ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF SENYAWA SIKLOARTAN DALAM DAUN PALIASA (Kleinhovia hospita Linn.) SECARA KLTDENSITOMETRI

QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF CYCLOARTANE COMPOUNDS IN PALIASA (Kleinhovia hospita Linn.) LEAVES BY TLC-DENSITOMETRY

DELLA ASMAYANI N011 19 1017



PROGRAM STUDI FARMASI FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS HASANUDDIN MAKASSAR 2023

ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF SENYAWA SIKLOARTAN DALAM DAUN PALIASA (Kleinhovia hospita Linn.) SECARA KLTDENSITOMETRI

QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF CYCLOARTANE COMPOUNDS IN PALIASA (Kleinhovia hospita Linn.) LEAVES BY TLC-DENSITOMETRY

DELLA ASMAYANI N011 19 1017



PROGRAM STUDI FARMASI FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS HASANUDDIN MAKASSAR 2023

ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF SENYAWA SIKLOARTAN DALAM DAUN PALIASA (*Kleinhovia hospita* Linn.) SECARA KLT-DENSITOMETRI

QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF CYCLOARTANE COMPOUNDS IN PALIASA (*Kleinhovia hospita* Linn.) LEAVES BY TLC-DENSITOMETRY

SKRIPSI

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

DELLA ASMAYANI N011 19 1017

PROGRAM STUDI FARMASI FAKULTAS FARMASI UNIVERSITAS HASANUDDIN MAKASSAR 2023

ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF SENYAWA SIKLOARTAN DALAM DAUN PALIASA (Kleinhovia hospita Linn.) SECARA KLT-DENSITOMETRI

DELLA ASMAYANI

N011 19 1017

Disetujui oleh:

Pembimbing Utama

Pembimbing Pendamping

Abdul Rahim, S.Si., M.Si., Ph.D., Apt.

NIP. 19771111 200812 1 001

Aminullah, S.Si., M.Pharm.Sc., Apt. NIP. 19821002 200912 1 004

Pada tanggal 12 Juli 2023

SKRIPSI

ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF SENYAWA SIKLOARTAN DALAM DAUN PALIASA (Kleinhovia hospita Linn.) SECARA KLT-**DENSITOMETRI**

QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF CYCLOARTANE COMPOUNDS IN PALIASA (Kleinhovia hospita Linn.) LEAVES BY **TLC-DENSITOMETRY**

Disusun dan diajukan oleh:

DELLA ASMAYANI N011 19 1017

telah dipertahankan di depan panitia Ujian Skripsi Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin pada tanggal 27 Juni 2023 dan dinyatakan telah memenuhi syarat

Menyetujui,

Pembimbing Utama

Pembimbing Pendamping

Abdul Rahim, S.Si., M.Si., Ph.D., Apt.

NIP. 19771111 200812 1 001

Aminullah, S.Si., M.Pharm.Sc., Apt.

NIP. 19821002 200912 1 004

Wakil Dekan Bidang Akademik & Kemahasiswaan, Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin

Ph.D., Apt. Abdul Rahim, S.Si

NIP. 19771111 200812 1 001

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama

: Della Asmayani

NIM

: N011 19 1017

Program Studi

: Farmasi

Jenjang

: S1

Dengan ini saya menyatakan bahwa skripsi ini benar-benar adalah hasil karya saya sendiri, tidak terdapat karya yang pernah diajukan untuk memperoleh gelar kesarjanaan di suatu Perguruan Tinggi, dan sepanjang pengetahuan saya juga tidak terdapat karya atau pendapat yang pernah ditulis atau diterbitkan oleh orang lain, kecuali yang secara tertulis diacu dalam naskah ini dan disebutkan dalam daftar pustaka.

Apabila di kemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan bahwa pernyataan saya ini tidak benar, maka skripsi dan gelar yang diperoleh batal demi hukum.

Makassar, 12 Juli 2023

Yang menyatakan

Della Asmayani N011 19 1017

UCAPAN TERIMA KASIH

Alhamdulillah, tiada kata yang lebih patut diucapkan oleh seorang hamba yang beriman selain ucapan puji syukur ke hadirat Allah Subhanallah Wata'ala, Tuhan yang Maha Mengetahui, pemilik segala ilmu, karena atas petunjuk-Nya maka skripsi ini dapat diselesaikan.

Sungguh banyak kendala yang penulis hadapi dalam rangka penyusunan skripsi ini, namun berkat dukungan dan bantuan berbagai pihak, akhirnya penulis dapat melewati kendala-kendala tersebut. Oleh karen aitu, penulis dengan tulus menghanturkan banyak terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada:

- Bapak Abdul Rahim S.Si., M.Si., Ph.D., Apt. selaku pembimbing utama dan Bapak Aminullah, S.Si., M.Pharm.Sc., Apt. selaku pembimbing pendamping yang telah meluangkan waktu dan tenaga, membimbing, mengarahkan serta memberi motivasi dan masukan kepada penulis selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
- Prof. Dr. Gemini Alam, M.Si., Apt dan Ibu Nurhasni Hasan, S.Si., M.Si.,
 M.Pharm., Ph.D., Apt. selaku penguji atas saran dan masukannya demi hasil penelitian yang maksimal
- Dekan dan para wakil dekan yang senantiasa memberikan fasilitas serta pendidikan kepada penulis dalam menunjang proses penyelesaian skripsi.

- 4. Prof. Dr. Elly Wahyudin, DEA., Apt. selaku dosen penasihat akademik yang senantiasa memberikan dukungan dan motivasi dalam proses studi hingga penyelesaian skripsi.
- Para Dosen Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin yang senantiasa memberikan ilmu, motivasi, dan fasilitas dalam menunjang proses penyelesaian skripsi.
- 6. Seluruh staf Fakultas Farmasi atas segala fasilitas yang diberikan selama penulis menempuh studi hingga menyelsaikan penelitian ini.
- 7. Orang tua tercinta, Bapak Dasman dan Ibu Mayang yang senantiasa memberikan doa, dukungan yang begitu besar dan restu kepada penulis, serta adik tercinta Difa Ramdani dan keluarga besar tercinta yang telah memberikan dukungan moril dan doa yang tiada hentinya.
- Teman-teman terdekat selama masa perkuliahan, Putri Ardinasrayanti,
 dan Zahra Aranda Rizal untuk bantuan, doa dan semangat yang diberikan.
- 9. Demikian pula penulis menyampaikan terima kasih kepada temanteman angkatan 2019 Farmasi (DEX19EN) atas dukungan, motivasi, dan bantuan dalam penyusunan skripsi. Serta kepada seluruh pihak yang telah membantu namun tidak sempat disebutkan namanya satu persatu. Semoga semua kebaikan yang diberikan mendapatkan balasan yang berlipat ganda.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini masih memiliki kekurangan. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan saran dan

tanggapan dari berbagai pihak.

Semoga karya ini dapat bermanfaat bagi pengembangan ilmu

pengetahuan kedepannya.

Makassar, 12 Juli 2023

Della Asmayani

viii

ABSTRAK

DELLA ASMAYANI. Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Senyawa Sikloartan dari Daun Paliasa (*Kleinhovia hospita* Linn.) secara KLT-Densitometri (dibimbing oleh Abdul Rahim dan Aminullah).

Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.) merupakan tanaman obat tradisional yang dimanfaatkan untuk mengobati berbagai penyakit seperti hepatitis, kanker hati, gastritis, hipertensi, dan kadar kolesterol yang tinggi. Senyawa metabolit sekunder yang berhasil diisolasi diantaranya adalah sikloartan yang memiliki beberapa aktifitas biologis, khususnya sebagai antiproliferatif terhadap beberapa jenis kanker. Adapun tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui analisis kualitatif dan kuantitatif senyawa sikloartan dalam daun paliasa (K. hospita) dengan menggunakan metode KLT-Densitometri. Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi menggunakan pelarut n-heksan. Hasil ekstraksi diperoleh persen rendemen sebesar 1,789% b/b. Berdasarkan analisis yang dilakukan diperoleh kadar rata-rata senyawa sikloartan yang terdapat dalam ekstrak n-heksan K. hospita sebesar 0,019% b/b ± 0,001. Metode yang digunakan kemudian divalidasi dan diperoleh hasil linearitas dengan koefisien korelasi sebesar 0,997; LOD 1,341 µg/mL dan LOQ 4,470 µg/mL; akurasi dengan nilai percent recovery 29,12-108,24%; dan presisi dengan simpangan baku relatif (RSD) yaitu 7,32%.

Kata Kunci: Analisis kualitatif, Analisis kuantitatif, *Kleinhovia hospita* Linn., KLT-Densitometri, Sikloartan, Validasi

ABSTRACT

Della Asmayani. Qualitative and Quantitative Analysis of Cycloartane Compounds in Paliasa (*Kleinhovia hospita* Linn.) Leaves by TLC-Densitometry

Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.) is a traditional medicinal plant that is used to treat various diseases such as hepatitis, liver cancer, gastritis, hypertension, and high cholesterol levels. The secondary metabolites that have been isolated include cycloartane which has several biological activities, particularly as an antiproliferative against several types of cancer. The purpose of this study was to determine the qualitative and quantitative analysis of cycloartane compounds in paliasa (K. hospita) leaves using the TLC-Densitometry method. Extraction was carried out by maceration method using n-hexane solvent. The extraction results obtained a yield percent of 1,789% w/w. Based on the analysis performed, it was obtained that the average level of cycloartane compounds contained in the n-hexane extract of K. hospita was 0.019% w/w \pm 0.001. The method used was then validated and the results obtained were linearity with a correlation coefficient of 0,997; LOD 1,341 µg/mL and LOQ 4,470 µg/mL; accuracy with a percent recovery value of 29,12-108,24%; and precision with a relative standard deviation (RSD) of 7,32%.

Keyword: Cycloartane, Kleinhovia hospita Linn., Qualitative analysis, Quantitative analysis, TLC-Densitometry, Validation

DAFTAR ISI

	halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	vi
ABSTRAK	ix
ABSTRACT	х
DAFTAR ISI	xi
DAFTAR TABEL	xiv
DAFTAR GAMBAR	XV
DAFTAR LAMPIRAN	xvii
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	4
I.3 Tujuan Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
II.1 Tanaman Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.)	5
II.1.1 Taksonomi Tanaman	5
II.1.2 Morfologi Tanaman	6
II.1.3 Kandungan Senyawa	6
II.1.4 Manfaat Tanaman Paliasa	7
II.2 Simplisia	8
II.2.1 Pengertian Simplisia	8
II.2.2 Jenis-Jenis Simplisia	8
II.3 Ekstraksi	10

II.3.1 Definisi Ekstrak dan Ekstraksi	10
II.3.2 Prinsip Ekstraksi	10
II.3.3 Jenis-Jenis Ekstrak	11
II.3.4 Metode-Metode Ekstraksi	11
II.4 Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri	16
II.4.1 Kromatografi Lapis Tipis	16
II.4.2 Densitometri	17
II.5 Analisis Senyawa	17
II.5.1 Analisis Kualitatif	17
II.5.2 Analisis Kuantitatif	18
II.6 Senyawa Sikloartan	18
II.7 Validasi Metode	19
II.7.1 Akurasi	20
II.7.2 Presisi	21
II.7.3 Linieritas	21
II.7.4 LOD (Limit of Detection) dan LOQ (Limites of Quantification)	22
BAB III METODE PENELITIAN	23
III.1 Alat dan Bahan	23
III.2 Metode Kerja	23
III.2.1 Pengumpulan dan Penyiapan Sampel	23
III.2.2 Ekstraksi dan Penguapan Sampel	24
III.2.3 Penentuan Bobot dan Rendemen (%) Ekstrak	24
III.2.4 Pembuatan Larutan Uji/Sampel	24

III.2.5 Pembuatan Larutan Stok Sikloartan	24
III.2.6 Pembuatan Larutan Seri Baku Sikloartan	25
III.2.7 Analisis Kromatografi Lapis Tipis	25
III.2.8 Analisis KLT-Densitometri	26
III.2.9 Pengumpulan Data dan Analisis Data	26
III.2.10 Pembahasan dan Hasil Kesimpulan	27
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	28
IV.1 Ekstraksi	28
IV.2 Analisis Kualitatif	28
IV.3 Analisis Kuantitatif	30
IV.4 Validasi Metode Analisis	32
IV.4.1 Linearitas	32
IV.4.2 LOD (Limit of Detection) dan LOQ (Limites of Quantification)	34
IV.4.3 Akurasi	34
IV.4.4 Presisi	35
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN	37
V.1 Kesimpulan	37
V.2 Saran	37
DAFTAR PUSTAKA	38
LAMPIRAN	43

DAFTAR TABEL

Tab	pel	halaman
1.	Kriteria rentang recovery yang dapat diterima	20
2.	Persen kadar senyawa sikloartan dalam sampel	31
3.	Hasil uji linearitas	33
4.	Hasil perhitungan LOD dan LOQ	34
5.	Hasil perhitungan akurasi	35
6.	Hasil perhitungan presisi	36

DAFTAR GAMBAR

Gamb	par	halaman
1.	Kleinhovia hospita Linn.	5
2.	Proses maserasi	12
3.	Alat sokhlet	13
4.	Alat perkolasi	13
5.	Rangkaian alat refluks	14
6.	Rangkaian alat Ultrasound Assisted Extraction	15
7.	Aparatus Microwave Assisted Extraction	16
8.	Instrumen densoitometri	17
9.	Struktur senyawa sikloartan	19
10.	Profil KLT Kleinhovia hospita Linn.	29
11.	Profil densitogram senyawa sikloartan	30
12.	Profil densitogram senyawa sikloartan dalam daun paliasa	30
13.	Profil densitogram ekstrak Kleinhovia hospita Linn.	31
14.	Kurva baku senyawa sikloartan	33
15.	Densitogram kurva baku senyawa sikloartan	45
16.	Densitogram linearitas	51
17.	Densitogram LOD dan LOQ	51
18.	Densitogram akurasi	53
19.	Densitogram presisi	55
20.	Penimbangan sampel	57
21.	Pencucian sampel	57

22.	Pengeringan sampel	57
23.	Penghalusan simplisa	57
24.	Pengayakan simplisia	57
25.	Penimbangan simplisia	57
26.	Proses maserasi	58
27.	Penyaringan	58
28.	Penguapan pelarut	58
29.	Penguapan pelarut di atas penangas air	58
30.	Penimbangan ekstrak	58
31.	Penotolan ekstrak dan baku	58
32.	Proses elusi	59
33.	Penyemportan reagen H ₂ SO ₄	59
34.	Profil KLT kurva baku senyawa sikloartan	59
35.	Profil KLT Kleinhovia hospita Linn.	59
36.	Profil KLT LOD dan LOQ senyawa sikloartan	60
37.	Profil KLT presisi senyawa sikloartan	60
38.	Profil KLT akurasi senyawa sikloartan	60

DAFTAR LAMPIRAN

La	mpiran	halamar
1.	Skema Kerja	43
2.	Perhitungan rendemen ekstrak	44
3.	Profil KLT-Densitometri	45
4.	Perhitungan kadar senyawa sikloartan	50
5.	Validasi metode	51
6.	Dokumentasi penelitian	57

BABI

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Perkembangan obat tradisional di Indonesia menunjukkan adanya kemajuan yang mengarah pada upaya untuk dapat memasuki jalur pelayanan kesehatan formal (Fikayuniar, 2022). Berdasarkan hasil penelitian Riset Tumbuhan Obat dan Jamu (RISTOJA) oleh Kementerian Kesehatan terdapat 19.738 tumbuhan yang dapat digunakan dalam pengobatan dengan sekitar 1.740 jenis dari 211 suku yang diidentifikasi hingga ketingkat spesies untuk dapat memperoleh senyawa bioaktifnya (Widaryanto dan Azizah, 2018).

Penelitian senyawa bioaktif yang berasal dari bahan-bahan alam mengalami perkembangan pesat saat ini. Hal ini dikarenakan adanya anggapan bahwa bahan alam lebih menyehatkan dibanding produk sintetis (Sutrisna, 2016). Senyawa bioaktif merupakan kelompok senyawa yang berasal dari golongan karotenoid, fenolat, alkaloid, senyawa yang mengandung nitrogen dan senyawa sulfur-organik. Senyawa bioaktif berperan penting dalam kehidupan manusia yaitu sebagai antioksidan, antikanker, antiinflamasi, immunomodulator, antibakteri, dan lain sebagainya. Salah satu tumbuhan yang memiliki potensial yang besar yaitu paliasa (Dewi dkk, 2022).

Paliasa (*Kleinhovia hospita* Linn.) merupakan tanaman perdu dengan daun hijau yang tumbuh secara alami di Sulawesi Selatan (Yunita

dkk, 2019). Tumbuhan dengan suku *Malvaceae* ini terdiri dari dua jenis yaitu *Kleinhovia hospita* Linn. dan *Melochia umbellata* (Houtt.) (Nusan dkk, 2018). Dibeberapa daerah, daun Paliasa terutama jenis *Kleinhovia hospita* Linn. telah dimanfaatkan untuk mengobati berbagai penyakit seperti hepatitis, kanker hati, gastritis, hipertensi, dan kadar kolesterol yang tinggi. Dalam penelitian yang pernah dilakukan, paliasa mengandung senyawa alkaloid, terpenoid, triterpenoid, kumarin, steroid, dan asam lemak. Salah satu senyawa golongan triterpenoid yang ditemukan pada daun paliasa yaitu senyawa sikloartan yang menunjukkan aktivitas antiproliferatif (Rahim, et al. 2018).

Senyawa sikloartan banyak ditemukan pada tumbuhan dan alga. Senyawa ini menunjukkan berbagai aktivitas biologis, seperti sitotoksik, antimikroba, anti-HIV, antituberkulosis, hepatoprotektif, dan efek antifeedant (Rahman, 2014). Sikloartan juga dilaporkan memiliki efek kemopreventif dan aktifitas antiproliperatif terhadap beberapa sel kanker (Rahim, et al. 2018). Dengan aktivitas farmakologi yang sangat menjanjikan tersebut, maka senyawa sikloartan sangat potensial untuk dijadikan sebagai kandidat obat baru maupun sebagai senyawa marker.

Beberapa metode telah dikembangkan untuk melakukan analisis bahan kimia pada tanaman/obat antara lain, Kromatografi Lapis Tipis (KLT), Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT), kromatografi kolom, dan kromatografi gas. Pada penelitian sebelumnya telah dilakukan penelitian tentang senyawa sikloartan menggunakan beberapa instrumen seperti

HPLC, H-NMR, C-NMR, dan GC-MS. Akan tetapi, hasil instrumen seperti H-NMR, C-NMR dan GC-MS tidak dapat digunakan untuk menetukan kadar analit yang ada dalam sampel, sedangkan instrumen HPLC dapat digunakan untuk menetukan kadar suatu senyawa dalam sampel tetapi memerlukan biaya yang relatif mahal, waktu yang lama untuk optimasi instrumen agar mendapatkan hasil yang baik, laju alir, fase diam dan fase gerak yang digunakan juga mempengaruhi bentuk kromatogram dan waktu retensi yang diperoleh (Rahmasari, 2020).

Metode KLT-Densitometri sering digunakan karena termasuk metode yang efisien dalam hal waktu, mudah dilakukan, selektif, dan penggunaan biaya yang lebih sedikit sehingga banyak digunakan untuk menganalisis bahan kimia pada tanaman/obat (Haneef, et al. 2013; Adamovics, et al. 1997). Metode KLT-Densitometri juga lebih sederhana dalam penggunaan peralatannya, reagen yang digunakan sensitif, menggunakan fase gerak yang lebih sedikit, serta proses deteksi bersifat lebih statis (Abdul, 2009).

Sampai saat ini, belum ada data yang menunjukkan tentang analisis senyawa sikloartan pada daun *K. hospita* menggunakan KLT-Densitometri. Berdasarkan uraian diatas, maka penelitian ini dilakukan untuk menganalisis baik secara kualitatif maupun kuantitatif senyawa sikloartan dalam ekstrak daun *K. hospita* menggunakan metode densitometri.

I.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang di atas, maka masalah yang dapat dirumuskan adalah :

- Bagaimana analisis kualitatif senyawa sikloartan dalam daun Paliasa
 (K. hospita) secara KLT-Densitometri?
- Bagaimana analisis kuantitatif senyawa sikloartan dalam daun Paliasa
 (K. hospita) secara KLT-Densitometri ?

I.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini yaitu untuk:

- Untuk mengetahui analisis kualitatif senyawa sikloartan dalam daun Paliasa (K. hospita) secara KLT-Densitometri.
- Untuk mengetahui analisis kuantitatif senyawa sikloartan dalam daun Paliasa (K. hospita) secara KLT-Densitometri

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Tanaman Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.)

II.1.1 Taksonomi Tanaman

Kerajaan : Plantae

Divisi : Magnoliophyta

Kelas : Magnoliopsida

Ordo : Malvales

Suku : Malvaceae

Marga : Kleinhovia

Jenis : Kleinhovia hospita Linn. (USDA, 2023).



Gambar 1. Daun Paliasa (Kleinhovia hospita Linn.) (Dokumentasi pribadi)

II.1.2 Morfologi Tanaman

Pohon paliasa (*K. hospita*) tumbuh dengan tinggi antara 5-20 meter. Batang berwarna kelabu dengan ranting berwarna abu-abu kehijauan. Daun paliasa memiliki tangkai yang panjang dengan ukuran 3-5 x 5-10 cm. Helaian daunnya berbentuk seperti jantung dengan lebar 4,5-27 cm dan panjang 3-24 cm memiliki pangkal yang bertulang dan daun menjari. Bunga paliasa berkumpul dalam satu rangkaian di ujung ranting, memiliki rambut halus dan daun pelindungnya berbentuk oval. Kelopak bunga bertaju lima, berbentuk lanset dengan ukuran 6-19 mm dengan warna merah muda. Buah paliasa berbentuk seperti pir, bertaju lima, panjang sekitar 2 cm, berwarna merah kehijauan dan menggantung. Biji paliasa berbentuk bulat dengan diameter 1,5-2 mm, berwarna hitam atau coklat gelap (Paramita, 2016).

II.1.3 Kandungan Senyawa

Tumbuhan paliasa (*K. hospita*) mengandung senyawa kimia berupa saponin, cardenolin, bufadienol, antrakinon, scopoletin, keampferol, quercetin, serta senyawa sianogenik. Penelitian sebelumnya melaporkan bahwa daun paliasa mengandung senyawa sikloartan dari golongan triterpenoid. Selain itu, daun dan kulit paliasa juga mengandung senyawa sianogen (Raflizar et al. 2006; Li et al. 2009).

Pada penelitian yang lain juga menyebutkan bahwa terdapat beberapa senyawa yang telah berhasil diisolasi dari daun *K. hospita* yaitu beberapa asam lemak dengan cincin siklopropenilik seperti scopoletin,

kaempferol dan quercetin, senyawa eleutherol dan kaempferol 3-O-B-Dglucoside (Latiff, 1997; Arung et al., 2012). Pada bagian kulit batang dan akar dari *K. hospita* juga terdapat beberapa jenis senyawa yang berhasil diisolasi seperti dua triterpenoid, yaitu 2,3-dihidroksi12-oleanen-28-oat dan 2-hidroksi-12- oleanen-28-oat; senyawa golongan terpenoid turunan lupeol; dan beta sitosterol (Soekamto et al., 2010; Dini, 2008; Nurhidayah et al., 2013)

Selain itu juga ditemukan beberapa senyawa yang berhasil diisolasi dari K. hospita seperti enam macam pentacyclic triterpenoid dan lima jenis steroid C29, cycloartane triterpenoid empat macam alkaloid (Kleinhospitines A, B, C dan D) (Mo et al., 2014; Zhou et al., 2013; Gan et al., 2009). Penelitian lain juga menemukan adanya 4-hydroxy cinnamamide yang berhasil diisolasi dari ekstrak etil asetat kulit akar K. hospita. Senyawa ini memiliki pola struktur fenilpropanoid (golongan fenolik), dengan demikian K. hospita termasuk tumbuhan yang mengandung senyawa fenol, sehingga spesies ini merupakan salah satu sumber senyawa kimia yang unik (Ilyas, 2014). Penelitian terbaru yang dilakukan oleh Rahim et. al (2018) berhasil mengisolasi senyawa Kleinhospitine E dan senyawa sikloartan yang berasal dari daun paliasa jenis K. hospita.

II.1.4 Manfaat Tanaman Paliasa

Bagian tanaman paliasa banyak dimanfaatkan sebagai obat diberbagai daerah di Indonesia. Inti batang pohon paliasa (*K. hospita*) digunakan untuk mengobati radang paru-paru di daerah Papua Nugini dan

Kepulauan Solomon, sementara itu daunnya digunakan sebagai obat cuci mata dan dapat menghilangkan kutu rambut (Latiff, 1997). Daun paliasa juga digunakan secara tradisional sebagai obat untuk sakit kuning atau hepatitis dan memiliki nilai manfaat yang tinggi sebagai bahan pelengkap yang digunakan dalam ritual adat dan keagamaan masyarakat Sulawesi Selatan (Tayeb et al., 2014; Wahyuni et al., 2017).

Masyarakat di Lombok Utara, Karangasem dan Timor Tengah Selatan, memanfaatkan tumbuhan ini paliasa untuk menurunkan kadar kolesterol (Wahyuni dan Krisnawati, 2014). Masyarakat etnis Moronene di Bombana, Sulawesi Tenggara memanfaatkan daunnya untuk mengobati sakit kepala dan untuk mengurangi asam lambung yang berlebihan (Siharis dan Fidrianny, 2016). Selain itu, di pulau Wawonii, Sulawesi Tenggara daun paliasa yang dicampur dengan akar alang-alang berkhasiat sebagai obat tekanan darah tinggi atau penyakit dalam (Rahayu et al., 2006).

II.2 Simplisia

II.2.1 Pengertian Simplisia

Simplisia merupakan istilah yang digunakan untuk bagian-bagian tanaman atau bahan alam yang masih dalam bentuk aslinya atau belum mengalami perubahan bentuk apapun dan dimanfaatkan sebagai bahan obat. Simplisia dapat berupa bahan kering atau serbuk dari bahan yang telah dikeringkan (Saputri, 2021).

II.2.2 Jenis-Jenis Simplisia

Berdasarkan sumbernya, simplisia dibedakan menjadi 3 jenis, yaitu:

1. Simplisia Nabati

Simplisia nabati adalah simplisia yang dapat berupa tanaman utuh, bagian tanaman atau eksudat tanaman atau gabungan antara ketiganya. Eksudat tanaman merupakan isi sel yang secara spontan keluar dari tanaman atau dengan cara tertentu sengaja dikeluarkan dari selnya atau zat-zat nabati lainnya yang dengan cara tertentu dipisahkan dari tanamannya dan belum berupa zat kimia murni. Simplisia nabati dibedakan menjadi lima, yaitu simplisia rimpang, simplisia akar, simplisia biji, simplisia daun, dan simplisia batang. Contoh simplisia nabati, yaitu akar manis (*Glycyrhizae radix*), kulit kina (*Cinchona cortex*), dan masih banyak lagi (Pertiwi dan Septi, 2022).

2. Simplisia hewani

Simplisia hewani adalah simplisia yang dapat berupa hewan utuh, Sebagian hewan dan zat-zat berguna lainnya yang dihasilkan oleh hewan, tetapi bukan berupa zat kimia murni. Contoh simplisia hewani yaitu minyak ikan (*Oleum iecorisaselli*), madu lebah (*Mel depuratum*), lemak bulu domba (*Adeps lanae*), dan lain-lain. Adapun contoh pemanfaatan simplisia dari hewan yaitu pembuatan kapsul yang berasal dari tulang ikan lele (Pertiwi dan Septi, 2022).

3. Simplisia pelikan/ mineral

Simplisia pelikan/mineral adalah simplisia yang berupa bahan pelikan atau mineral yang diolah atau belum diolah dengan cara yang

sederhana dan belum berupa zat kimia murni. Simplisia mineral ini biasanya diperoleh dengan melakukan teknik penyulingan. Adapun contoh simplisia mineral, yaitu Paraffinum liquidum, Paraffin solidum dan vaselin (Pertiwi dan Septi, 2022).

II.3 Ekstraksi

II.3.1 Definisi Ekstrak dan Ekstraksi

Ekstrak merupakan sediaan pekat yang diperoleh dengan cara mengekstraksi suatu zat aktif dari simplisia nabati maupun simplisia hewani menggunakan pelarut yang sesuai (Nuraida, 2022).

Ekstraksi merupakan proses pemisahan bahan dari campurannya dengan menggunakan pelarut yang sesuai. Proses ekstraksi dihentikan ketika kesetimbangan antara konsentrasi senyawa dalam pelarut dengan konsentrasi dalam sel tanaman telah tercapai. Setelah ekstraksi dilakukan, pelarut dipisahkan dengan menggunakan teknik pemisahan tunggal untuk mengisolasi senyawa tunggal (Mukhriani, 2014).

II.3.2 Prinsip Ekstraksi

Prinsip esktraksi adalah melarutkan dan menarik senyawa dengan menggunakan pelarut yang tepat. Ada tiga tahapan proses pada waktu ekstraksi, yaitu (Rinidar dkk, 2017):

- 1. Penetrasi pelarut ke dalam sel tanaman dan pengembangan sel
- 2. Disolusi pelarut ke dalam sel tanaman dan pengembangan sel
- 3. Difusi bahan yang terekstraksi ke luar sel

Berdasarkan wujud bahannya, ekstraksi dapat dibedakan menjadi tiga cara, yaitu (Rinidar dkk, 2017) :

- Ekstraksi padat cair, yang digunakan untuk melarutkan zat yang dapat larut dari campurannya dengan zat padat yang tidak dapat larut
- Ekstraksi cair-cair, yang digunakan untuk memisahkan dua zat cair yang saling bercampur, dengan menggunakan pelarut yang dapat melarutkan pelarut salah satu zat
- 3. Ekstraksi gas-cair

II.3.3 Jenis-Jenis Ekstrak

Berdasarkan sifatnya ekstrak dibagi menjadi empat, yaitu ekstrak encer, ekstrak kental, ekstrak kering, dan ekstrak cair. Ekstrak encer (Extractum tenue) adalah sediaan dengan konsistensi seperti madu yang mudah mengalir. Ekstrak kental (Extractum spissum) adalah sediaan kental dengan kandungan air sebesar 30% dan dalam keadaan dingin kecil kemungkinan untuk dapat dituang. Ekstrak kering (Extractum siccum) adalah sediaan ekstrak yang mengandung air tidak lebih dari 5%, memiliki konsistensi kering dan mudah dihancurkan dengan tangan. Ekstrak cair (Extractum fluidum) adalah sediaan yang mengandung air atau pelarut lebih dari 30% (Nuraida, 2022).

II.3.4 Metode-Metode Ekstraksi

II.3.4.1 Maserasi

Maserasi adalah salah satu metode ekstraksi konvensional yang paling sering digunakan. Metode ini dilakukan dengan cara memasukkan

serbuk simplisia dan pelarut yang sesuai ke dalam wadah inert yang tertutup rapat dan pada suhu ruang. Proses ekstraksi dihentikan ketika tercapai kesetimbangan antara konsentrasi senyawa dalam pelarut dengan konsentrasi dalam sel tanaman. Setelah proses ekstraksi telah dilakukan, pelarut dipisahkan dari sampel dengan melakukan penyaringan. Metode ini sesuai untuk skala kecil maupun skala industri (Mukhriani, 2014).

Kelebihan ekstraksi ini adalah alat dan cara yang digunakan sangat sederhana, dapat digunakan untuk analit baik yang tahan terhadap pemanasan maupun yang tidak tahan terhadap pemanasan. Kelemahannya adalah menggunakan banyak pelarut (Leba, 2017).

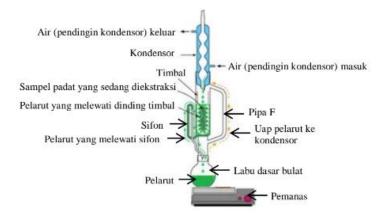


Gambar 2. Proses Maserasi (Julianto, 2019)

II.3.4.2 Sokhletasi

Sokhletasi adalah salah satu jenis ekstraksi yang menggunakan soklet. Pada ekstraksi ini pelarut dan sampel ditempatkan secara terpisah. Prinsipnya adalah ekstraksi dilakukan secara terus menerus menggunakan pelarut yang relatif sedikit. Bila ekstraksi telah selesai maka pelarut dapat diuapkan sehingga akan diperoleh ekstrak. Terkadang pelarut yang

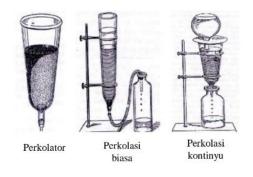
digunakan adalah jenis pelarut yang mudah menguap atau mempunyai titik didih yang rendah (Leba, 2017).



Gambar 3. Alat Sokhletasi (Leba, 2017)

II.3.4.3 Perkolasi

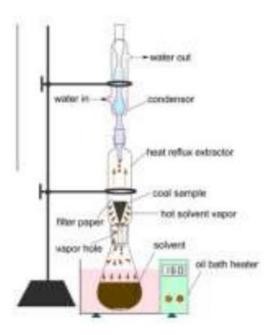
Perkolasi adalah salah satu jenis ekstraksi padat cair yang dilakukan dengan jalan mengalirkan pelarut secara pelahan pada sampel dalam suatu perkolator. Pasa ekstraksi ini, pelarut ditambahkan secara terus menerus, sehingga proses ekstraksi selalu dilakukan dengan pelarut yang baru. Pola penambahan pelarut yaitu mengunakan pola penetesan pelarut dari benjana terpisah yang disesuaikan dengan jumlah pelarut yang keluar atau dilakukan dengan penambahan pelarut dalam jumlah besar secara berskala (Leba, 2017).



Gambar 4. Alat Perkolasi (Leba, 2017)

II.3.4.4 Refluks

Ekstraksi refluks merupakan metode ekstraksi yang dilakukan pada titik didih pelarut tersebut, selama waktu dan jumlah pelarut tertentu dengan adanya pendinginan balik (kondensor). Pada umumnya dilakukan tiga sampai lima kali pengulangan proses pada rafinat pertama. Kelebihan metode ini adalah sampel yang memiliki tekstur yang kasar dan tahan terhadap pemanasan langsung dapat diekstraksi menggunakan metode ini. Adapun kelemahan metode ini yaitu membutuhkan jumlah pelarut yang banyak (Wewengkang, 2021).

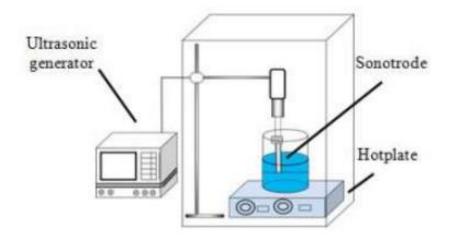


Gambar 5. Rangkaian Alat Refluks (Tian et al., 2016)

II.3.4.5 Ultrasonic Assisted Extraction (UAE)

Ultrasonic Assisted Extraction (UAE) merupakan metode ekstraksi modern yang dimodifikasi dari metode maserasi dengan menggunakan bantuan ultrasound. Serbuk simplisia dimasukkan kedalam wadah inert

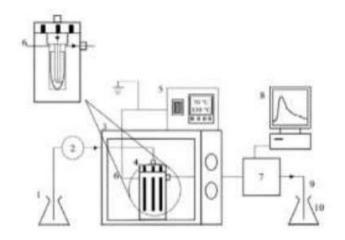
yang tertutup kemudian ditempatkan dalam alat UAE. Hal ini dilakukan untuk memberikan tekanan mekanik pada sel sehingga menghasilkan rongga pada sampel. Kerusakan sel dapat menyebabkan peningkatan kelarutan senyawa dalam pelarut dan meningkatkan hasil ekstraksi (Mukhriani, 2014).



Gambar 6. Rangkaian Alat Ultrasound Assisted Extraction (Julianto, 2019)

II.3.4.6 Microwave Assisted Extraction (MAE)

Microwave Assisted Extraction (MAE) merupakan metode ekstraksi modern lainnya yang digunakan untuk mengekstraksi senyawa bioaktif dari berbagai tanaman. Interaksi dipol antara molekul air dan pelarut pada microwave menyebabkan suhu dan tekanan pelarut naik, sehingga terjadi difusi dari sampel ke pelarut dengan kecepatan ekstraksi dengan kecepatan ekstraksi yang tinggi (Spigno, et al. 2009).



Gambar 7. Apparatus Microwave Assited Extraction (Chaturvedi, 2018)

II.4 Kromatografi Lapis Tipis-Densitometri

II.4.1 Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) adalah sebuah teknik pemisahan senyawa yang menggunakan fase diam (*stationary phase*) dan fase gerak (*mobile phase*), dimana fase diam yang digunakan dapat berupa serbuk halus yang berfungsi sebagai permukaan penjerab atau penyangga lapisan zat cair contohnya silika gel, alumina, selulosa, dan kieselgur. Untuk fase gerak pada KLT dapat berdasarkan pada pustaka yang diperoleh atau dari hasil percobaan dengan variasi tingkat kepolaran. Pada umumnya, KLT digunakan untuk dua tujuan, yaitu (1) sebagai metode untuk memperoleh hasil kualitatif, kuantitatif, dan preparatif; (2) digunakan untuk menentukan kondisi yang sesuai dengan pemisahan pada kromatografi kolom ataupun kromatografi cair kinerja tinggi (Rollando, 2019).

II.4.2 Densitometri

Densitometri merupakan metode analisis instrumental penentuan analit secara kualitatif maupun kuantitatif berdasarkan interaksi radiasi elektromagnetik (REM) dengan noda analit pada fase diam KLT. Metode ini biasa disebut metode KLT-Densitometri. KLT-densitomteri dapat digunakan sebagai salah satu kontrol kualitas dan secara teratur dapat digunakan untuk identifikasi, pemisahan, kuantifikasi pigmen termasuk kurkumin (Wulandari, 2011; Suharsanti, 2020).



Gambar 8. Instrumen densitometri

II.5 Analisis Senyawa

II.5.1 Analisis Kualitatif

Analisis kualitatif berkaitan dengan identifikasi zat-zat kimia; mengenali unsur atau senyawa apa yang terdapat dalam suatu sampel. Produk-produk organik maupun sampel-sampel dari tumbuhan dan lainnya dapat diidentifikasi dengan menggunakan teknik-teknik instrumentasi seperti spektroskopi inframerah dan resonansi magnetik nuklir (Day, 2002).

Kromatografi dapat digunakan untuk tujuan analisis kualitatif dan analisis kuantitatif. Kromatografi lapis tipis dapat digunakan untuk analisis kualitatif terhadap suatu senyawa. Adapun parameter yang digunakan untuk identifikasi adalah nilai Rf. Nilai Rf (*Reterdation factor*) adalah nilai yang didapatkan dengan cara membandingkan jarak yang ditempuh oleh bercak senyawa yang diidentifikasi dengan jarak yang ditempuh oleh pelarut. Dua senyawa dikatakan identik jika memiliki nilai Rf yang sama yang diukur pada kondisi KLT yang sama (Rollando, 2019).

II.5.2 Analisis Kuantitatif

Analisis kuantitatif berkaitan dengan penetapan berapa banyak suatu zat tertentu yang terkandung dalam suatu sampel. Zat yang ditetapkan tersebut, yang seringkali dinyatakan sebagai konstituen atau analit, menyusun entah sebagian kecil atau sebagian besar sampel yang dianalisis. Jika zat yang dianalisa (analit) tersebut menyusun lebih dari sekitar 1% dari sampel, maka analit ini dianggap sebagai konstituen utama. Zat itu dianggap konstituen minor jika jumlahnya berkisar antara 0,01 hingga 1% dari sampel dan apabila dalam analit tersebut terdapat suatu zat yang jumlahnya kurang dari 0,01% maka dianggap sebagai konstituen perunut (trace) (Day, 2002).

II.6 Senyawa Sikloartan

Senyawa sikloartan merupakan salah satu senyawa dari golongan triterpenoid yang berhasil diisolasi dari tanaman paliasa (*K. hospita*). Senyawa dengan rumus molekul C₃₀H₅₂O₂ ini banyak ditemukan pada

tumbuhan dan alga. Senyawa ini menunjukkan berbagai aktivitas biologis, seperti sitotoksik, antimikroba, anti-HIV, antituberkulosis, hepatoprotektif, dan efek antifeedant (Rahman, 2014). Pada penelitian sebelumnya terdapat empat macam *cycloartane triterpenoid alkaloid* yang berhasil diisolasi yaitu Kleinhospitines A, B, C dan D (Zhou et al., 2013; Gan et al., 2009). Penelitian terbaru yang dilakukan oleh Rahim et. al (2018) berhasil mengisolasi senyawa Kleinhospitine E dan juga melaporkan bahwa senyawa sikloartan memiliki efek kemopreventif dan aktifitas antiproliperatif terhadap beberapa sel kanker. (Rahim, et al. 2018).

Gambar 9. Struktur senyawa sikloartan dari daun Paliasa (*Kleinhovia hospita* Linn.)

II.7 Validasi Metode

Validasi metode analisis merupakan suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi syarat untuk penggunaannya. Pemilihan parameter validasi atau verifikasi tergantung pada beberapa

faktor seperti aplikasi, sampel uji, tujuan metode, dan peraturan lokal atau international. Validasi dilakukan terhadap suatu metode baku sebelum digunakan, bermaksud untuk mebuktikan bahwa instrumen yang digunakan dapat menganalisis dengan hasil yang valid (Gholib, 2018).

Pengukuran terhadap setiap analit dalam matriks biologi harus mengalami proses validasi terlebih dahulu. Parameter-parameter yang dinilai pada validasi metode analisis adalah akurasi, presisi, selektivitas, sensitivitas, reprodusibilitas, dan stabilitas. Dalam validasi metode, kinerja yang akan diuji adalah keselektifan, seperti uji akurasi (ketetapan) dan presisi (kecermatan), dua hal ini merupakan hal yang penting minimal harus dilakukan dalam validasi sebuah metode (Gholib, 2018).

II.7.1 Akurasi

Akurasi merupakan ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analis dengan kadar analit yang sebenarnya. Akurasi dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (% *recovery*) analit yang ditambahkan, kriteria rentang *recovery* yang dapat diterima dalam dilihat pada tabel dibawah ini (Harmita, 2004).

Table 1. Kriteria rentang recovery yang dapat diterima

Analit pada matriks sampel (%)	Rentang recovery yang diperoleh
100	98-102 %
>10	98-102 %
>1	97-103 %
>0,1	95-105 %
0,01	90-107 %
0,001	90-107 %
0,0001 (1 ppm)	80-110 %
0,00001 (10 ppb)	80-110 %
0,000001 (10 ppb)	60-115 %
0,0000001 (1 ppb)	40-120 %

21

Adapun rumus perhitungan recovery menurut Harmita (2004) :

percent recovery =
$$\frac{Cf - Ca}{C^*a} \times 100\%$$

Keterangan:

Cf : Konsentrasi sampel + baku

Ca : Konsentrasi sampel

C*a : Konsentrasi teoritis baku yang ditambahkan

II.7.2 Presisi

Presisi merupakan parameter yang menunjukkan kedekatan hasil uji pengukuran antara individual sampel yang homogen yang dinyatakan sebagai keterulangan (*repeatability*) atau ketertiruan (*reproducibility*). Presisi dilakukan berulang kali oleh analis yang sama pada kondisi sama dan dalam interval waktu yang pendek (Harmita, 2004). Presisi dinyatakan dalam koesfisien variasi (KV), suatu metode dapat dinyatakan memiliki presisi yang baik apabila memiliki KV < 2 % tetapi kriteria ini tergantung dari kondisi analit yang diperiksa, jumlah sampel dan kondisi instrumen. Presisi juga dapat dihitung dengan cara sebagai berikut (Harmita, 2004):

$$RSD < 2^{(1-0.5 \log c)} \times 0.67$$

Keterangan:

c : Konsentrasi analit sebagai fraksi desimal (misalnya untuk larutan konsentrasi 0.1% maka nilai c = 0.001)

II.7.3 Linearitas

Linearitas merupakan parameter untuk menunjukkan kemampuan metode analisis untuk memperoleh hasil pengujian yang sesuai berdasarkan konsentrasi analit yang terkandung dalam sampel pada

kisaran konsentrasi tertentu. Rentang linearitas dapat ditentukan dengan membuat kurva kalibrasi dari beberapa seri larutan baku pembanding yang konsentrasinya telah diketahui (Ermer, 2005). Dari kurva kalibrasi larutan baku didapatkan persamaan garis lurus yang selanjutnya dapat diperoleh nilai kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasinya.

II.7.4 LOD (Limit of Detection) dan LOQ (Limites of Quantification)

LOD atau batas deteksi adalah jumlah terkecil senyawa yang terkandung dalam sampel yang dapat diukur oleh metode analisis dan memberikan respon signifikan dibanding blanko. LOQ atau batas kuantitias adalah konsentrasi terkecil senyawa didalam sampel yang dapat diukur secara kuantitatif dengan kondisi presisi dan akurasi yang cocok (Harmita, 2004).

LOD dan LOQ dapat ditentukan melalui persamaan garis lurus dari kurva kalibrasi. Nilai pengukuran akan sama dengan nilai b pada persamaan garis y= a + bx, dan simpangan baku blanko sama dengan simpangan baku residual (Harmita, 2004). Penentuan batas deteksi dan batas kuantitias dapat diketahui melalui persamaan dibawah ini:

$$Q = F \frac{Sy}{b}$$

Keterangan:

Q : Batas deteksi dan batas kuantitas

F : 3 untuk batas deteksi dan 10 untuk batas kuantitas

Sy : Simpanan baku residual

b : Arah garis linear dari kurva antara respon terhadap konsentrasi = Slope (b pada persamaan garis y = a+bx)