asam krisopanat, emodin, frangula-emodin, memiliki khasiat sebagai laksatif (4). Herba kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.) yang saya teliti merupakan salah satu tumbuhan yang digunakan sebagai obat oleh masyarakat Malino Kabupaten Gowa. Menurut keterangan masyarakat setempat digunakan sebagai obat untuk menurunkan panas disamping sebagai sayuran dan bumbu masak (pengganti asam jawa), namun penelitian tentang komponen kimia tumbuhan tersebut belum pernah dilakukan.

Berdasarkan hal tersebut penelitian ini dimaksudkan untuk mengetahui komponen kimia yang terdapat di dalam tumbuhan *Rumex sagittatus* dengan tujuan untuk memperoleh data kimia dan menambah data ilmiah guna peningkatan penggunaan obat tradisional.

BAB II

POLA PENELITIAN

II.1 Penyiapan Bahan Penelitian

II.1.1 Pengambilan Bahan

Bahan berupa herba kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.) diambil dari Malino Kabupaten Gowa.

II.1.2 Pengolahan Bahan

Bahan dicuci bersih, kemudian dikeringkan dengan cara diangin-anginkan tanpa terkena sinar matahari langsung. Setelah kering dipotong kecil-kecil.

II.2 Ekstraksi Bahan Penelitian

Bahan yang telah disiapkan, ditimbang dan diekstraksi secara maserasi menggunakan pelarut metanol. Ekstrak metanol diuapkan dengan rotavapor kemudian diekstraksi kembali menggunakan pelarut dietil eter dalam corong pisah.

II.3 Isolasi dan Pemurnian Komponen Kimia.

II.3.1 Penyiapan Kolom Kromatografi

Kolom kromatografi dibersihkan, dipasang tegak lurus pada statif dan diberi kapas pada bagian dasar kolom, kemudian cairan pengelusi dan penyerap dimasukkan ke dalamnya. Jumlah ekstrak dietil eter kering yang diisolasi dan penyerap yang digunakan adalah 1 : 50.

II.3.2 Isolasi Komponen Kimia Ekstrak Dietil Eter.

Ekstrak dietil eter kering disuspensikan dengan sedikit cairan pengelusi kemudian dimasukkan ke kolom yang telah disiapkan. Cairan pengelusi dibiarkan menetes melalui ujung kolom dan ditampung dalam vial.

II.3.3 Identifikasi Secara Kromatografi Lapis Tipis Dua Dimensi

Fraksi yang menunjukkan 1 noda diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis dua dimensi.

II.3.4 Pemurnian Secara Kristalisasi

Fraksi tunggal yang diperoleh dikumpulkan kemudian dimurnikan dengan cara kristalisasi.

II.4 Identifikasi dan Karakterisasi Komponen Kimia Murni.

Komponen kimia murni yang diperoleh diidentifikasi dengan kromatografi lapis tipis dan spektroskopi.

II.5 Pembahasan Hasil Penelitian

Pembahasan berdasarkan hasil yang telah diperoleh dari penelitian.

II.6 Pengambilan Kesimpulan

Kesimpulan diambil berdasarkan pembahasan hasil penelitian.

BAB III

TINJAUAN PUSTAKA

III.1 Uraian Tumbuhaa (4,5,6,7)

III.1.1 Klasifikasi Tumbuhan

Dunia	: Plantarum
Divisi	: Spermatophyta
Anak divisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledoneae
Anak kelas	: Archichlamydae
Bangsa	: Polygonales
Suku	: Polygonaceae
Marga	: Rumex
Jenis	: *Rumex sagittatus* Thunb.

III.1.2 Nama Daerah

Tumbuhan ini dalam masyarakat Malino Kabupaten Gowa dikenal dengan nama kacci-kacci.

III.1.3 Morfologi Tumbuhan

Tumbuhan terna, tinggi ± 2,5 m. daun berbentuk anak panah duduknya tersebar dan mempunyai okrea yang memeluk batang. Bunga dengan tenda bunga, banci , berbilangan 2 - 3

atau 5. Benang sari 4 – 12, putik terdiri atas 2 – 4 daun buah dengan tangkai putik yang sama dengan jumlah daun buahnya, bakal buah menumpang dikelilingi oleh sebuah cakram, beruang 1 dengan 1 bakal biji yang atrop. Buahnya buah keras berbentuk segi tiga dan diselubunngi tenda bunganya. Biji endosperm tanpa perisperm.

III.1.4 Kandungan Kimia Suku Polygonaceae

Tumbuhan suku Polygonaceae biasanya mengandung hiperin, asam krisopanat, vitamin C, emodin dan oksimetilantrakuinon.

III.1.5 Kegunaan Tumbuhan

Tumbuhan kacci-kacci dalam masyarakat di daerah Malino digunakan sebagai obat untuk menurunkan panas (antipiretik) dan juga sebagai sayuran.

III.2 Metode Ekstraksi Bahan Alam (8,9,10)

III.2.1 Tujuan Ekstraksi

Tujuan ekstraksi adalah untuk menarik komponen kimia yang terdapat dalam simplisia. Proses ekstraksi ini didasarkan atas perpindahan massa komponen zat padat yang ada dalam

simplisia ke dalam pelarut. Setelah pelarut menembus lapisan permukaan dinding sel, zat padat yang terlarut berdifusi karena terjadinya perbedaan konsentrasi di luar dan di dalam sel.

III.2.2 Jenis-jenis Ekstraksi

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

III.2.3 Cara-cara Ekstraksi

III.2.3.1 Ekstraksi dengan alat Sokhlet

Ekstraksi dengan cara ini pada dasarnya adalah ekstraksi berkesinambungan. Cairan penyari dipanaskan hingga mendidih. Uap penyari akan naik melalui pipa samping, kemudian diembunkan oleh pendingin tegak, cairan penyari turun untuk menyari kembali zat aktif dalam simplisia. Bila cairan penyari ini telah mencapai sifon, seluruh cairan penyari akan turun ke labu alas bulat (terjadi sirkulasi), demikian

seterusnya sampai zat aktif dalam simplisia tersari seluruhnya..

III.2.3.2 Ekstraksi dengan alat refluks

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.

III.2.3.3 Ekstraksi dengan alat destilasi uap air

Penyulingan uap air dapat dipertimbangkan untuk menyari simplisia yang mengandung komponen yang mempunyai titik didih tinggi pada tekanan udara normal yang dengan pemanasan biasa kemungkinan terjadi kerusakan zat aktifnya. Untuk mencegah hal tersebut, maka dilakukan dengan cara destilasi uap air.

III.2.3.4 Ekstraksi secara maserasi

Ekstraksi secara maserasi dilakukan dengan cara 10 bagian simplisia dengan derajat halus yang cocok dimasukkan ke dalam bejana, kemudian dituangi dengan 75 bagian cairan penyari. Ditutup dan dibiarkan selama 5 hari, terlindung dari cahaya sambil sekali-sekali diaduk. Hasil maserasi disaring, ampas diperas. Ampas ditambah cairan penyari secukupnya. Penyarian diakhiri setelah hasil kromatografi lapis tipis tidak memperlihatkan adanya noda. Dipindahkan ke dalam bejana, ditutup dan dibiarkan selama dua hari pada suhu kamar kemudian dipisahkan dari endapannya.

III.2.3.5 Ekstraksi secara perkolasi

Perkolasi dilakukan dengan cara membasahi 10 bagian simplisia dengan derajat halus yang cocok dengan 2,5-5 bagian cairan penyari di dalam bejana tertutup sekurang-kurangnya 3 jam. Dipindahkan massa sedikit demi sedikit ke dalam perkolator sambil tiap kali ditekan dengan hati-hati, dituangi dengan cairan penyari

secukupnya sampai cairan penyari mulai menetes dan di atas simplisia masih terdapat selapis cairan penyari. Perkolator ditutup dan dioiarkan selama 24 jam. Cairan dibiarkan menetes dengan kecepatan 1 ml/menit, ditambahkan berulang-ulang cairan penyari secukupnya sehingga selalu terdapat selapis cairan penyari di atas simplisia sampai diperoleh 100 bagian. Dipindahkan ke dalam bejana, ditutup dan dibiarkan selama 2 hari, kemudian dienaptuangkan.

III.3 Metode Isolasi dan Pemurnian (13,14)

III.3.1 Kromatografi lapis Tipis

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

Adsorben merupakan serbuk halus yang dibuat secara merata dan tipis (0,1 - 0,2 mm) di atas lempeng kaca sebagai fase diam dan cairan pengembang sebagai fase gerak. Karena adanya perbedaan daya serap adsorben terhadap komponen, maka komponen akan bergerak dengan kecepatan yang berbeda. Hal ini

yang menyebabkan terjadinya pemisahan. Perbandingan antara jarak yang ditempuh komponen dengan jarak yang ditempuh cairan pengembang (pengelusi) disebut *Rf*.

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang ditempuh komponen}}{\text{Jarak yang ditempuh cairan pengelusi}}$$

Beberapa faktor yang dapat mempengaruhi nilai *Rf* adalah :

1. Struktur kimia dari senyawa yang dipisahkan
2. Derajat keaktifan adsorben
3. Kemurnian dan konsentrasi fase gerak
4. Kejenuhan chamber
5. Jumlah cuplikan yang digunakan
6. Keterampilan bekerja

Penampak noda yang sering digunakan adalah asam sulfat 10% atau dengan sinar ultra violet.

III.3.2 Kromatografi Kolom

Isolasi atau pemisahan secara kromatografi kolom didasarkan pada prinsip adsorpsi, partisi dan penukar ion. Adsorben yang sering digunakan adalah silika gel, kiselgur, aluminium oksida, poliamida dan selite. Adsorben dapat

dimasukkan ke dalam kolom dengan dua cara yaitu cara basah dan cara kering. Cara kering yaitu dengan memasukkan langsung adsorben ke dalam kolom kemudian mengalirkan eluen, sedangkan cara basah yaitu dengan mencampurkan dahulu adsorben dengan eluen kemudian dimasukkan ke dalam kolom. Senyawa yang akan dipisahkan dilarutkan dengan eluen kemudian dimasukkan ke dalam kolom dan dibiarkan mengalir ke dalam adsorben. Kecepatan mengalir senyawa dipengaruhi oleh beberapa faktor seperti daya serap adsorben, sifat eluen dan suhu dari sistem kolom kromatografi. Komponen-komponen akan diserap secara sempurna oleh adsorben dan dengan mengalirkan eluen lebih lanjut maka masing-masing komponen akan turun dengan kecepatan tertentu, sehingga terjadi pemisahan dalam kolom berupa pita-pita yang disebut kromatogram.

III.4. Identifikasi dan Karakteristik Komponen Kimia (15,16,17,19)

III.4.1 Spektroskopi Infra Merah

Spektroskopi infra merah memberikan informasi spektrum gugus fungsional suatu senyawa yang didasarkan atas

interaksi dari radiasi elektromagnetik dengan resonansi vibrasi atau rotasi dalam suatu struktur molekul.

Pada umumnya radiasi infra merah pada daerah sekitar 650 - 4000 cm^{-1} (15,4 - 2,5 μm), daerah di bawah frekuensi 650 cm^{-1} disebut infra merah jauh, sedangkan di atas 4000 cm^{-1} disebut infra merah dekat.

Dalam suatu molekul, massa atom yang mengalami vibrasi atau rotasi, demikian juga ikatan dan kesimetrisan molekul menentukan frekuensi dan panjang gelombang dari absorpsi infra merah. Absorpsi dari radiasi infra merah terjadi jika momen dipol permanen dari molekul berubah dengan suatu resonansi vibrasi atau rotasi. Kesimetrisan molekul secara langsung mempengaruhi momen dipol permanen, resonansi ikatan stretching dan bonding dapat mempengaruhi kesimetrisan ini, sehingga memperbesar absorpsi infra merah pada suatu molekul akibat pergetaran momen dipol tersebut.

Spektroskopi infra merah merupakan spektroskopi berbias ganda yang terdiri dari empat bagian utama yaitu : Sumber radiasi, kisi fraksi (monokromator), daerah cuplikan dan detektor. Cahaya dari sumber dilewatkan melalui cuplikan oleh

monokromator dan intensitas relatif frekuensi diukur oleh detektor.

III.4.2 Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti

Spektroskopi resonansi magnetik inti (NMR) adalah spektroskopi yang penting dalam menentukan struktur senyawa organik. Spektroskopi resonansi magnetik inti memberikan keterangan tentang jumlah atom hidrogen, kedudukan dan tipe hidrogen dalam molekul, begitu pula kedudukan karbon dan tipe karbon.

Banyak inti atom berkelakuan seperti magnet bila berputar dan setiap inti atom yang memiliki nomor atom ganjil, mempunyai momen magnet menyebabkan berbagai proton dalam cuplikan mengalami resonansi yang dicatat sebagai puncak. Puncak pada delta (δ) = 0, merupakan bilangan dimana resonansi proton digeserkan dari TMS dalam bagian perjuta (ppm) terhadap frekuensi spektrometer yang dipakai.

Peralatan spektrometer NMR terbuat dari sebuah magnet yang kuat, sebuah generator geser, sebuah frekuensi radio, detektor isyarat dan sistem pencatatan yang dilengkapi

dengan wadah cuplikan untuk menampung sampel dalam pelarut tertentu.

Untuk menginterpretasikan spektrum NMR, ada 4 langkah yaitu:

1. Jumlah sinyal menerangkan tentang beberapa macam perbedaan dari proton-proton yang terdapat dalam molekul.
2. Kedudukan sinyal menerangkan tentang lingkungan elektronik dari setiap macam proton.
3. Intensitas sinyal menerangkan tentang berapa banyak proton dari setiap atom.
4. Pemecahan dari sebuah sinyal menjadi beberapa puncak, yaitu lingkungan dari suatu proton-proton lain yang berdekatan.

Ada dua macam spektroskopi NMR yaitu:

1. Spektroskopi ^{1}H-NMR memberikan keterangan tentang jumlah atom hidrogen. Atom-atom hidrogen yang diikat pada gugus yang berbeda seperti -CH_3, -CH_2, -CHO, -NH_2 dan gugus -CHOH, bila dideteksi dengan spektroskopi proton NMR akan menghasilkan spektrum yang berbeda-beda pula.

2. Spektroskopi ^{13}C-NMR memberikan keterangan tentang jumlah atom karbon serta sifat-sifat dari setiap tipe atom tersebut.

III. 4. 3 Spektroskopi Ultra Violet

Radiasi cahaya ultra violet pada molekul atau atom menyebabkan terjadinya elektronik, oleh karena itu spektrum ultra violet disebut juga spektrum elektronik, 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, letak, intensitas dan bentuk maksimum yang memberikan petunjuk adanya kromofor dari substansi yang ada. Oleh sebab itu spektroskopi elektron dapat diterapkan untuk menjelaskan struktur senyawa poliena, senyawa aromatik heterosiklik dan senyawa karbonil alifatik.

Daerah pengukuran pada panjang gelombang 200 - 380 nm disebut daerah radiasi ultra violet.

Spektrometer ultra violet terdiri atas sumber radiasi monokromatis dari sumber radiasi yang memancarkan radiasi polikromatis, wadah untuk sampel yang dianalisis, dan detektor yang berfungsi mengubah sinyal radiasi yang diterima menjadi sinyal elektronik.

III.4.4 Spektroskopi Massa

Spektroskopi massa adalah suatu teknik analisis yang mendasarkan pemisahan berkas ion-ion yang sesuai dengan perbandingan massa dengan muatan (m/ e) dan pengukuran intensitas dari berkas ion-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 radikal bebas maupun ion-ion lain.

Fragmen yang bermuatan positif ini akan dideteksi dan memberikan spektrum massa merupakan gambar antara jumlah relatif fragmen bermuatan positif yang berlainan terhadap angka banding massa dengan muatan (m/ e) dari fragmen itu. Fragmen yang bermuatan positf tersebut akan muncul sebagai puncak-puncak. Tiap puncak menyatakan suatu

fragmen molekul dan intensitas puncak sebanding dengan jumlah relatif fragmen-fragmen. Puncak tertinggi dalam suatu spektrum disebut puncak dasar (base peak) yang nilai intensitasnya adalah 100 %. dalam spektroskopi massa $M^{\cdot}$ menunjukkan berat molekul senyawa tersebut.

BAB IV

PELAKSANAAN PENELITIAN

IV.1 Penyiapan Alat dan Bahan

IV.1.1 Alat-alat yang digunakan

1. Bejana kromatografi
2. Corong (Pyrex)
3. Corong pisah (Pyrex)
4. Gelas piala (Pyrex)
5. Gelas ukur (Pyrex)
6. Lampu ultra violet 254 nm (UVSL-25)
7. Lempeng kromatografi
8. Oven listrik (Memmert)
9. Penyemprot
10. Pipa kapiler
11. Pipet tetes
12. Rotavapor (Buchi)
13. Seperangkat alat kromatografi kolom
14. Seperangkat alat maserasi
15. Spektrofotometer ^{1}H-NMR (Shimadzu)
16. Spektrofotometer infra merah (Shimadzu)

17. Spektrofotometer ^{13}C-NMR (Shimadzu)
18. Spektrometer massa (Shimadzu)
19. Timbangan gram kasar
20. Timbangan analitik
21. Vial

IV.1.2 Bahan-bahan yang digunakan

1. Air suling
2. Asam sulfat (Merck)
3. Asam asetat anhidrat (Merck)
4. Benzen (Merck)
5. Dietil eter (Merck)
6. Etil asetat (Merck)
7. Herba kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.)
8. Heksan (Merck)
9. Kloroform (Merck)
10. Kapas
11. Metanol (Merck)
12. Piridin (Merck)
13. Silika gel G 60 F-254 (Merck)
14. Silika gel G 60 (Merck)

IV.2 Penyiapan Bahan Penelitian

IV.2.1 Pengambilan Bahan

Bahan berupa herba dari tumbuhan kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.) dikumpulkan pada pagi hari antara jam 09.00 sampai jam 11.00, diambil seluruh bagian tumbuhan.

IV.2.2 Pengolahan Bahan

Bahan yang telah dikumpulkan dibersihkan dan dikeringkan pada tempat yang tidak terkena sinar matahari langsung kemudian dipotong kecil-kecil.

IV.3 Ekstraksi Bahan Penelitian (8,9,10,11,12,13)

IV.3.1 Ekstraksi Secara Maserasi dengan Pelarut Metanol

Bahan yang telah kering ditimbang sebanyak 500 g, dimasukkan ke dalam bejana maserasi dan ditambah pelarut sebanyak 1500 ml kemudian dibiarkan selama 5 hari terlindung dari cahaya matahari sambil sekali-kali diaduk, lalu disaring. Penyarian dilakukan tiga kali menggunakan metanol sebanyak 4500 ml. Sejumlah kecil ekstrak metanol ini dipisahkan untuk dianalisis secara kromatografi lapis tipis menggunakan penyerap silika gel G 60 F_{254}, cairan pengelusi benzen – etil asetat (8:2) dan kloroform - metanol - air (10 : 6 :1) serta

penampak noda sinar ultra violet 254 nm dan asam sulfat 10 %. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 1a, 1b, dan tabel Ia, Ib. Sisa ekstrak metanol diuapkan sampai kering, kemudian ditimbang, selanjutnya diesktraksi dengan dietil eter.

IV.3.2 Ekstraksi dengan Pelarut Dietil Eter

Ekstrak metanol kering disuspensikan dengan air 25 ml, kemudian diekstraksi menggunakan pelarut dietil eter dalam corong pisah sebanyak 3 kali, setiap kali dengan 50 ml. Sejumlah kecil ekstrak dietil eter dipisahkan untuk dianalisa secara kromatografi lapis tipis menggunakan penyerap silika gel G 60 F_{254}, cairan pengelusi benzen-etil asetat (8:2) dan (7:3) serta penampak noda sinar ultraviolet 254 nm dan asam sulfat 10%. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 2a, 2b, dan tabel IIa, IIb. Sisa ekstrak dietil eter yang diperoleh dikumpulkan dan diuapkan hingga kering, kemudian ditimbang.

IV.4 Pemisahan dan Pemurnian Komponen Kimia

IV.4.1 Penyiapan Kolom Kromatografi

Ekstrak dietil eter kering dan penyerap ditimbang masing-masing 6 gram dan 300 gram. Kolom yang akan digunakan

dibersihkan dan dibebaskan dari lemak dengan kloroform, kemudian dipasang tegak lurus pada statif. Pada dasar kolom diberi kapas sebagai penyangga, kemudian dimasukkan cairan pengelusi dan penyerap.

IV.4.2 Pemisahan Komponen Kimia Ekstrak Dietil Eter

Ekstrak dietil eter kering dilarutkan dengan sedikit cairan pengelusi yang akan digunakan kemudian dimasukkan ke dalam kolom yang telah disiapkan. Selanjutnya cairan pengelusi ditambahkan dengan menggunakan pipet tetes melalui dinding kolom dan mengatur kecepatan aliran cairan pengelusi yang keluar dari ujung kolom. Cairan yang keluar dari ujung kolom ditampung dalam vial ukuran 5 ml dan setiap fraksi diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis. Cairan pengelusi yang digunakan adalah benzen-etil asetat dengan perbandingan (15:1), (10:1) , (8:2) , (7:3) , (6:4) dan (5:5). Hasilnya dapat dilihat pada gambar 3 dan tabel III.

IV.4.3 Identifikasi Secara Kromatografi Lapis Tipis Dua Dimensi

Fraksi D yang menampakkan noda tunggal diidentifikasi secara Kromatografi lapis tipis dua dimensi menggunakan cairan pengelusi benzen-etil asetat (8:2) untuk arah I dan heksan-etil asetat (8:2) untuk arah II. Penampak noda yang digunakan adalah asam sulfat 10 %.

IV.4.4 Pemurnian Secara Kristalisasi

Fraksi D dikumpulkan dan diuapkan hingga kering, kemudian diiarutkan dengan metanol dan disimpan dalam lemari pendingin selama 3 hari. Kristal yang terbentuk dipisahkan dari pelarutnya dengan cara penyaringan.

IV.5 Identifikasi dan Karakterisasi

IV.5.1 Spektroskopi Infra Merah

Kristal yang diperoleh diidentifikasi secara spektroskopi infra merah dengan cara menggerus sampel tersebut bersama KBr, kemudian ditekan sehingga diperoleh pelet. Pelet dimasukkan ke dalam sel dan ditempatkan pada celah sinar infra merah., Selanjutnya alat dijalankan dengan menekan tombol on. spektrum

akan direkan pada alat pencatat. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 6.

IV.5.2 Spektroskopi ^{1}H - NMR

Kristal diidentifikasi secara spektroskopi ^{1}H-NMR, dimana sampel dilarutkan dengan pelarut $CDCl_3$ dan dimasukkan ke dalam wadah cuplikan sebanyak 0,1 ml, kemudian ditempatkan diantara kumparan geser daklam pancaran frekuensi. Spektrum pada osilator akan direkam oleh alat pencatat. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 7.

IV.5.3 Spektroskopi ^{13}C-NMR

Kristal diidentifikasi secara spektroskopi ^{13}C-NMR, dimana sampel dilarutkan dengan pelarut $CDCl_3$, dan dimasukkan ke dalam wadah cuplikan sebanyak 0,5 ml, kemudian ditempatkan diantara kumparan geser dalam pancaran frekuensi. Spektrum pada osilator akan direkam oleh alat pencatat. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 8.

IV.5.4 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 akan direkam oleh alat pencatat. Hasilnya dapat dilihat pada gambar 9.

IV.6 Identifikasi Secara Asetilasi

Kristal dilarutkan dengan 2 ml piridin dan ditambahkan 5 ml asam asetat anhidrat, kemudian dipanaskan diatas penangas air selama 30 menit. Setelah diasetilasi sampel diidentifikasi secara kro..ıtografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2). Hasilnya dapat dilihat pada gambar 5.

BAB V

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

V.1 Hasil Penelitian

Setelah dilakukan ekstraksi, isolasi dan identifikasi komponen kimia herba kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.) diperoleh hasil sebagai berikut:

A. Ekstraksi Komponen Kimia

Ekstraksi 500 gram herba kacci-kacci dengan pelarut metanol **4500 ml** secara maserasi diperoleh ekstrak kering sebanyak 35,5 gram. Ekstrak metanol diekstraksi kembali menggunakan dietil eter diperoleh ekstrak kering 16 gram.

B. Identifikasi Secara Kromatografi Lapis Tipis

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

   a. Kloroform-metanol-air (10 : 6 : 1) dengan penampak noda sinar UV 254 nm menunjukkan 3 noda dan asam sulfat 10 % menunjukkan 3 noda.

b. Benzen-etil asetat (8 : 2) dengan penampak noda sinar UV 254 nm menunjukkan 8 noda dan asam sulfat 10 % menunjukkan 9 noda (Gambar 1a, 1b dan tabel Ia, Ib).

2. Identifikasi komponen kimia ekstrak dietil eter secara kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi:

a. Benzen-etil asetat (8 : 2) dengan penampak noda sinar UV 254 nm dan asam sulfat 10 %, masing-masing menunjukkan 8 noda dan 9 noda.

b. Benzen-etil asetat (7 : 3) dengan penampak noda sinar UV 254 nm dan asam sulfat 10 %, masing-masing menunjukkan 6 noda dan 7 noda (Gambar 2a, 2b dan tabel IIa dan IIb).

C. Pemisahan Secara Kromatografi Kolom

Pemisahan komponen kimia ekstrak dietil eter secara kromatografi kolom menghasilkan 6 fraksi yaitu fraksi A (vial 6 - 17), B (vial 18 - 31), C (vial 32 - 45), D (vial 46-66), E (vial 67-92) dan F (vial 93-127). Setelah diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis ternyata fraksi A mengandung 3 noda, fraksi B 4 noda, fraksi C 2 noda, fraksi D 1 noda, fraksi E 2 noda dan fraksi F 2 noda(Gambar 3 dan tabel III).

D. Test Kemurnian

Fraksi D yang dikromatografi lapis tipis dua dimensi menggunakan cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2) dan heksan-etil asetat (8 : 2) dengan penampak noda asam sulfat 10 % menunjukkan 1 noda (gambar 4 dan tabel IV).

E. Pemurnian Secara Kristalisasi

Pemurnian yang dilakukan dengan melarutkan fraksi D menggunakan pelarut metanol, kemudian menyimpannya dalam lemari pendingin menghasilkan kristal bentuk jarum sebanyak 160 mg.

F. Identifikasi dan Karakterisasi Komponen

Hasil identifikasi senyawa fraksi D secara spektroskopi infra merah menunjukkan puncak-puncak pada bilangan gelombang 3350 cm^{-1}, 2900 cm-1, 1635 cm^{-1}, 1465 cm^{-1} dan 1375 cm^{-1} (gambar 6). Identifikasi secara spektroskopi ^{1}H-NMR menghasilkan puncak-puncak pada δ= 0,68 ppm, δ= 0,81 ppm, δ= 0,82 ppm, δ= 0,83 ppm, δ= 0,84 ppm, δ= 0,85 ppm, δ= 0,88 ppm, δ= 0,92 ppm, δ= 0,93 ppm, δ= 1,01 ppm, δ= 1,26 ppm, δ= 1,44 ppm, δ= 1,46 ppm, δ= 1,61 ppm, δ= 1,64, δ= 1,66 ppm, δ= 1,67 ppm, δ= 1,51 ppm, δ= 1,83 ppm, δ= 1,86 ppm, δ= 1,99 ppm, δ= 1,95 ppm, δ= 1,96 ppm, δ= 2,01 ppm,

δ= 2,02 ppm, δ= 2,23 ppm, δ= 2,24 ppm, δ= 2,25 ppm, δ= 2,26 ppm, δ= 2,27 ppm, δ= 2,28 ppm, δ= 2,29 ppm, δ= 2,30 ppm, δ= 2,31 ppm, δ= 3,49 ppm, δ= 3,50 ppm, δ= 3,52 ppm (gambar 7). Identifikasi menggunakan spektroskopi ^{13}C-NMR menghasilkan puncak-puncak pada δ= 37,26 ppm, δ= 31,92 ppm, δ= 71,80 ppm, δ= 42,31 ppm, δ= 140,76 ppm, δ= 121,69 ppm, δ= 39,69 ppm, δ= 31,67 ppm, δ= 50,15 ppm, δ=36,51, δ= 21,09 ppm, δ= 39,79 ppm, δ= 42,31 ppm, δ=56,87 ppm, δ=26,12 ppm, δ= 29,18 ppm, δ= 56,07 ppm, δ=11,85 ppm, δ= 19,81 ppm, δ=33,96 ppm, δ= 19,04 ppm, δ= 36,14 ppm, δ= 129,29 ppm, δ= 23,08 ppm, δ= 138,30 ppm, δ= 45,86 ppm, δ= 28,24 ppm, δ= 18,78 ppm, δ= 19,39 ppm, δ= 24,30 ppm dan δ= 11,98 ppm (gambar 8). Sedangkan identifikasi menggunakan spektroskopi massa menunjukkan adanya 2 M^+ masing-masing M^+= 414 dan M^+= 412 (gambar 9).

G. Pemisahan Komponen Murni

Asetilasi kristal fraksi D menggunakan 2 ml piridin dan 5 ml asam asetat anhidrat kemudian dipanaskan di atas penangas air selama 30 menit, lalu dikromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2) dan penampak noda asam sulfat 10% menunjukkan 2 noda.

V.2. Pembahasan

Pada penelitian dilakukan ekstraksi herba kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.) sebanyak 500 gram secara maserasi menggunakan pelarut metanol 4500 ml dan setelah dipekatkan dalam rotavapor diperoleh ekstrak metanol 35,5 gram. Selanjutnya ekstrak metanol diekstraksi menggunakan pelarut dietil eter dan setelah dipekatkan diperoleh ekstrak eter 16 gram (3,2%). Ekstrak eter yang diperoleh lebih sedikit dibandingkan dengan ekstrak metanol karena metanol dapat melarutkan senyawa polar dan nonpolar sedangkan eter hanya senyawa nonpolar.

Identifikasi ekstrak metanol secara kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2) memperlihatkan 9 noda dan identifikasi ekstrak eter secara kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi yang sama memperlihatkan jumlah noda dan Rf yang sama. Hal ini menunjukkan bahwa komponen nonpolar dalam ekstrak metanol terekstraksi sempurna ke dalam pelarut eter.

Komponen kimia ekstrak eter yang diisolasi secara kromatografi kolom menggunakan cairan pengelusi benzen-etil asetat dengan perbandingan (15 : 1), (10 : 1), (8 : 2), (7 : 3), (6 : 4) dan (5 : 5)

menghasilkan 6 fraksi yaitu fraksi A menunjukkan 3 noda, fraksi B 4 noda, fraksi C 2 noda, fraksi D 1 noda, fraksi E 2 noda dan fraksi F 2 noda.

Fraksi D diperoleh berupa komponen tunggal dan mempunyai kadar yang besar dibandingkan dengan komponen yang lain, hal ini dapat dilihat dari noda pada kromnatografi lapis tipis yang menunjukkan noda besar.

Kromatografi lapis tipis dua dimensi dilakukan terhadap senyawa fraksi D untuk meyakinkan bahwa komponen tersebut benar-benar tunggal. Setelah dikristalisasi diperoleh kristal bentuk jarum sebanyak 160 mg (0,032%).

Identifikasi komponen tunggal secara spektroskopi infra merah menunjukkan adanya gugus hidroksil (-OH) pada bilangan gelombang 3350 cm^{-1} yang diperkuat data ^{1}H-NMR yaitu δ= 3,52 ppm dan ^{13}C-NMR pada δ=71,80 ppm, adanya gugus metil (-CH_3) ditunjukkan pada bilangan gelombang 2900 cm^{-1}, 1465 cm^{-1}, 1375 cm^{-1} yang diperkuat data ^{13}C-NMR yaitu δ= 11,85 ppm, δ= 19,81ppm, δ= 19,04 ppm, δ= 18,78 ppm, δ= 19,39 ppm, δ= 11,98 ppm dan ^{1}H-NMR pada δ= 0,68 ppm, δ= 0,84 ppm, δ= 0,85 ppm, δ= 1,01 ppm, δ= 1,25 ppm,

δ = 0,92 ppm dan δ = 0,93 ppm. Gugus alkena ($\backslash C{=}C/$) ditunjukkan pada bilangan gelombang 1635 cm^{-1} yang didukung data ^{1}H-NMR yaitu δ = 5,36 ppm dan pada ^{13}C-NMR yaitu δ =140,76 ppm, δ =121,69 ppm, δ = 129,29 ppm dan δ = 138,30 ppm. Adanya gugus metilen (-CH_2-) sebanyak 11 dibuktikan oleh data ^{13}C-NMR yang menunjukkan puncak ke bawah.Data spektroskopi massa menunjukkan adanya $2M^+$ masing-masing M^+= 414 dan M^+= 412, yang menunjukkan berat molekul senyawa tersebut adalah 414 dan 412.

Komponen murni setelah diasetilasi, diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi benzen-etil asetat (8:2). Hal ini dimaksudkan untuk memisahkan campuran kedua komponen stigmasterol dan β-sitosterol.

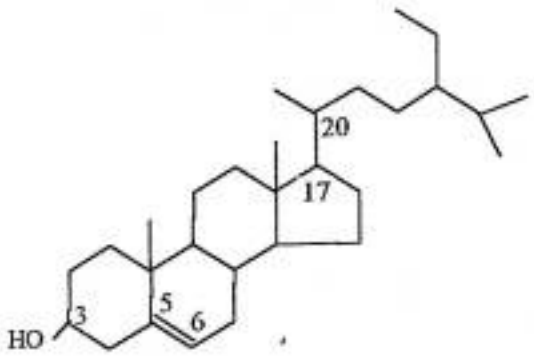
Berdasarkan data-data tersebut di atas dan setelah dibandingkan data IR, ^{13}C-NMR, ^{1}H-NMR dengan data β-sitosterol dan stigmasterol, dapat disimpulkan bahwa senyawa fraksi D adalah campuran β-sitosterol dan stigmasterol.

BAB VI

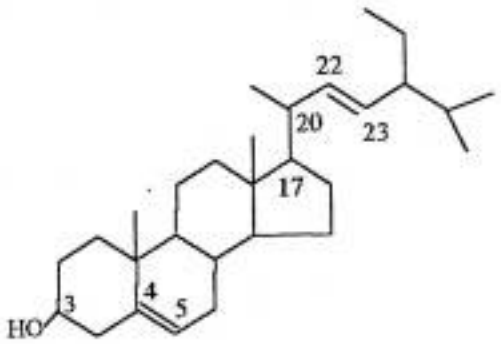
KESIMPULAN DAN SARAN

VI.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan dapat disimpulkan bahwa senyawa fraksi D adalah campuran β-sitosterol dan stigmasterol dengan rumus sebagai berikut:



β-sitosterol



stigmasterol

1.2 Saran

Kiranya dapat dilakukan penelitian lanjutan terhadap fraksi A, B, C, E, dan F untuk menentukan struktur kimianya.

DAFTAR PUSTAKA

1. Wiryowidagdo, S., dkk, (1993), "Risalah Simposium Penelitian Tumbuhan Obat VII", Jurusan Farmasi FMIPA Universitas Hasanuddin, 12, 13.

2. Sardjoko, (1996), "Hubungan Kuantitatif Struktur dan Aktivitas, Rancangan dalam Pengembangan Senyawa Bioaktif", Seminar Sehari Perspektif Baru dalam "Drug Discovery", Ujungpandang, 26 Oktober 1996, 5-6.

3. Wiryowidagdo, S., (1995), "Cara Produksi Obat yang Baik", Kursus Penyegar Ilmu Farmasi, Jurusan Farmasi FMIPA Universitas Hasanuddin, Ujungpandang, 5.

4. Perry, M. L., (1980), "Medicinal Plants of East and South East Asia", MTT Press, London, 322.

5. Heyne, K., "Tumbuhan Berguna Indonesia", Volume II, Direktorat Pengembangan Hutan Departemen Kehutanan Republik Indonesia, Jakarta,360.

6. Becker, C. C., (1985), "Flora of Java", Edisi I, N. V. Ervent P. Noordhoff-Groningen-The Netherland, 219,220.

7. Tjitrosoepomo, G., (1989),"Taksonomi Tumbuhan Spermatophyta", Cetakan II, Universitas Gadjah Mada, Yogyakarta.

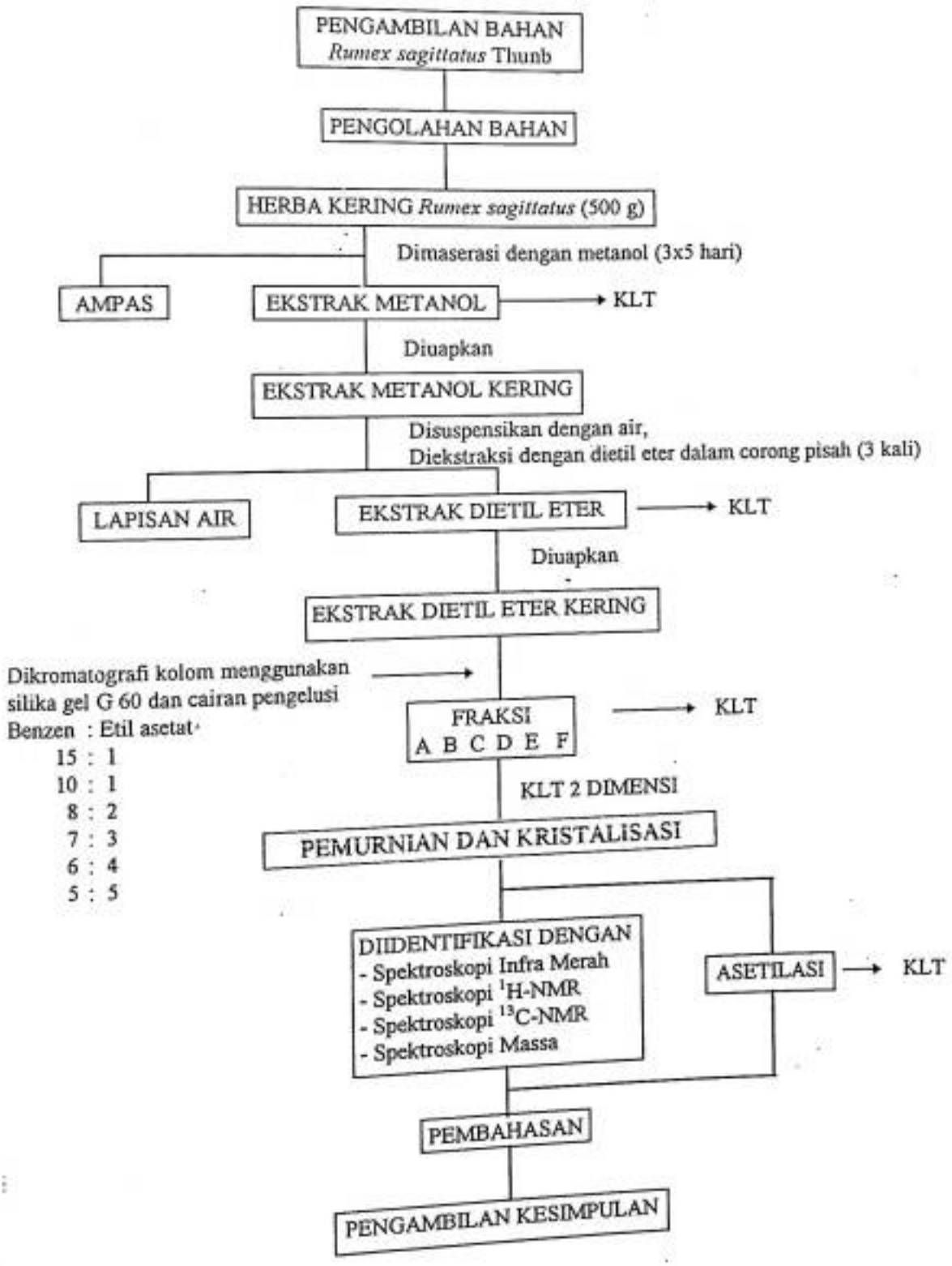
8. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1986), "Sediaan Galenik", Edisi II, Direktorat Jenderal Pengawasan Obat dan Makanan, Bhakti Husada, Jakarta, 10-13.

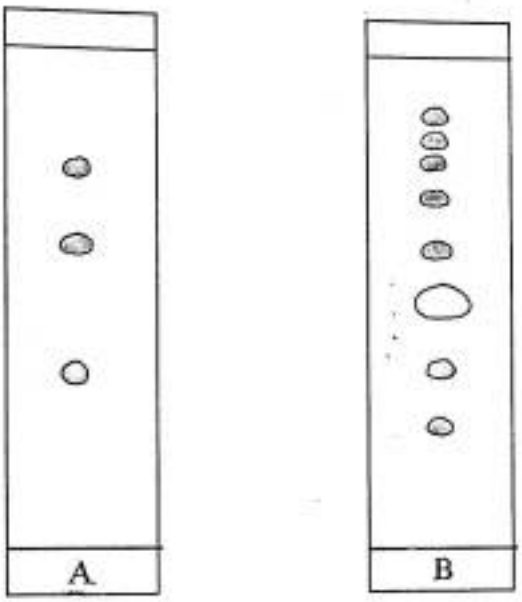
9. Darise, M., (1985), "Studies of Chemical Constituents of Natural Bitters and Sweet Principles", Disertasi Doktor Hiroshima University, Japan, 40.

10. Harborne, J. B., (1987), "Metode Fitokimia, Penetuan Cara Modern Menganalisis Tumbuhan", Terbitan Kedua, Institut Teknologi Bandung, Bandung, 4,5,6,7.

11. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1979), "Farmakope Indonesia", Edisi III, Jakarta, 780-784.
12. _____, (1980), "Materia Medika Indonesia", Jilid IV, Jakarta, 2-3.
13. Sastrohamidjojo, H., (1979), "Kromatografi", Liberti, Yogyakarta, 26-30,39.
14. Stahl, E., (1969), "Thin Layer Chromatography", 2nd edition,Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, New York, 650-654.
15. Hartomo., Purba, A. J., (1986), "Penyidikan Spektrometrik Senyawa Organik", Edisi IV, Yogyakarta, 8-19.
16. Sudjudi, M. S., (1982), "Penentuan Struktur Senyawa Organik", Cetakan I, Ghakia Indonesia, Jakarta 13, 132.
17. Ewing, G. W., (1975), "Instrumental Methods of Chemical Analysis", 4th Edition, MC. Graw-Hill Kogakusha, LTD, Tokyo, Japan, 408-410.
18. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1985), "Cara PembuatanSimplisia", Jakarta, 5-6, 44.
19. Noerdin, D., (1985), "Elusidasi Struktur Senyawa Organik dengan Cara SpektroskopiUltra Lembayung dan Infra Merah", Edisi X, Angkasa, Bandung, 1, 18, 54-68.

SKEMA KERJA


PENGAMBILAN BAHAN
Rumex sagittatus Thunb
PENGOLAHAN BAHAN
HERBA KERING *Rumex sagittatus* (500 g)
Dimaserasi dengan metanol (3x5 hari)
AMPAS
EKSTRAK METANOL
KLT
Diuapkan
EKSTRAK METANOL KERING
Disuspensikan dengan air,
Diekstraksi dengan dietil eter dalam corong pisah (3 kali)
LAPISAN AIR
EKSTRAK DIETIL ETER
KLT
Diuapkan
EKSTRAK DIETIL ETER KERING
Dikromatografi kolom menggunakan silika gel G 60 dan cairan pengelusi
Benzen : Etil asetat
15 : 1
10 : 1
8 : 2
7 : 3
6 : 4
5 : 5
FRAKSI
A B C D E F
KLT
KLT 2 DIMENSI
PEMURNIAN DAN KRISTALISASI
DIIDENTIFIKASI DENGAN
- Spektroskopi Infra Merah
- Spektroskopi ^{1}H-NMR
- Spektroskopi ^{13}C-NMR
- Spektroskopi Massa
ASETILASI
KLT
PEMBAHASAN
PENGAMBILAN KESIMPULAN



Gambar 1a. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Herba Kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.)

Keterangan:

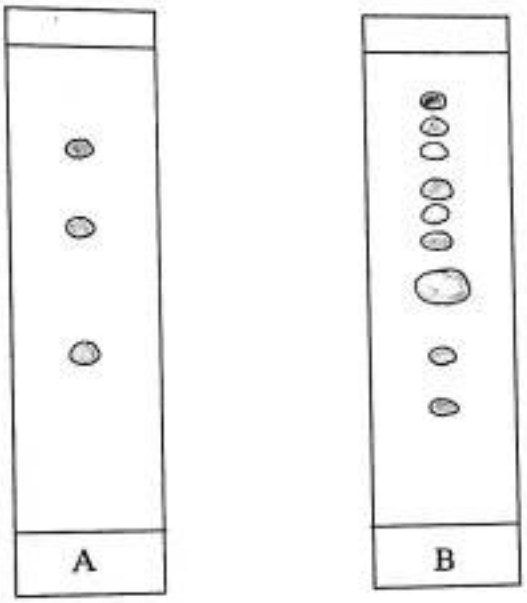
A= Cairan pengelusi kloroform-metanol-air (10 : 6 : 1)

B= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

Penampak noda= Sinar UV 254 nm

Adsorben= Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng= 7 x 2 cm



Gambar 1b. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Herba kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.)

Keterangan:

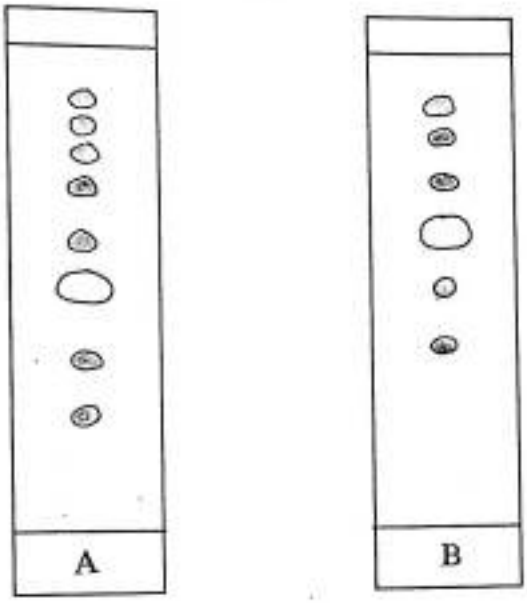
A= Cairan pengelusi kloroform-metanol-air (10 : 6 : 1)

B= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

Penampak noda= Asam sulfat 10 %

Adsorben= Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng= 7 x 2 cm



Gambar 2a. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.)

Keterangan:

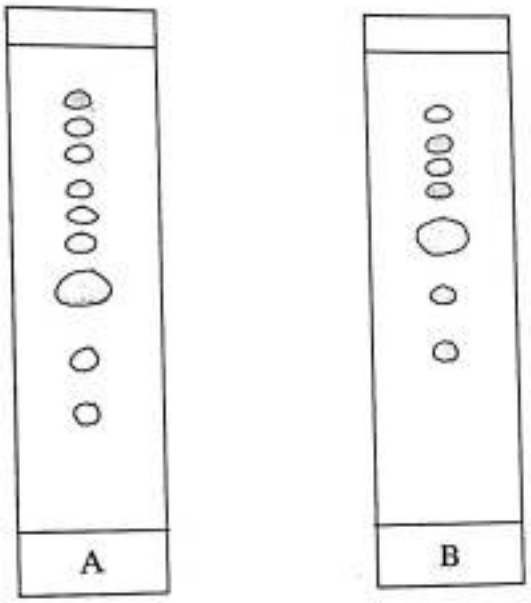
A= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

B= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (7 : 3)

Penampak noda= Sinar UV 254 nm

Adsorben= Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng= 7 x 2 cm



Gambar 2b. Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-kacci (*Rumex sagittatus* Thunb.)

Keterangan:

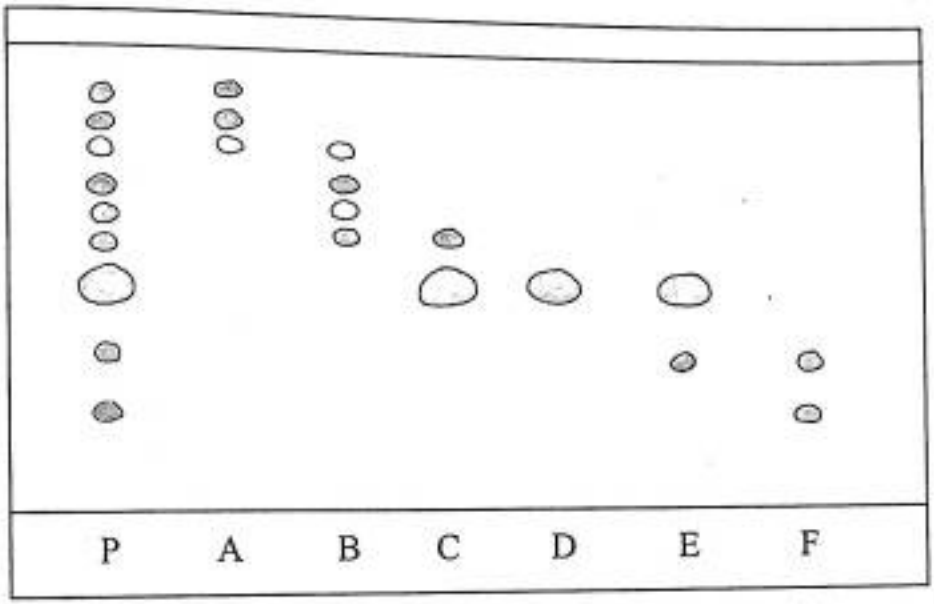
A= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

B= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (7 : 3)

Penampak noda= Asam sulfat 10 %

Adsorben= Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng= 7 x 2 cm



Gambar 3. Kromatogram Lapis Tipis Fraksi-Fraksi dari Kromatografi Kolom Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-kacci.

Keterangan:

P= Pembanding (ekstrak dietil eter)

A= Fraksi A (vial 6-17)

B= Fraksi B (vial 18-31)

C= Fraksi C (vial 32-45)

D= Fraksi D (vial 46-66)

E= Fraksi F (vial 67-92)

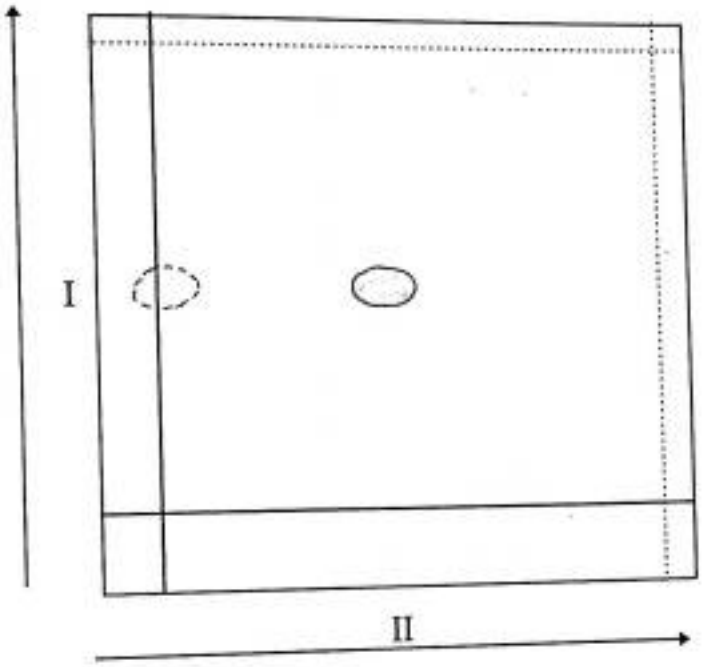
F= Fraksi F (vial 93-127)

Cairan pengelusi= Benzen-etil asetat (15 : 1), (10 : 1), (8 : 2), (7 : 3), (6 : 4), (5 : 5).

Penampak noda = Asam sulfat 10 %

Adsorben = Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng = 7 x 12 cm



Gambar 4. Kromatogram Lapis Tipis Dua Dimensi Fraksi D Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-kacci

Keterangan:

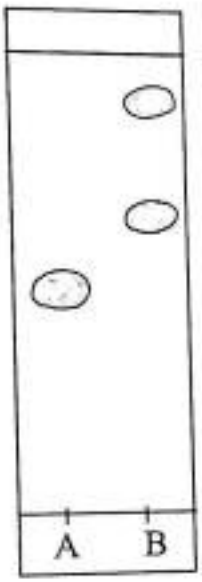
I = Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

II = Cairan pengelusi heksan-etil asetat (8 : 2)

Penampak noda = Asam sulfat 10 %

Adsorben = Silika gel G F_{254}

Ukuran lempeng = 7 x 7 cm



Gambar 5. Kromatogram Lapis Tipis Senyawa Fraksi D Setelah Asetilasi.

Keterangan :

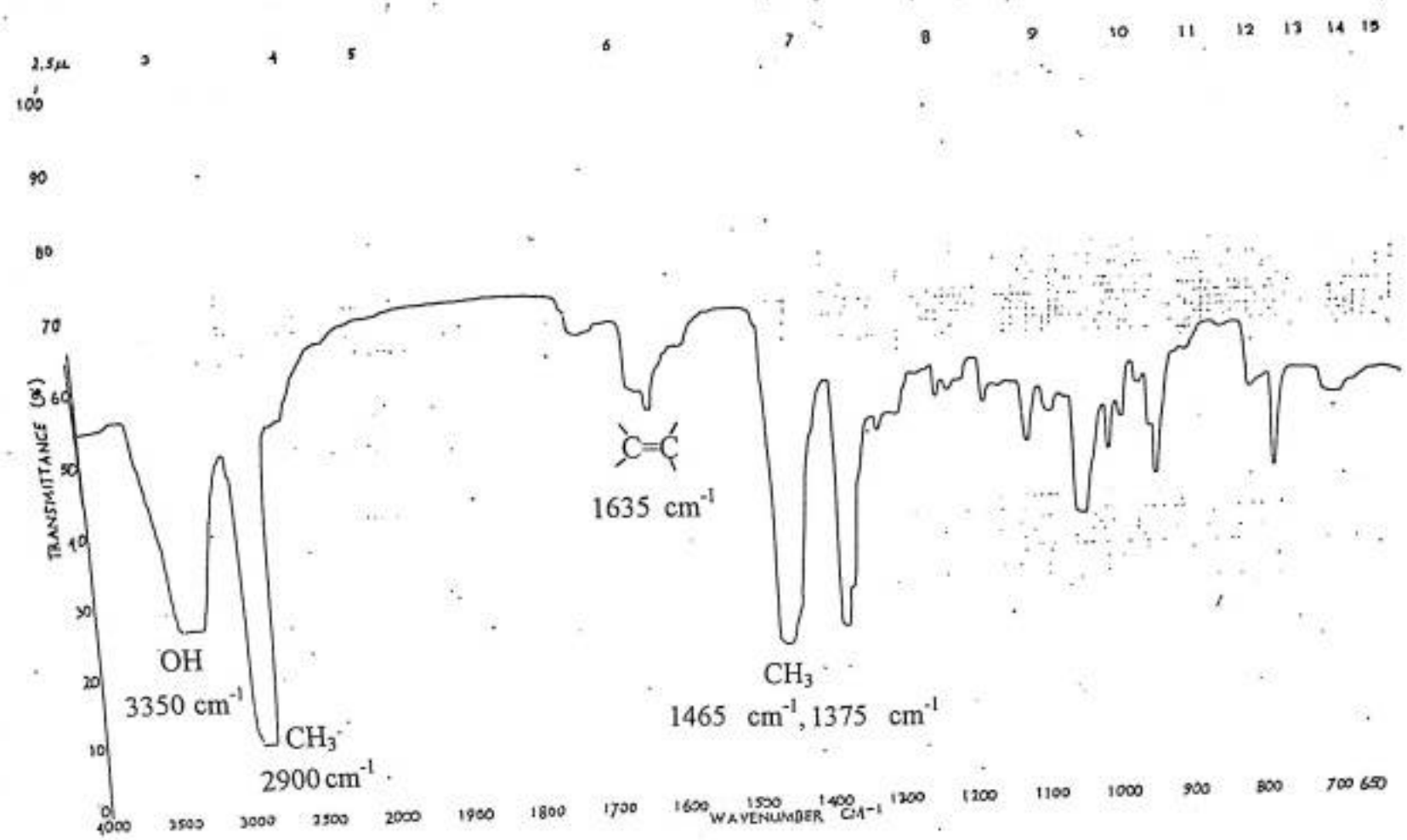
A= Senyawa fraksi D sebelum asetilasi

B= Senyawa fraksi D setelah asetilasi

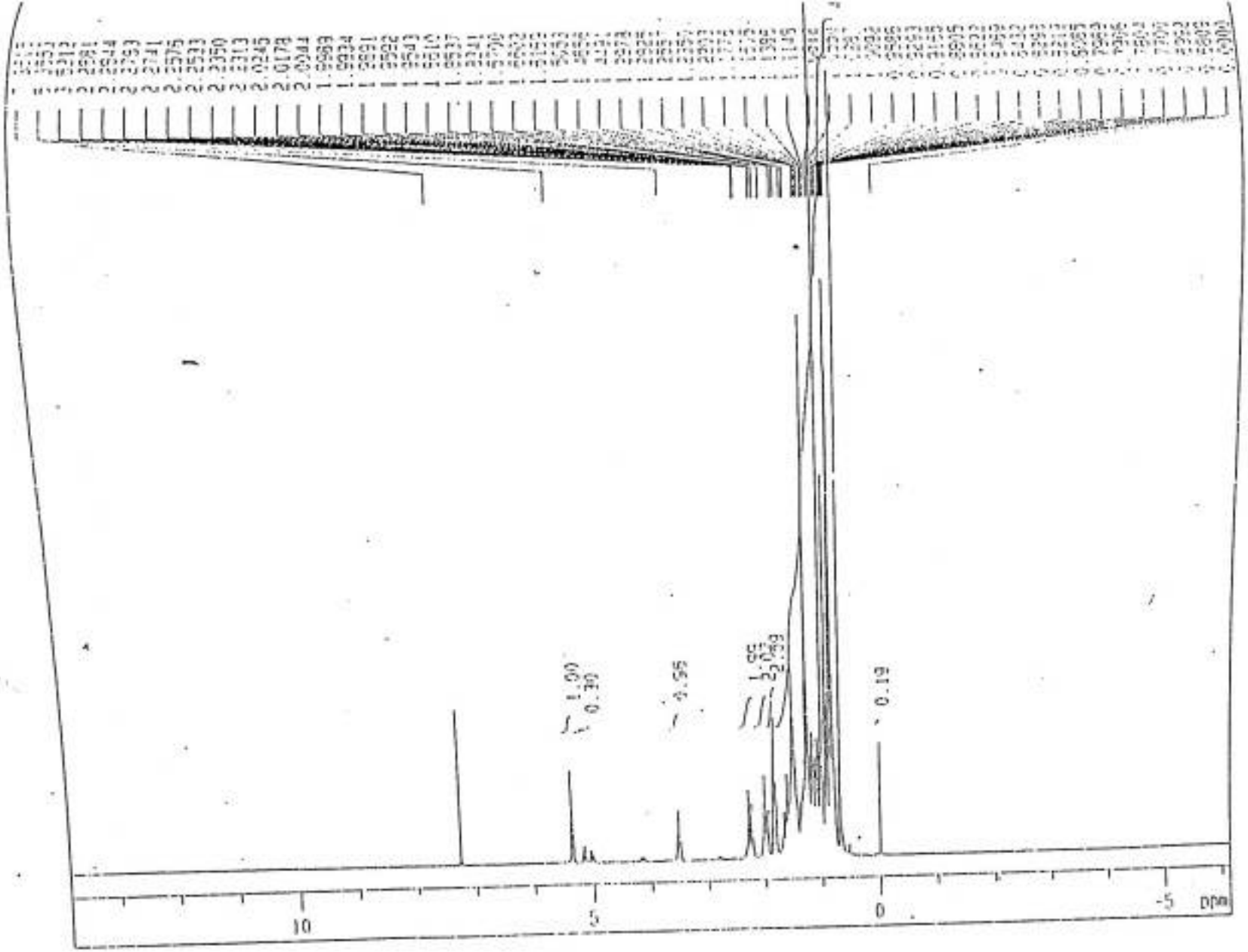
Adsorben= Silika gel 60 F_{254}

Penampak noda= Asam sulfat 10 %

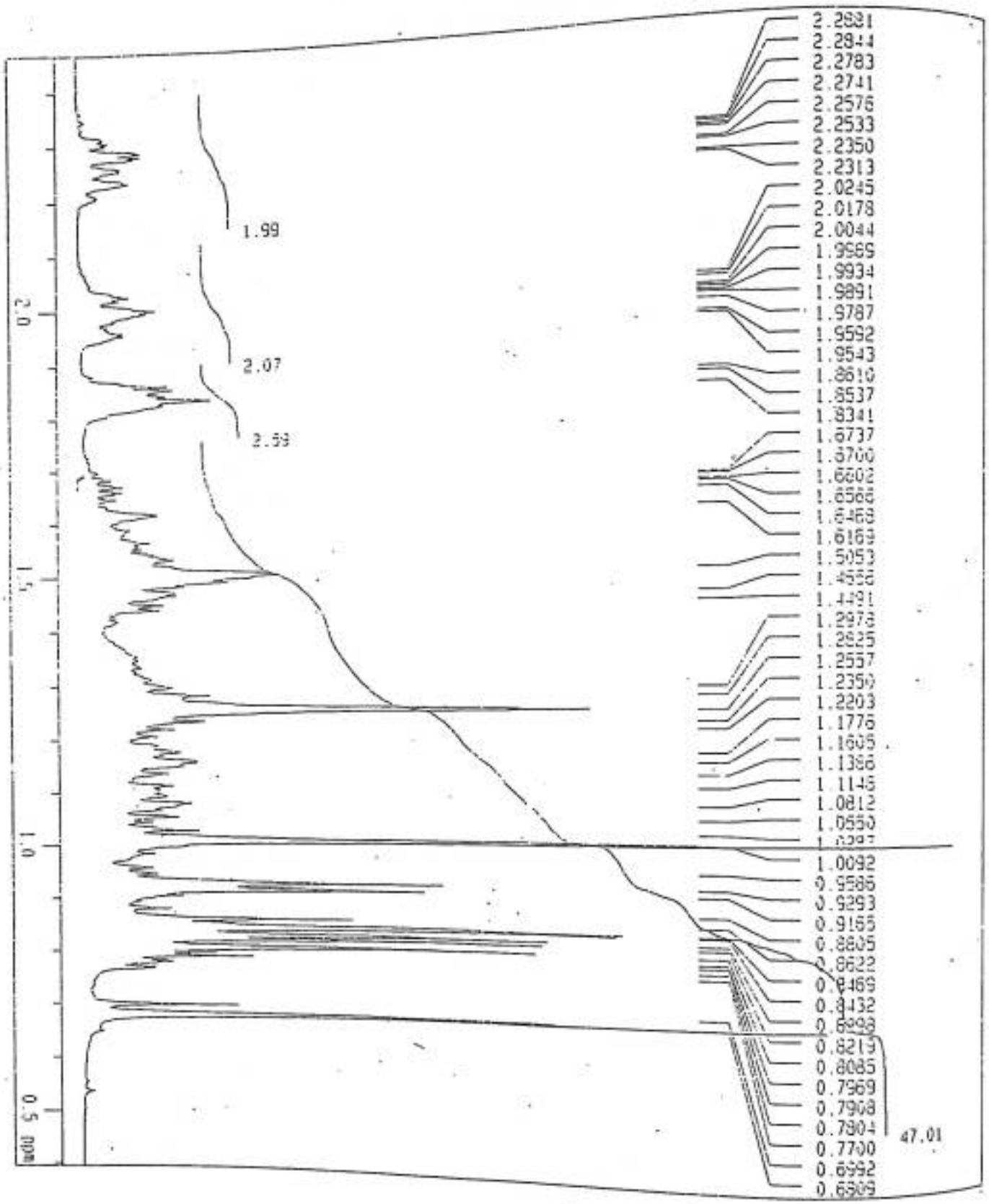
Ukuran lempeng= 7 x 2 cm

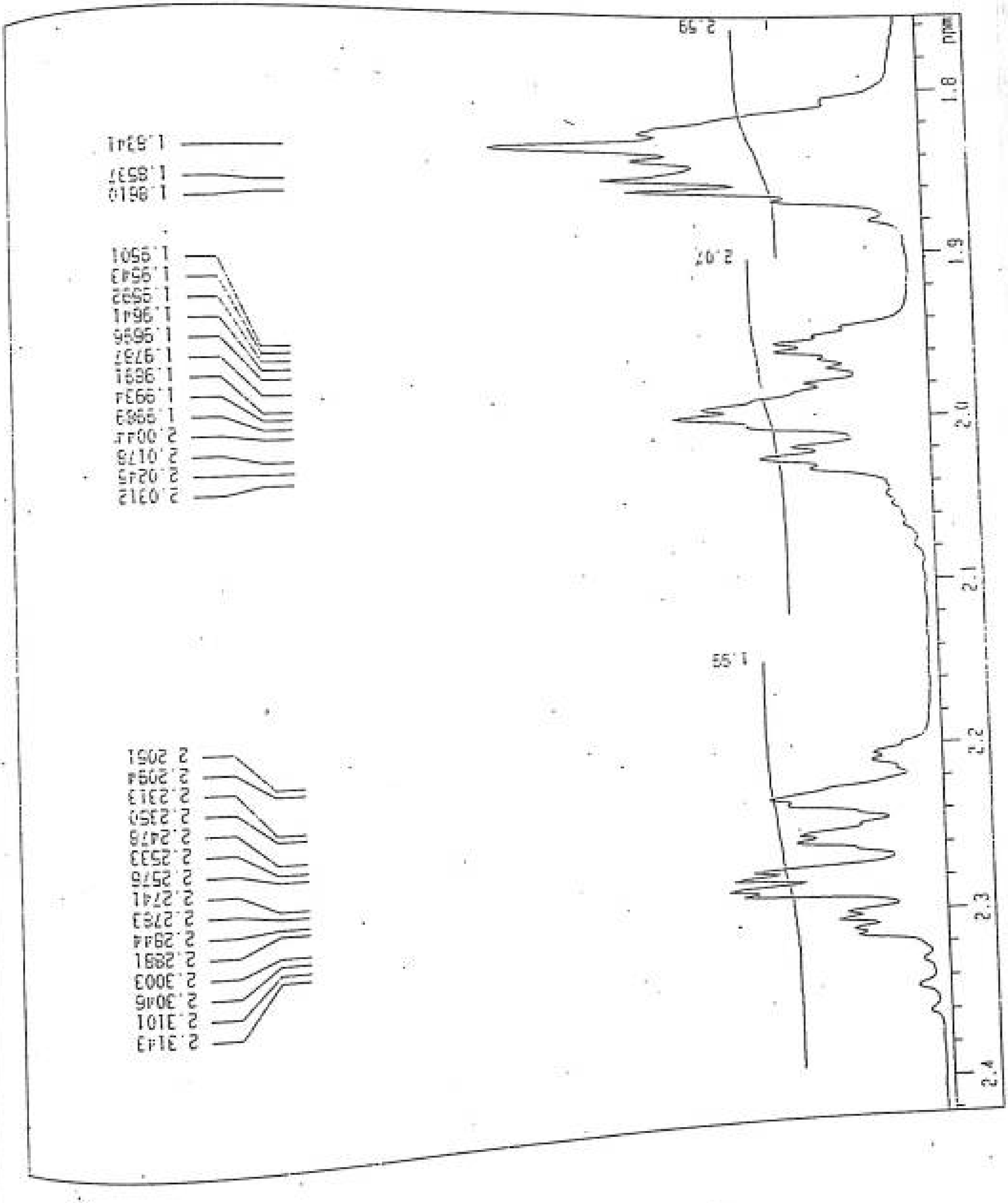


Gambar 6. Diagram Spektrum Infra Merah Senyawa Fraksi D



Gambar 7. Diagram Spektrum ^{1}H-NMR Senyawa Fraksi D

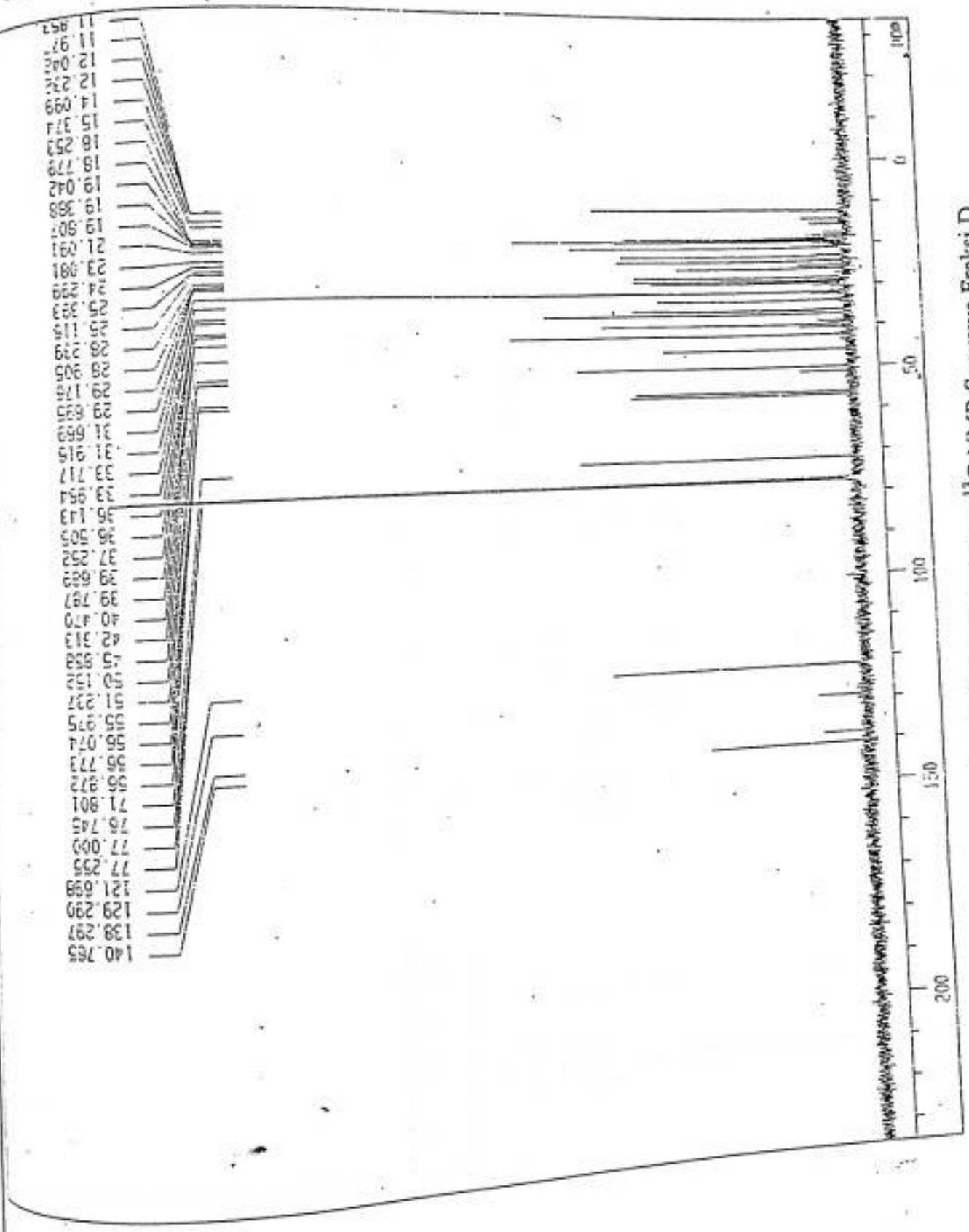

2.2831
2.2844
2.2783
2.2741
2.2576
2.2533
2.2350
2.2313
2.0245
2.0178
2.0044
1.9889
1.9934
1.9891
1.9787
1.9592
1.9543
1.8610
1.8537
1.8341
1.6737
1.6700
1.6602
1.6568
1.6468
1.6169
1.5053
1.4558
1.4491
1.2978
1.2825
1.2557
1.2350
1.2203
1.1776
1.1605
1.1366
1.1145
1.0812
1.0550
1.0092
0.9586
0.9293
0.9165
0.8805
0.8622
0.8469
0.8432
0.8219
0.8085
0.7969
0.7908
0.7804
0.7700
0.6992
0.6909
1.99
2.07
2.59
47.01
0.5 ppm



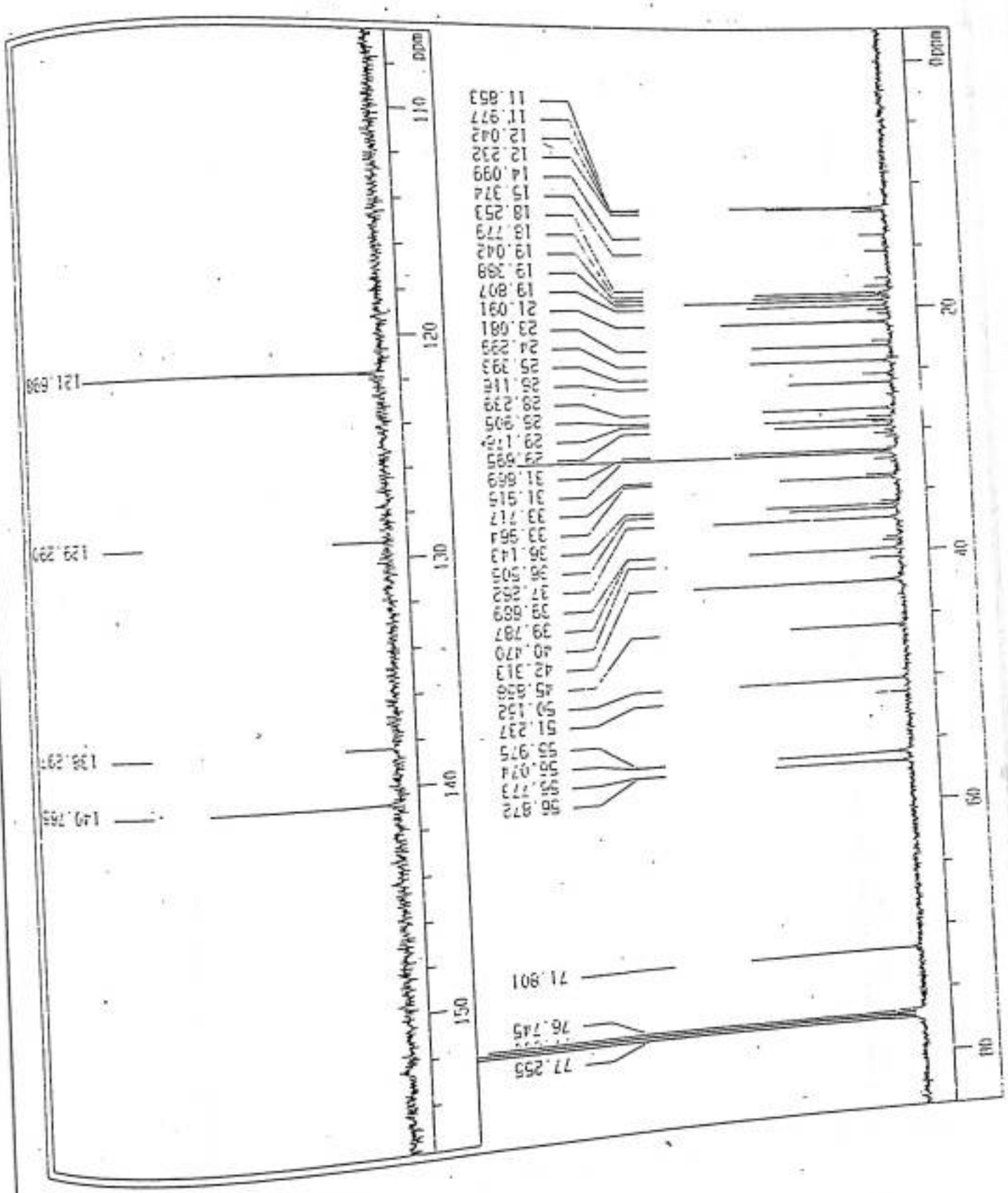
1.6341
1.8537
1.8610
1.9501
1.9543
1.9592
1.9641
1.9696
1.9737
1.9831
1.9934
1.9983
2.0044
2.0179
2.0245
2.0312
2.2051
2.2094
2.2313
2.2360
2.2478
2.2533
2.2576
2.2741
2.2783
2.2844
2.2881
2.3003
2.3046
2.3101
2.3143
2.59
2.07
1.99
ppm
1.8
1.9
2.0
2.1
2.2
2.3
2.4

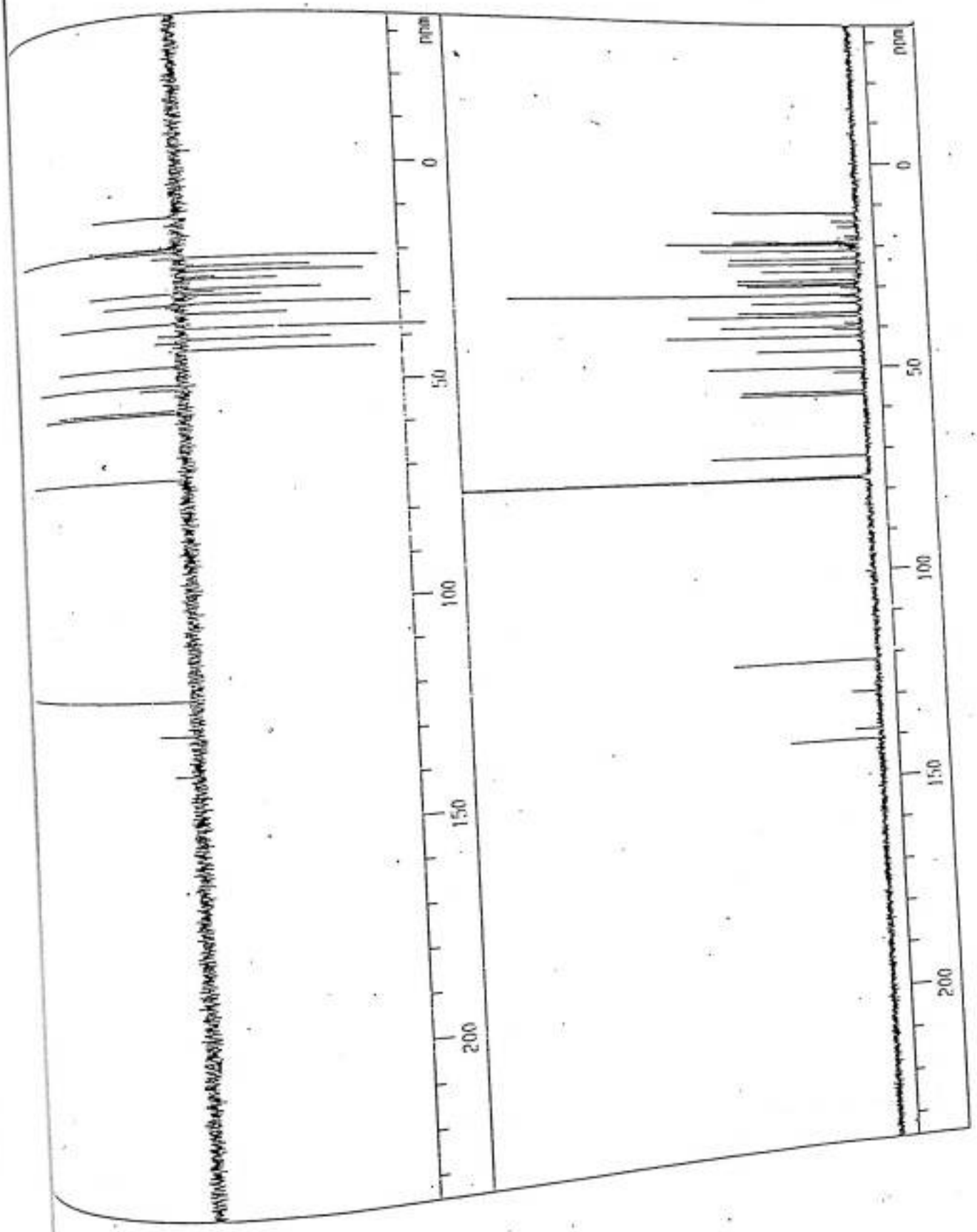
ppm
3.4
3.5
3.6
3.7
0.94
3.4501
3.4992
3.5115
3.5212
3.5310
3.5436
3.5523

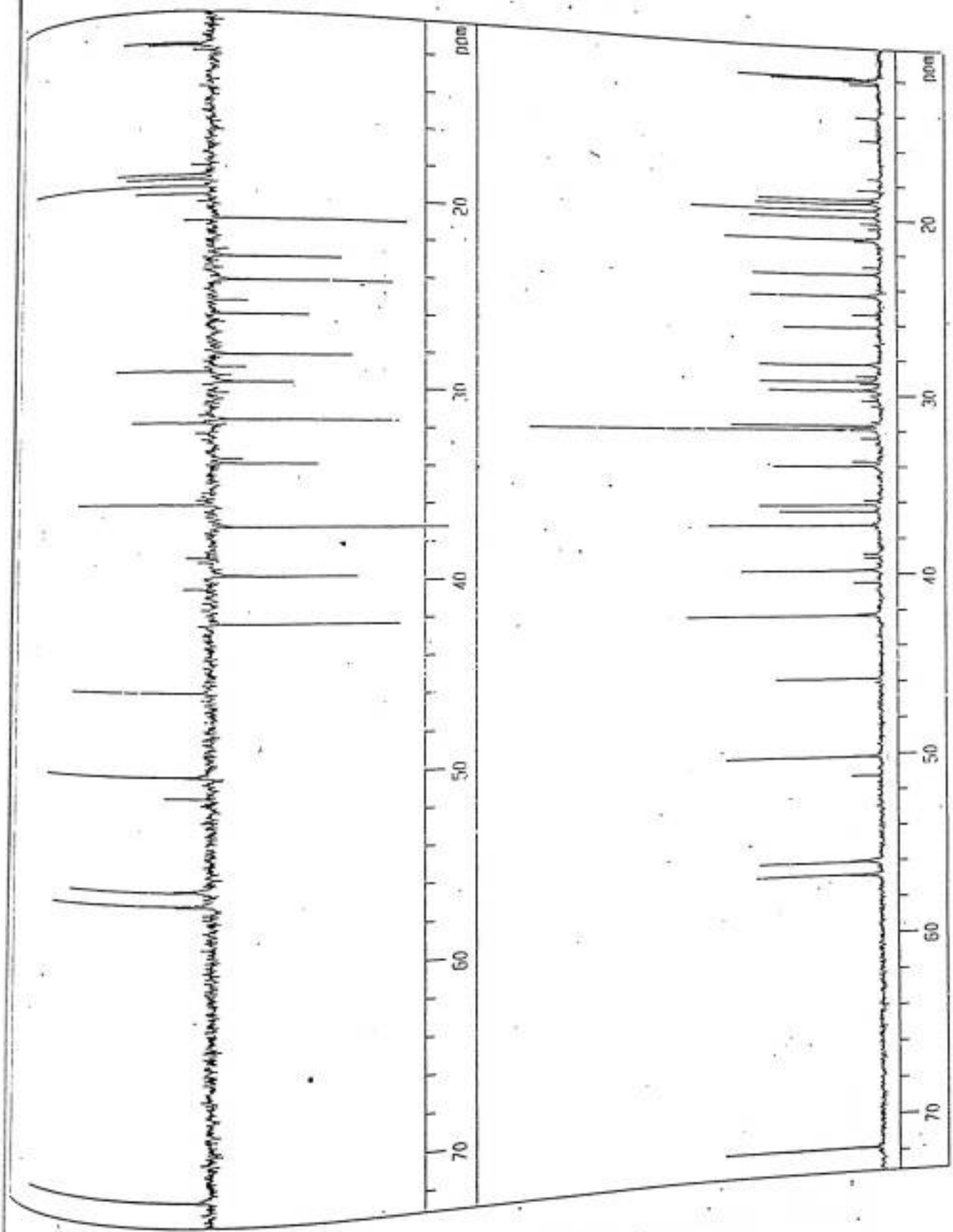
PPM
5.0
5.1
5.2
5.3
5.4
0.30
1.00
4.9947
5.0124
5.0252
5.0429
5.1302
5.1473
5.1607
5.1779
5.3553

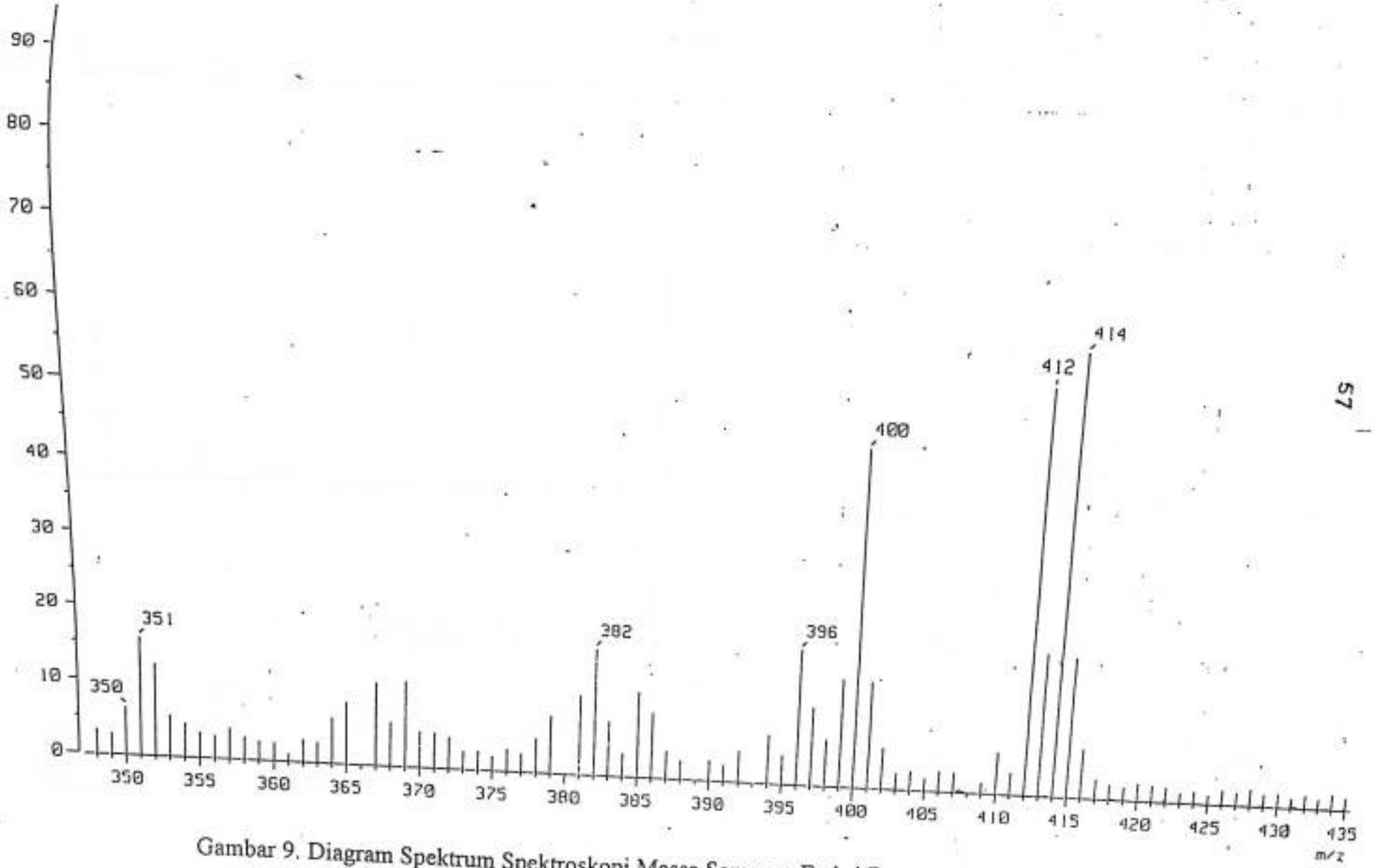


Gambar 8. Diagram Spektrum ^{13}C-NMR Senyawa Fraksi D

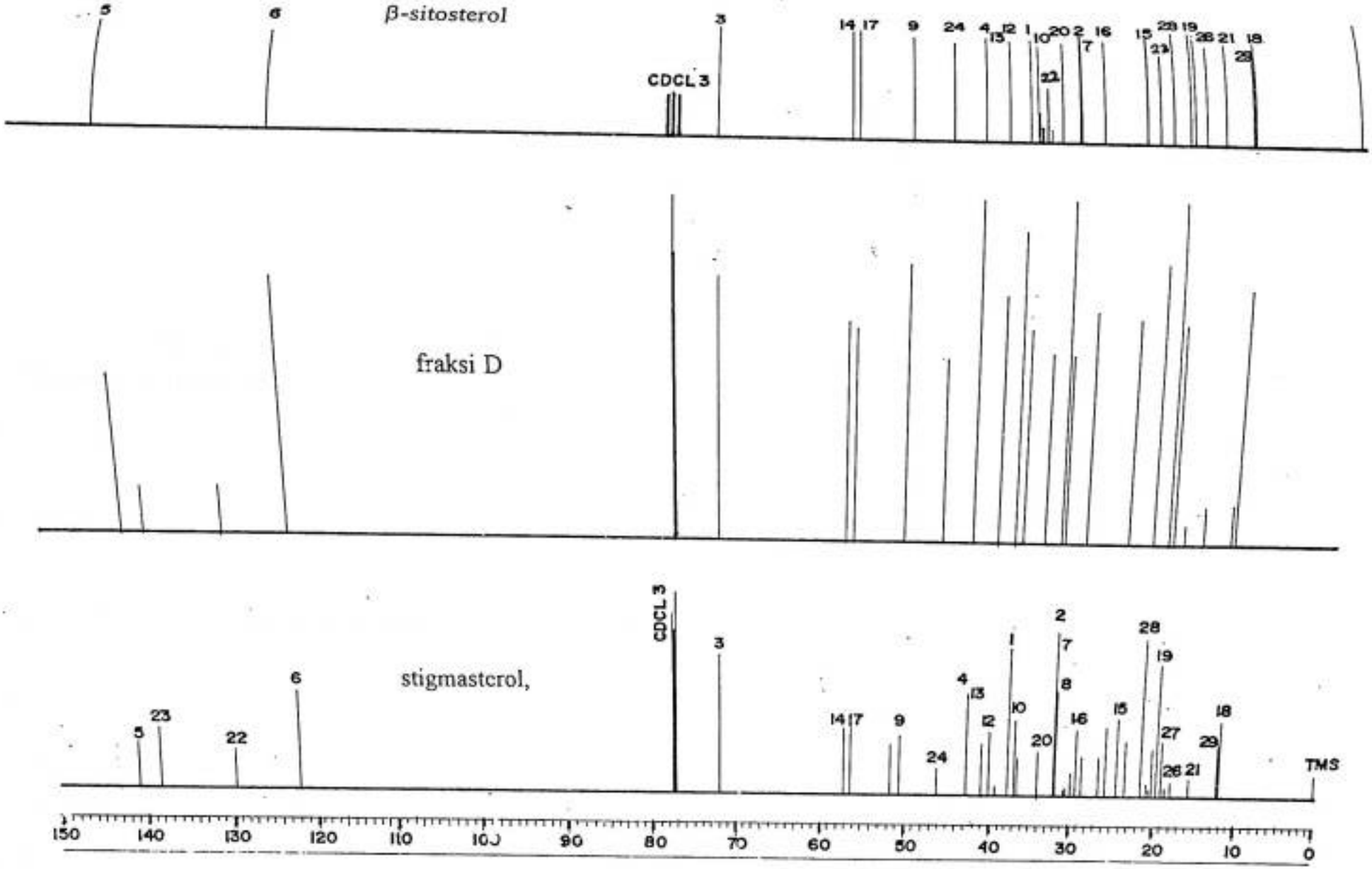

ppm
110
120
130
140
150
121.698
129.299
138.297
149.785
11.853
11.977
12.042
12.232
14.099
15.374
18.253
18.779
19.042
19.388
19.807
21.091
23.081
24.299
25.393
26.116
28.239
28.905
29.172
29.589
31.869
31.515
33.717
33.954
35.143
36.505
37.252
39.689
39.787
40.470
42.313
45.856
50.152
51.237
55.975
58.074
58.773
58.872
71.801
76.745
77.255
ppm
0
20
40
60
80
100


mm
0
50
100
150
200
mm
0
50
100
150
200

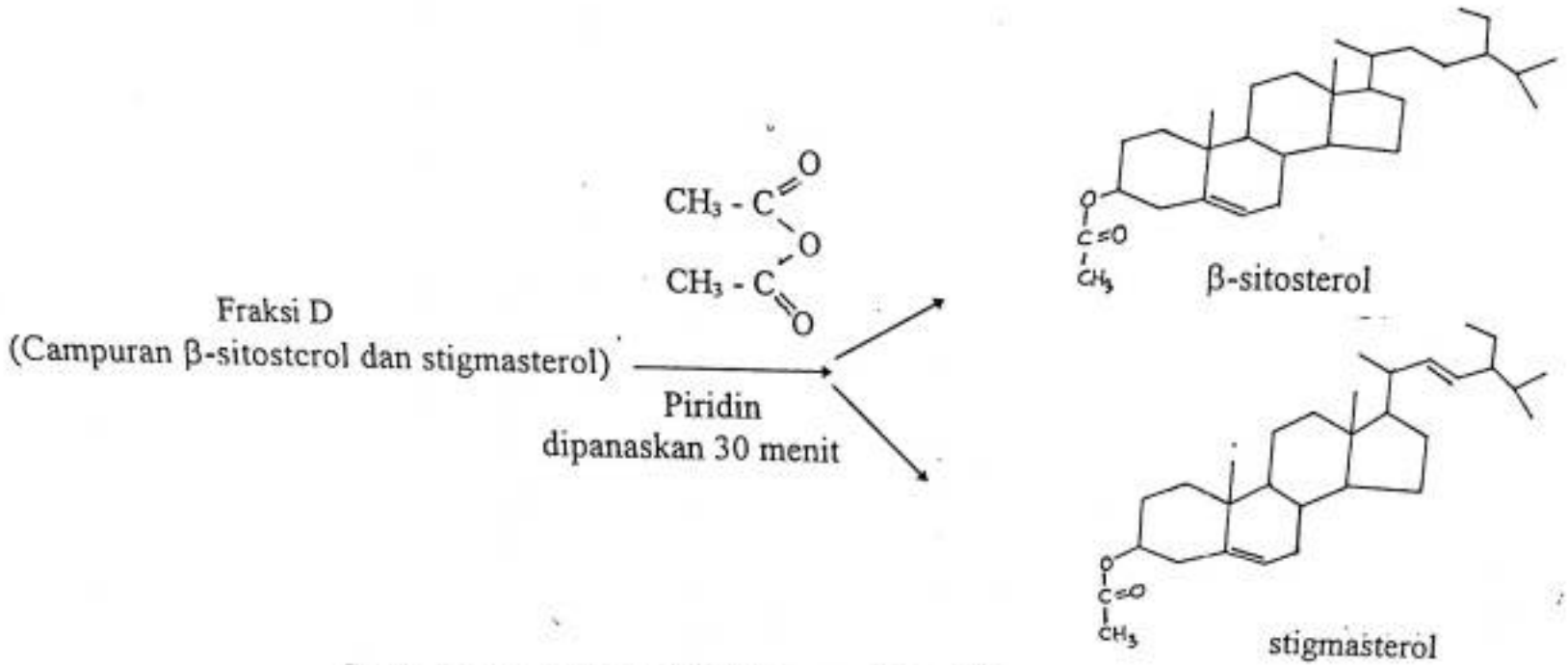

ppm
70
60
50
40
30
20
ppm
70
60
50
40
30
20



Gambar 9. Diagram Spektrum Spektroskopi Massa Senyawa Fraksi D



Gambar 10. Perbandingan "Chemical Shifts" Spektrum ^{13}C-NMR senyawa β-Sitosterol, Stigmasterol dengan Fraksi D



Gambar 11. Reaksi Asetilasi Senyawa Fraksi D

Tabel Ia. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Herba Kacci-kacci

No. Noda	Rf		Warna Noda	
	A	B	A	B
1.	0,75	0,87	merah	merah
2.	0,67	0,81	merah	merah
3.	0,43	0,76	merah	merah
4.		0,69		ungu
5.		0,60		ungu
6.		0,51		transparan
7.		0,43		merah
8.		0,33		merah

Keterangan:

A= Cairan pengelusi kloroform-metanol-air (10 : 6 : 1)

B= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

Penampak noda= Sinar UV 254 nm

Penampak noda= Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng= 7 x 2 cm

Tabel Ib. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Metanol Herba Kacci-kacci

No. Noda	Rf		Warna Noda	
	A	B	A	B
1.	0,75	0,87	coklat	hijau
2.	0,67	0,81	hijau	hijau
3.	0,43	0,76	hijau	kuning
4.		0,69		hijau
5.		0,64		merah
6.		0,60		hijau
7.		0,51		merah ungu
8.		0,43		hijau
9.		0,33		hijau

Keterangan:

A= Cairan pengelusi kloroform-metanol-air (10 : 6 : 1)

B= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

Penampak noda= Asam sulfat 10 %

Penampak noda= Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng= 7 x 2 cm

Tabel IIa. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Dieti Eter Herba Kacci-kacci

No. Noda	Rf		Warna Noda	
	A	B	A	B
1.	0,87	0,86	merah	merah
2.	0,81	0,78	merah	ungu
3.	0,76	0,70	merah	ungu
4.	0,69	0,63	ungu	transparan
5.	0,60	0,52	ungu	merah
6.	0,51	0,41	transparan	merah
7.	0,43		merah	
8.	0,33		merah	

Keterangan:

A= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

B= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (7 : 3)

Penampak noda= Sinar UV 254 nm

Penampak noda= Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng= 7 x 2 cm

Tabel IIb. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-kacci

No. Noda	Rf		Warna Noda	
	A	B	A	B
1.	0,87	0,86	hijau	kuning
2.	0,81	0,78	hijau	hijau
3.	0,76	0,74	kuning	merah ungu
4.	0,69	0,70	hijau	hijau
5.	0,64	0,63	merah ungu	merah ungu
6.	0,60	0,52	hijau	hijau
7.	0,51	0,41	merah ungu	hijau
8.	0,43		hijau	
9.	0,33		hijau	

Keterangan:

A= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

B= Cairan pengelusi benzen-etil asetat (7 : 3)

Penampak noda= Asam sulfat 10 %

Penampak noda= Silika gel G 60 F_{254}

Ukuran lempeng= 7 x 2 cm

Tabel III. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Fraksi-Fraksi dari Kromatografi Kolom Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-kacci.

Fraksi		Rf	Warna Noda
Kode	Nomor Vial		
A	6-17	0,87 0,81 0,76	hijau hijau kuning
B	18-31	0,76 0,69 0,64 0,60	kuning hijau merah ungu hijau
C	32-45	0,60 0,51	hijau merah ungu
D	46-66	0,51	merah ungu
E	67-92	0,51 0,43	merah ungu hijau
F	93-127	0,43 0,33	hijau hijau

Keterangan:
P= Pembanding (ekstrak dietil eter)
A= Fraksi A (vial 6-17)
B= Fraksi B (vial 18-31)
C= Fraksi C (vial 32-45)
D= Fraksi D (vial 46-66)
E= Fraksi F (vial 67-92)
F= Fraksi F (vial 93-127)
Cairan pengelusi= Benzen-etil asetat (15 : 1), (10 : 1), (8 : 2), (7 : 3), (6 : 4), (5 : 5).
Penampak noda = Asam sulfat 10 %
Adsorben = Silika gel G 60 F_{254}
Ukuran lempeng = 7 x 12 cm

Tabel IV. Kromatogram Lapis Tipis Dua Dimensi Fraksi D Ekstrak Dietil Eter Herba Kacci-kacci

Nomor Noda	Rf		Warna Noda	
	I	II	I	II
1.	0,51	0,45	merah ungu	merah ungu

Keterangan:

I = Cairan pengelusi benzen-etil asetat (8 : 2)

II = Cairan pengelusi heksan-etil asetat (8 : 2)

Penampak noda = Asam sulfat 10 %

Adsorben = Silika gel G F_{254}

Ukuran lempeng = 7 x 7 cm

Tabel V. Nilai Rf Kromatogram Lapis Tipis Senyawa Fraksi D Setelah Asetilasi

Nomor Noda	Rf		Warna Noda	
	A	B	A	B
1	0,51	0,65	merah ungu	merah ungu
2		0,89		merah ungu

Keterangan:

A = Senyawa fraksi D sebelum diasetilasi

B = Senyawa fraksi D setelah diasetilasi

Penampak noda = Asam sulfat 10 %

Adsorben = Silika gel G F_{254}

Ukuran lempeng = 7 x 2 cm

Tabel VI. Perbandingan "Chemical Shifts" Spektrum ^{13}C-NMR Senyawa β-Sitosterol dan Stigmasterol dengan Senyawa Fraksi D.

Kedudukan Karbon	Chemical Shifts (ppm)		
	β-Sitosterol	Stigmasterol	Senyawa Fraksi D
C_1	37,27	37,26	37,26
C_2	31,94	31,91	31,92
C_3	71,78	71,78	71,80
C_4	42,36	42,29	42,31
C_5	140,36	140,75	140,76
C_6	121,68	121,69	121,69
C_7	37,94	39,68	39,69
C_8	31,65	31,65	31,67
C_9	50,19	50,16	50,15
C_{10}	36,50	36,5	36,51
C_{11}	21,12	21,21	21,09
C_{12}	39,78	39,78	39,79
C_{13}	42,36	42,29	42,31
C_{14}	56,80	56,87	56,87
C_{15}	26,15	26,08	26,12
C_{16}	29,19	29,15	29,18
C_{17}	56,10	56,06	56,07
C_{18}	11,87	11,85	11,85
C_{19}	19,83	19,81	19,81
C_{20}	33,99	33,95	33,96
C_{21}	19,07	19,89	19,04
C_{22}	36,15	129,26	36,14/ 129,29
C_{23}	23,11	138,31	23,08/ 138,30
C_{24}	45,87	45,82	45,86
C_{25}	28,25	28,25	28,24
C_{26}	18,84	19,04	18,78
C_{27}	19,42	19,39	19,39
C_{28}	24,34	24,35	24,30
C_{29}	11,99	11,98	11,98

LAMPIRAN A

Foto Tumbuhan, Kacci – kacci (*Rumex sagittatus* Thunb)

(Skala 1 : 5)

LAMPIRAN B

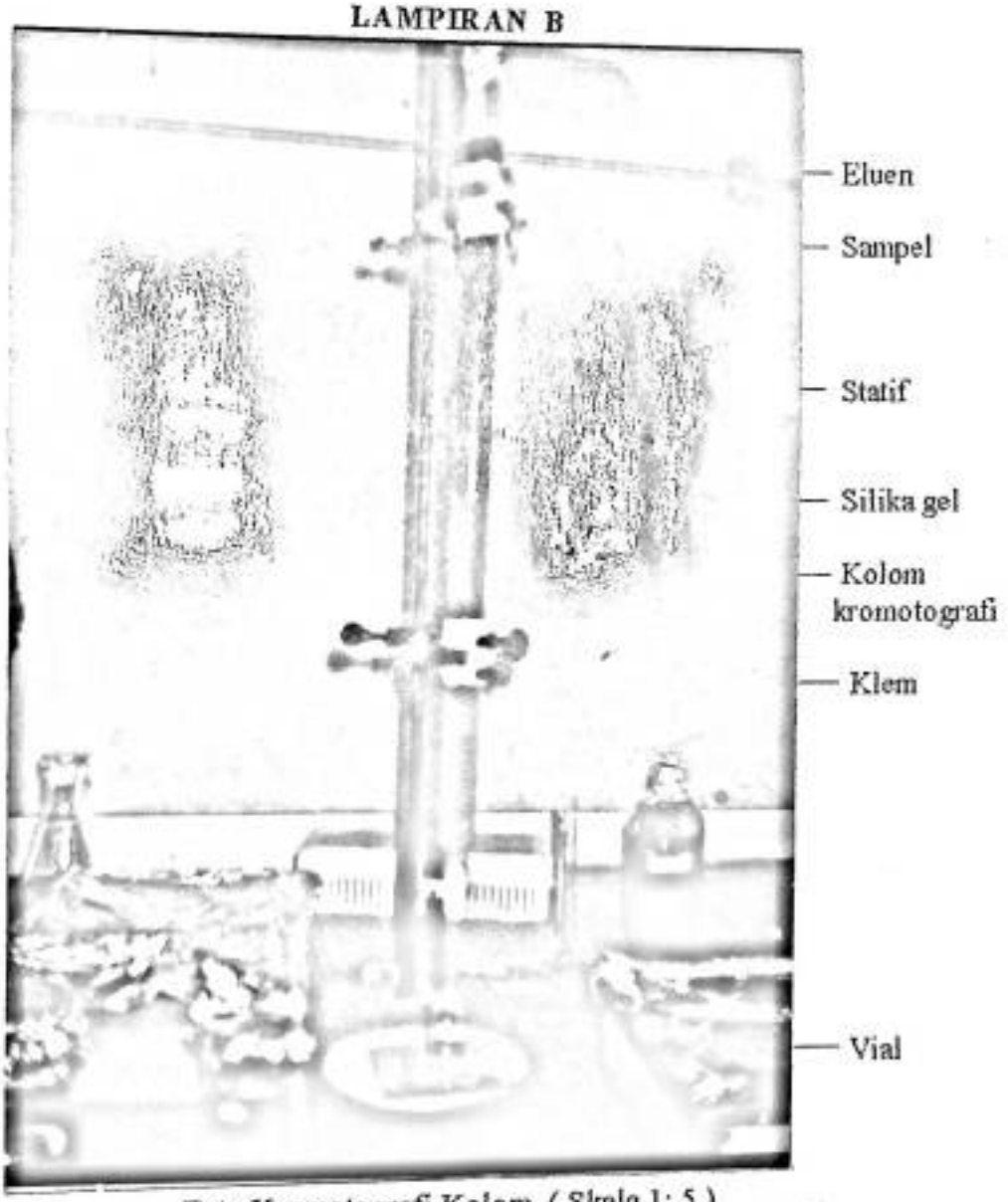


Foto Kromatografi Kolom (Skala 1: 5)