

**ISOLASI DAN ANALISIS PENDAHULUAN
KANDUNGAN KIMIA JAMUR JEMPUT-JEMPUT
(DALDINIA CONCENTRICA BOLT)**

OLEH

YORI BITTIKAKA

83 03 076



PERPUSTAKAAN PUSAT U. HASANUDDIN	
Tgl. Pinjam	9-09-93
Asal Pinjam	#. MIPA
Barang	1 bls
Revisi	Hadis :
No. Inventaris	95120913
No. Klas	

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1993

S K R I P S I

OLEH
YORI BITTIKAKA
83 03 076

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1993

ISOLASI DAN ANALISIS PENDAHULUAN
KANDUNGAN KIMIA JAMUR JEMPUT-JEMPUT
(DALDINIA CONCENTRICA BOLT)

OLEH

YORI BITTIKAKA

83 03 076

Skripsi untuk melengkapi tugas dan
memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar sarjana

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1993

ISOLASI DAN ANALISIS PENDAHULUAN
KANDUNGAN KIMIA JAMUR JEMPUT-JEMPUT
(DALDINIA CONCENTRICA BOLT)

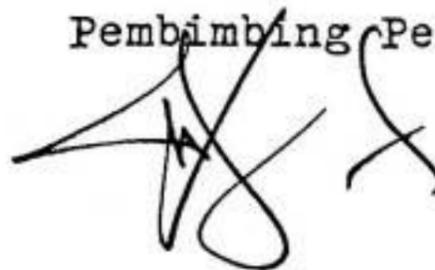
Disetujui oleh

Pembimbing Utama



(DR. TADJUDDIN NAID, MSc)

Pembimbing Pertama



(DRA. YEANNY WUNAS, MS)

Pada Tanggal :

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji syukur kami panjatkan ke hadirat Tuhan Yang Maha Esa atas kurnia yang dilimpahkan kepada kami, sehingga penyusunan skripsi ini dapat kami selesaikan dengan baik.

Penulis menyadari bahwa kami tidak mampu untuk menyelesaikannya sendiri tanpa bantuan pihak lain. Karena itu melalui kesempatan ini penulis menyampaikan terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya kepada :

1. Bapak DR. Tadjuddin Naid, MSc dan Ibu Dra. Yeanny Wunas, MS sebagai Pembimbing Utama dan Pembimbing Pertama, yang telah banyak meluangkan waktunya untuk memberikan pengarahan, nasehat dan bimbingannya sejak awal adanya rencana penelitian hingga selesainya skripsi ini.
2. Ayah tercinta S.T. Bittikaka (alm) dan ibu tercinta Dina Tato' atas restu dan do'anya serta dengan tabah dan penuh pengorbanan telah membantu dan membiayai kami selama duduk dalam bangku pendidikan.

Dengan selesainya skripsi ini, kami tak lupa menghaturkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Bapak Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
2. Bapak Ketua Jurusan Farmasi, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
3. Ibu Dra. Ny. Aidar Ressang sebagai Penasehat Akademik kami yang selama ini telah membimbing dan mengarahkan kami selama menuntut ilmu di Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.

4. Bapak dan Ibu dosen dalam lingkungan Fakultas Matematika, khususnya pada Jurusan Farmasi yang telah mendidik dan membekali kami ilmu pengetahuan selama menuntut ilmu di Universitas Hasanuddin.
5. Seluruh Staf Administrasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam.
6. Adik Olly, seluruh keluarga, rekan-rekan mahasiswa serta rekan-rekan seasrama yang telah banyak memberikan bantuan dan dorongan selama melakukan penelitian sampai selesainya skripsi ini.

Semoga Tuhan Yang Maha Pengasih akan melipat-gandakan berkat-Nya kepada semua pihak yang telah membantu kami.

Penulis menyadari bahwa skripsi ini masih jauh dari kesempurnaan, oleh sebab itu dengan senang hati penulis menerima semua masukan dari pembaca demi kesempurnaan skripsi ini.

Akhirnya penulis mengharapkan agar skripsi ini dapat bermamfaat bagi pembaca.

Ujung Pandang, April 1993

Penulis

ABSTRAK

Isolasi dan analisis pendahuluan kandungan kimia jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt) asal Kota Administratif Palopo Kabupaten Luwu telah dilakukan.

Penelitian ini meliputi ekstraksi secara maserasi dengan pelarut metanol, setelah ekstraksi metanol dipekatkan, disuspensikan dengan air, disari kembali dengan pelarut dietil eter, lapisan air disari lagi dengan pelarut n-butanol.

Hasil analisis pendahuluan kandungan kimia ekstrak metanol ditemukan adanya golongan fenol, steroid dan saponin.

Pemisahan komponen kimia ekstrak dietil eter secara kromatografi lapis tipis, menggunakan cairan pengelusi hexan-etil acetat (9:1, 8:2, 7:3), menunjukkan 4 noda dan untuk ekstrak n-butanol menggunakan cairan pengelusi kloroform-metanol-air (15:6:0,5 dan 15:6:1) menunjukkan 2 noda yang dapat ditampakkan dengan penampak noda asam sulfat 10% dan sinar lampu ultra violet 254 nm.

Komponen dalam ekstrak n-butanol, selanjutnya dipisahkan dengan kromatografi lapis tipis preparatif menggunakan cairan pengelusi kloroform-metanol-air (15:6:1), lem-peng kromatografi lapis tipis tipe silika gel GF₂₅₄, menunjukkan 1 noda yang dapat ditampakkan dengan penampak noda asam sulfat 10% dan 1 noda lainnya ditampakkan dengan sinar lampu ultra violet.

Noda kedua dikeruk dan dikumpulkan, kemudian disari dengan metanol, sari metanol dipekatkan dan disimpan dalam lemari pendingin, diperoleh kristal pada sari metanol tersebut.

Pengujian kemurnian dari kristal dilakukan dengan kromatografi dua dimensi, menggunakan cairan pengelusi kloroform-metanol-air (15:6:1) dan etil acetat-etanol-air (16:2:1). Hasil pengujian tersebut diperoleh noda tunggal.

Kristal murni diidentifikasi dengan penentuan titik lebur dan dianalisis dengan spektroskopi infra merah dan spektrofotometer ultra violet.

Penentuan titik lebur kristal murni menunjukkan jarak lebur $157,5^{\circ}\text{C} - 158^{\circ}\text{C}$ dan identifikasi dengan metode spektroskopi infra merah menunjukkan adanya gugus $-\text{OH}$ dan $-\text{CH}_3$, dan dengan metode spektrofotometer ultra violet diperoleh λ_{max} pada 218 nm dengan pelarut n-butanol.

ABSTRACT

The isolation and pre-analysis of chemical compound of the Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt) from Palopo, Luwu Regency has been done.

The investigation employs maceration extraction with methanol as solvent, methanol extract is concentrated and then is suspended by water, the water suspension then is extracted using diethyl ether as solvent. Finally the water layer is extracted by n-butanol.

The pre-analysis finds phenol, steroid and saponin in methanol extract.

The chemical compound from diethyl ether is separated by Thin Layer Chromatography using Hexan-Aethyl acetate (9:1, 8:2, 7:3) as eluent, shows 4 traces and from n-butanol extract using Chloroform-Methanol-Water (15:6:0.5 and 15:6:1) as eluent, shows 2 traces, which is seen by 10% Sulphat Acid and ultra violet light at the maximum wavelength 254 nm.

The chemical compound from n-butanol extract is separated by preparative Thin Layer Chromatography using Chloroform-Methanol-Water (15:6:1) as eluent, shows 1 trace, which is seen respectively by 10% Sulphat Acid and ultra violet light.

The second trace is scraped and gathered and then is extracted by methanol, the methanol extract was concentrated and kept in refrigerator. The crystal is found in methanol

extract.

The pure crystal is examined by two dimension chromatography, using Chloroform-Methanol-Water (15:6:1) and Aethyl acetate-Ethanol-Water (16:2:1) as eluent. From both we found single trace.

The pure crystal is identified by determination the melting point and analyzed by Infra Red and Ultra Violet Sphectrophotometre.

From determination the melting point of the pure crystal shows the interval melting point is $157.5^{\circ}\text{C} - 158^{\circ}\text{C}$ and from analysis method using Infra Red Sphectroscopy shows $-\text{OH}$ and $-\text{CH}_3$ group, and from Ultra Violet Sphectrophotometre shows maximum wavelenght at 218 nm which n-butanol as solvent.

DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	iv
ABSTRAK	vi
ABSTRACT	viii
DAFTAR ISI	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR GAMBAR	xiv
BAB I. PENDAHULUAN	1
BAB II. POLA PENELITIAN	3
BAB III. TINJAUAN PUSTAKA	4
III.1 Uraian Jamur	4
III.1.1 Klasifikasi Jamur	4
III.1.2 Nama Daerah	4
III.1.3 Morfologi Jamur	4
III.1.4 Penggunaan	5
III.2 Metode Ekstraksi	5
III.3 Analisis Pendahuluan Kandungan	
Kimia Jamur	7
III.3.1 Analisis Golongan Fenol ...	7
III.3.2 Analisis Golongan Alkaloid	8
III.3.3 Analisis Golongan Steroid .	8
III.3.4 Analisis Golongan Saponin .	9
III.4 Metode Pemisahan	10
III.4.1 Kromatografi Lapis Tipis ..	10

III.4.2 Kromatografi Lapis Tipis	
Preparatif	12
III.4.3 Kromatografi Dua Dimensi	13
III.5 Metode Identifikasi dan Karakterisasi	14
III.5.1 Spektroskopi Infra Merah	14
III.5.2 Spektroskopi Ultra Violet ...	15
BAB IV. PENELITIAN DAN HASIL PENELITIAN	17
IV.1 Alat-alat yang Digunakan	17
IV.2 Bahan-bahan yang Digunakan	17
IV.3 Cara Kerja	18
IV.3.1 Pengambilan Bahan	18
IV.3.2 Pengolahan Bahan	18
IV.3.3 Ekstraksi Bahan	18
IV.3.3.1 Ekstraksi Bahan Secara	
Maserasi Dengan Pela-	
rut Metanol	18
IV.3.3.2 Ekstraksi Dengan Pela-	
rut Dietil Eter	20
IV.3.3.3 Ekstraksi Dengan Pela-	
rut n-Butanol	20
IV.3.4 Pemeriksaan Golongan Senyawa	
Kimia dalam Ekstraksi Metanol .	21
IV.3.4.1 Pemeriksaan Golongan	
Fenol	21
IV.3.4.2 Pemeriksaan Golongan	
Alkaloid	21

IV.3.4.3	Pemeriksaan Golongan Saponin	22
IV.3.4.4	Pemeriksaan Golongan Steroid	22
IV.3.5	Pemisahan dan Pemurnian	23
IV.3.5.1	Kromatografi Lapis Tipis	23
IV.3.5.2	Kromatografi Lapis Tipis Preparatif	24
IV.3.5.3	Kromatografi Dua Dimensi	25
IV.3.5.4	Pemurnian dan Kristalisasi	26
IV.3.6	Identifikasi dan Karakterisasi	
	Komponen Murni	27
IV.3.6.1	Uji Sifat Fisis dengan Penentuan Titik Lebur .	27
IV.3.6.2	Penentuan dengan Spektroskopi Infra Merah ..	27
IV.3.6.3	Penentuan dengan Spektrofotometer Ultra Violet dan Sinar Tampak .	28
BAB V.	PEMBAHASAN	30
BAB VI.	KESIMPULAN DAN SARAN-SARAN	32
VI.1	Kesimpulan	32
VI.2	Saran-saran	32
DAFTAR PUSTAKA	33

DAFTAR TABEL

TABEL	Halaman
1. Hasil Pemeriksaan Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak Metanol Jamur Jemput-jemput	36
2. Hasil Pemeriksaan Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak Dietil Eter Jamur Jemput-jemput	37
3. Hasil Pemeriksaan Kromatografi Lapis Tipis Ekstrak n-Butanol Jamur Jemput-jemput	38
4. Hasil Pemeriksaan Pendahuluan Kandungan Kimia Ekstrak Metanol Jamur Jemput-jemput	39
5. Hasil Pemeriksaan Kromatografi Dua Dimensi Ekstrak n-Butanol yang Dipisahkan Secara Kromatografi Lapis Tipis Preparatif	40

DAFTAR GAMBAR

GAMBAR

	Halaman
I. Morfologi Jamur Jemput-jemput	41
II. Skema Pengerjaan	42
IIIa. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak metanol jamur Jemput-jemput dengan penampak noda asam sulfat 10%	43
IIIb. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak metanol jamur Jemput-jemput dengan penampak noda sinar lampu ultra violet 254 nm	44
IVa. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak dietil eter jamur Jemput-jemput dengan penampak noda asam sulfat 10%	45
IVb. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak dietil eter jamur Jemput-jemput dengan penampak noda sinar lampu ultra violet 254 nm	46
Va. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput dengan penampak noda asam sulfat 10%	47
Vb. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput dengan penampak noda sinar lampu ultra violet 254 nm	48
VI. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis preparatif ekstrak n-butanol jamur Jemput- jemput	49
VIIa. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol yang dipisahkan secara kromatografi lapis tipis preparatif	50

- VIIb. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol yang dipisahkan secara kromatografi lapis tipis preparatif dengan penampak noda sinar ultra violet 254 nm 51
- VIII. Hasil spektrum infra merah komponen murni dari ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput 52
- IX. Hasil spektrum ultra violet komponen murni dari ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput 53

BAB I

PENDAHULUAN

Indonesia yang terletak di garis khatulistiwa dan beriklim tropis dengan musim kemarau, hujan dan panca roba. Iklim yang demikian memudahkan perkembangan dan penyebaran bibit penyakit pada masyarakat, khususnya penyakit infeksi. Salah satu contoh penyakit tersebut adalah penyakit kulit, dan apabila pengobatannya tidak segera dilakukan, maka akan mengarah kepada keadaan yang tidak diinginkan misalnya terjadi infeksi (1,2).

Berdasarkan Ketetapan Majelis Permusyawaratan Rakyat Republik Indonesia No. II/MPR/1978 tentang Garis-Garis Besar Haluan Negara Bab IV, Undang-Undang No. 7 tahun 1963 dalam Kodifikasi Peraturan Perundang-undangan Obat Tradisional, Rencana Pokok Program Jangka Panjang Bidang Kesehatan 1983/1984 - 1998/1999, yaitu memuat tentang pemeliharaan dan pengembangan warisan budaya bangsa, perlu dilakukan penggalan, pengujian dan pengembangan obat-obatan serta cara pengobatan tradisional (2,3,4).

Dalam pencegahan dan pengobatan penyakit, masyarakat dapat melakukannya dengan pengobatan secara tradisional. Hal ini disebabkan mudahnya bahan obat tradisional didapatkan di sekitar tempat tinggal masyarakat tersebut.

Penggunaan bahan obat dalam pengobatan cara tradisional didominasi oleh bahan-bahan yang berasal dari tumbuhan tingkat tinggi, namun tidak menutup kemungkinan bagi

tumbuhan tingkat rendah untuk dijadikan sebagai bahan baku obat dalam pengobatan suatu penyakit. Oleh karena itu penggunaan tumbuhan tingkat rendah sebagai bahan obat perlu diperkenalkan. Salah satu contoh penggunaan tumbuhan tingkat rendah tersebut adalah jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt), yang dikenal dengan nama daerah basi-basi di kota Administratif Palopo kabupaten Luwu. Penggunaan secara tradisional di Palopo dan juga di Tidore (Maluku) sebagai obat bisul. Jenis jamur ini tumbuh saprofit pada pohon kayu yang sudah mati (5,6,7).

Berdasarkan keterangan di atas, maka telah dilakukan penelitian terhadap pemeriksaan pendahuluan kandungan kimia yang terdapat di dalam ekstrak metanol jamur Jemput-jemput, dan telah diisolasi satu komponen senyawa kimia yang terdapat di dalam ekstrak n-butanol jamur tersebut. Senyawa yang telah diisolasi diidentifikasi dengan penentuan titik lebur spektroskopi infra merah dan spektrofotometer ultra violet dan sinar tampak.

Maksud dan tujuan dilakukan penelitian terhadap isolasi senyawa kimia dan pemeriksaan pendahuluan kandungan kimia dari jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt) adalah untuk mengetahui jumlah komponen senyawa kimia yang dikandung jamur tersebut, sehingga dapat memberikan gambaran sebagai komponen yang berkhasiat dalam pengobatan secara tradisional pada bisul.

BAB II

POLA PENELITIAN

II.1. Penyediaan Bahan dan Alat yang Digunakan

II.1.1 Pengambilan Bahan

II.1.2 Pengolahan Bahan

II.1.3 Alat yang Digunakan

II.2 Metode Ekstraksi

Ekstraksi bahan dilakukan secara maserasi menggunakan pelarut metanol.

II.3 Pemeriksaan Pendahuluan Golongan Senyawa Kimia Dalam Ekstrak Metanol

II.3.1 Pemeriksaan Golongan Fenol

II.3.2 Pemeriksaan Golongan Alkaloid

II.3.3 Pemeriksaan Golongan Steroid

II.3.4 Pemeriksaan Golongan Saponin

II.4 Pemisahan dan Pemurnian

II.4.1 Kromatografi Lapis Tipis

II.4.2 Kromatografi Lapis Tipis Preparatif

II.4.3 Kromatografi Dua Dimensi

II.4.4 Pemurnian dan Kristalisasi

II.5 Identifikasi dan Karakterisasi Komponen

II.5.1 Penentuan Sifat Fisis dengan Titik Lebur

II.5.2 Penentuan dengan Spektroskopi Infra Merah

II.5.3 Penentuan dengan Spektrofotometer Ultra Violet dan Sinar Tampak

BAB III

TINJAUAN PUSTAKA

III.1 Uraian Jamur

III.1.1 Klasifikasi Jamur (5,7)

Divisi	: Mycota
Anak divisi	: Eumycotina
Kelas	: Ascomycetes
Anak kelas	: Hymenoascomycetidae seri Pyrenomycetes
Bangsa	: Spha eriales
Suku	: Xylariaceae
Marga	: Daldinia
Jenis	: <u>Daldinia concentrica</u> Bolt

III.1.2 Nama Daerah (6)

Indonesia	: Jemput-jemput
Tidore	: Tabobi
Minang	: Cinganan batang
Ternate	: Bio-bio

III.1.3 Morfologi Jamur (6,7,8)

Tubuh jamur ini berdiri sendiri, umumnya tumbuh berkelompok, rapat dan berdesak-desakan sehingga saling tindih, berbentuk setengah bulat dengan bagian yang lebar melekat pada kayu atau agak tirus ke pangkal pokok, penampang 2-5 (-19) cm, berwarna kusam, coklat lembayung tua, tertutup oleh massa yang

berupa tepung hitam kebiru-biruan yang disebabkan karena keluarnya spora, bagian dalam kelabu berserabut dengan susunan yang konsentris, warnanya ada yang gelap dan terang. Banyak sekali peritesia pada lapisan luar yang terbenam sama semua, saling berdesakan dan saling menindih serta rapat, berbentuk bulat telur terbalik, pada bagian kecil terdapat bagian yang menonjol. Asci bulat torak, bertangkai panjang, berspora 8,8 - 100 (P.sp) ukuran 12 U. Spora terletak dalam satu jajaran yang miring berbentuk bulat telur dengan sisi yang tidak sama, coklat, 14 - 18 ukuran 7 - 10 U. Parafisis berbentuk benang, panjang. Jenis Daldinia concentrica Bolt sangat umum, terdapat di mana-mana pada kayu yang membusuk.

III.1.4 Penggunaan (6)

Di Tidore masyarakat menggunakan jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt), sebagai obat bisul, dengan cara jamur dibakar dan abunya dicampur dengan minyak kelapa. Di Palopo digunakan juga sebagai obat bisul dengan cara melumat jamur segar dengan minyak kelapa, lalu digosokkan pada bisul.

III.2. Metode Ekstraksi (9,10)

Ekstraksi adalah penyarian zat-zat aktif dari

bahan alam dengan menggunakan pelarut organik, yang sesuai dengan sifat kandungan zat aktif yang akan diekstraksi. Metode yang sering digunakan dalam ekstraksi secara dingin dan ekstraksi secara panas. Ekstraksi secara dingin dilakukan dengan cara maserasi dan perkolasi, sedangkan ekstraksi secara panas dilakukan dengan cara refluks, soxhletasi dan destilasi uap air.

Ekstraksi secara maserasi dilakukan dengan memasukkan 10 bagian simplisia atau campuran simplisia ke dalam sebuah bejana, tuangi 75 bagian cairan penyari, tutup, biarkan selama 5 hari berturut-turut terlindung dari cahaya sambil sering diaduk, serkai, peras, cuci ampas dengan cairan penyari secukupnya hingga diperoleh 100 bagian. Pindahkan ke dalam bejana tertutup, biarkan di tempat sejuk terlindung dari cahaya selama 2 hari. Kemudian endapan dipisahkan.

Ekstraksi secara perkolasi dilakukan dengan membasahi 10 bagian simplisia atau campuran simplisia dengan derajat halus tertentu dengan 2,5 bagian sampai 5 bagian cairan penyari, lalu di masukkan ke dalam bejana tertutup sekurang-kurangnya selama 3 jam. Kemudian massa dipindahkan sedikit demi sedikit ke dalam perkolator sambil tiap kali ditekan hati-hati. Selanjutnya dituangi dengan cairan penyari secukupnya sampai cairan mulai menetes dan di atas simplisia

masih terdapat selapis cairan penyari. Perkolator ditutup sambil dibiarkan selama 24 jam. Kemudian cairan dibiarkan menetes dengan kecepatan 1 ml per menit dan cairan penyari ditambahkan secara berulang-ulang hingga selalu terdapat selapis cairan penyari di atas simplisia, hingga jika 500 mg perkolat yang keluar terakhir diuapkan, tidak meninggalkan sisa. Perkolat kemudian disuling atau diuapkan dengan tekanan rendah pada suhu tidak lebih dari 50°C hingga konsistensi yang dikehendaki.

III.3 Analisis Pendahuluan Kandungan Kimia

III.3.1 Analisis Golongan Fenol (12,13,14,15)

Senyawa fenol meliputi aneka ragam senyawa yang berasal dari simplisia nabati, mempunyai cincin aromatik yang mengandung satu atau beberapa gugus hidroksil.

Fenol dan derivatnya digunakan sebagai antiseptika, fungisida dan fungistatik. Ada beberapa fenol dan derivatnya mempunyai daya antibakteri, yang dinyatakan sebagai koefisien fenol.

Untuk mendeteksi senyawa fenol yang dikandung oleh simplisia adalah dengan menambahkan larutan besi(III)klorida 1% dalam air atau etanol kepada larutan cuplikan, yang menimbulkan warna hijau, merah ungu, biru atau

hitam yang kuat. Cara ini dimodifikasi dengan menggunakan campuran segar larutan besi(III) klorida 1% dalam air dan kalium heksasianoferat(III) 1%, yang digunakan sebagai penampak noda untuk mendeteksi senyawa fenol pada kromatogram.

III.3.2 Analisis Golongan Alkaloid (12,13,16,17)

Alkaloid adalah senyawa organik yang mengandung nitrogen, bersifat basa, mempunyai rasa pahit, banyak digunakan dalam bidang farmasi serta kedokteran karena mempunyai aktivitas biologik yang sudah nyata di dalam penggunaannya.

Sumber utama yang terbesar dari alkaloid adalah tumbuh-tumbuhan dan hanya beberapa yang terdapat diperoleh dari hewan.

Untuk pemeriksaan kualitatifnya, digunakan pereaksi Dragendorff's (kalium bismut iodida) dan pereaksi Mayer (kalium mercuri iodida). Larutan cuplikan ditambah 2 - 3 tetes pereaksi, dan akan memberikan warna endapan jingga kecoklatan atau merah kekuningan untuk pereaksi Dragendorff's dan endapan putih atau putih kekuningan untuk pereaksi Mayer.

III.3.3 Analisis Golongan Steroid (13,16,18,19)

Steroid terdapat di dalam tumbuh-tum-

buhan dan hewan, merupakan bentuk triterpenoid yang biasanya terikat sebagai glikosida steroid dan saponin steroid.

Dalam bidang kedokteran dan farmasi, senyawa steroid dan derivatnya merupakan bahan baku pembuatan obat-obat kontraseptik, kombinasi antibiotik untuk mengurangi inflamasi dan beberapa sediaan farmasi lainnya.

Pengujian untuk senyawa steroid dengan menggunakan pereaksi Carr-Price yaitu larutan jenuh antimon(III)klorida dalam kloroform, akan memberikan warna ungu dan pereaksi Lieberman-Bouchardat yaitu campuran antara satu bagian volume anhidrida asam asetat dan sepuluh bagian volume etanol 90 % v/v. Reaksi ini memberikan warna mulai dari warna merah kemudian biru dan akhirnya hijau.

III.3.4 Analisis Golongan Saponin (13,16,17,19)

Saponin adalah golongan senyawa yang mempunyai struktur steroid, mempunyai sifat-sifat dapat membentuk larutan koloidal dalam air dan membuih bila dikocok, dapat menghemolisa butir-butir darah merah, mempunyai rasa pahit menggigit dan mengiritasi selaput lendir, bersifat netral atau sedikit asam.

Saponin terdapat di dalam jaringan

tumbuh-tumbuhan sebagai senyawa glikosida saponin dan saponin steroid.

Penggunaan saponin dalam terapi sebagai ekspektoransia, diuretika dan antialergi.

Analisis kualitatif terhadap saponin dengan menggunakan pereaksi Lieberman-Bouchardat yang memberikan warna merah kemudian biru dan akhirnya warna hijau. Juga dengan melihat busa stabil selama 30 menit yang ditimbulkan dengan cara mengocok cuplikan dengan air di dalam tabung berdiameter 16 mm.

III.4 Metode Pemisahan (20)

Pada umumnya sebelum suatu senyawa dapat diidentifikasi dan diukur kadarnya, perlu dilakukan pemisahan dari matriksnya. Oleh karena itu pemisahan merupakan langkah penting dalam analisis kualitatif maupun kuantitatif.

Metode pemisahan yang sering digunakan adalah kromatografi. Pemilihan teknik kromatografi sebagian besar tergantung pada sifat kelarutan dan keatsirian senyawa yang akan dipisahkan. Hasil kromatografi dalam bentuk fraksi dimurnikan dan selanjutnya dilakukan pengkristalan untuk diidentifikasi.

III.4.1 Kromatografi Lapis Tipis (20,21,22)

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) adalah merupakan teknik pemisahan yang paling seder-

hana dan cepat untuk memisahkan suatu campuran senyawa yang terdapat dalam sediaan lainnya berdasarkan prinsip adsorpsi dan partisi.

KLT menggunakan pelat kaca berukuran 5x20 cm, 10x20 cm atau 20x20 cm, dilapisi oleh serbuk halus sebagai penyerap dengan ketebalan 0,25 mm - 0,30 mm adalah merupakan phase diam dan eluent sebagai phase gerak, yang membawa komponen terlarut dalam eluent bergerak naik. Karena adanya serap adsorbent berbeda-beda terhadap komponen yang terlarut oleh eluen, maka komponen bergerak dengan kecepatan yang berbeda dan menyebabkan terjadinya pemisahan.

Sebagai dasar untuk mengidentifikasi komponen dari hasil kromatografi, digunakan perbandingan antara kecepatan permukaan dari eluen dengan jarak yang ditempuh oleh komponen terlarut dalam eluen. Perbandingan tersebut disingkat Rf (Rate of flow), di mana :

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh oleh senyawa larut}}{\text{Jarak yang ditempuh oleh eluen}}$$

Untuk menentukan berapa noda yang diperoleh dari hasil kromatografi, dapat di-

hana dan cepat untuk memisahkan suatu campuran senyawa yang terdapat dalam sediaan lainnya berdasarkan prinsip adsorpsi dan partisi.

KLT menggunakan pelat kaca berukuran 5x20 cm, 10x20 cm atau 20x20 cm, dilapisi oleh serbuk halus sebagai penyerap dengan ketebalan 0,25 mm - 0,30 mm adalah merupakan phase diam dan eulent sebagai phase gerak, yang membawa komponen terlarut dalam eulent bergerak naik. Karena adanya serap adsorbent berbeda-beda terhadap komponen yang terlarut oleh eluen, maka komponen bergerak dengan kecepatan yang berbeda dan menyebabkan terjadinya pemisahan.

Sebagai dasar untuk mengidentifikasi komponen dari hasil kromatografi, digunakan perbandingan antara kecepatan permukaan dari eluen dengan jarak yang ditempuh oleh komponen terlarut dalam eluen. Perbandingan tersebut disingkat Rf (Rate of flow), di mana :

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh oleh senyawa larut}}{\text{Jarak yang ditempuh oleh eluen}}$$

Untuk menentukan berapa noda yang diperoleh dari hasil kromatografi, dapat di-

tentukan dengan cara pengamatan langsung dengan cahaya biasa atau sinar lampu ultra-violet atau dengan penampak noda.

Faktor-faktor yang mempengaruhi gerakan noda dalam KLT, yang juga mempengaruhi R_f adalah struktur kimia dari senyawa yang dipisahkan, sifat dari penyerap dan derajat keaktifitasannya, tebal dan kerataan dari lapisan penyerap, derajat kemurnian dari eluen sebagai phase gerak, derajat kejenuhan uap dari eluen, teknik percobaan, jumlah cuplikan yang digunakan dan suhu.

Penerapan Kromatografi Lapis Tipis dalam pemisahan, dipakai sebagai metode untuk mencapai hasil kualitatif, kuantitatif dan preparatif. Juga sebagai penjajakan sistem pelarut atau eluen yang akan dipakai dalam kromatografi kolom.

III.4.2 Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (20,21, 22)

Pemisahan preparatif dilakukan pada lapisan yang agak tebal (0,5 - 2,0 mm). Cuplikan ditotolkan berupa garis pada salah satu sisi pelat kaca, dikembangkan atau dielusi secara tegak lurus pada garis cuplikan sehingga campuran akan terpisah menjadi bebe-

rapa pita, yang ditampakkan dengan cara yang tidak merusak jika senyawa itu tidak berwarna. Penyerap yang mengandung pita dikeruk dari pelat kaca, kemudian dielusi kembali setelah penyerapnya dicuci dengan pelarut yang cocok, dan pengerjaan ini dilakukan berulang-ulang sampai diperoleh noda yang tunggal pada setiap fraksi.

III.4.3 Kromatografi Dua Dimensi (20,22)

Pengujian fraksi noda tunggal apakah sudah murni dapat diuji dengan kromatografi dua dimensi, atau disebut juga kromatografi dua jalan. Metode kromatografi dua dimensi menggunakan pelat kaca atau lempeng persegi yang dilapisi serbuk halus sebagai penyerap. Cuplikan ditotolkan pada salah satu sudut lempeng, kemudian dimasukkan ke dalam bejana untuk dielusi, sampai pada jarak yang sudah ditentukan. Setelah itu lempeng dikeringkan, lalu dielusi kembali pada bejana yang lain dengan campuran atau perbandingan yang berbeda dengan eluen yang pertama. Cara menempatkan lempeng tersebut adalah bagian lempeng tempat cuplikan ditotolkan dan terelusi dibalikkan dan dielusi sampai jarak yang sama dengan elusi pertama.

Untuk melihat apakah noda tersebut tunggal, maka lempeng disemprot dengan asam sulfat 10 % atau menggunakan sinar lampu ultra violet.

III.5 Metode Identifikasi dan Karakterisasi

III.5.1 Spektroskopi Infra Merah (23,24)

Penggunaan spektrum infra merah dipakai untuk menentukan senyawa atau gugus fungsi yang tidak diketahui dari suatu cuplikan murni, yang berdasarkan energi vibrasi molekul yang berhubungan dengan daerah spektrum infra merah. Akibat transisi dalam serapan infra merah menunjukkan perubahan-perubahan vibrasi dalam molekul. Ikatan yang berbeda-beda mempunyai frekuensi vibrasi yang berbeda dan dapat dideteksi dengan mengidentifikasi frekuensi-frekuensi tertentu sebagai pita serapan dalam spektrum infra merah.

Untuk penentuan gugus fungsi senyawa organik, daerah spektrum infra merah terletak antara $650 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ ($15,4 - 2,5 \text{ um}$). Daerah di bawah frekuensi 650 cm^{-1} disebut infra merah jauh, sedangkan daerah di atas 4000 cm^{-1} disebut infra merah dekat.

Spektroskopi infra merah menggunakan alat dengan sistem berkas rangkap, yang ter-

diri dari 4 bagian utama, yaitu : sumber radiasi, kisi difraksi (monokromator), daerah cuplikan dan detektor. Cahaya dari sumber dilewatkan melalui cuplikan, terpecah menjadi bentuk frekuensi-frekuensi oleh monokromator dan intensitas dari frekuensi tersebut diukur oleh detektor.

III.5.2 Spektroskopi Ultra Violet dan Sinar Tampak (23,24)

Spektrum inti cahaya ultra violet dan sinar tampak disebut juga sebagai spektrum elektronik, di mana terjadi sebagai interaksi radiasi cahaya ultra violet dan sinar tampak terhadap molekul, yang menyebabkan molekul tersebut mengalami transisi elektron. Sistem atau gugusan atom yang mengabsorpsi radiasi elektromagnetik disebut gugus kromofor.

Spektrum absorpsi suatu senyawa yang tidak diketahui terhadap radiasi elektromagnetik, terjadi apabila frekuensi radiasi tersebut sama dengan frekuensi getaran senyawa.

Absorpsi radiasi elektromagnetik terletak antara daerah pengukuran panjang gelombang kurang dari 200 nm adalah daerah ultra violet jauh, 200 - 400 nm adalah daerah ultra violet tengah dan 400 - 800 nm adalah daerah

sinar tampak.

Spektrofotometer ultra violet dan sinar tampak terdiri dari sumber radiasi, monokromator yang berfungsi untuk mendapatkan radiasi monokromatis dari sumber radiasi yang memancarkan radiasi polikromatis, wadah untuk sampel yang dianalisa dan detektor yang berfungsi mengubah sinyal radiasi menjadi sinyal elektronik.

Penggunaan spektroskopi ultra violet dan sinar tampak dalam bidang farmasi adalah untuk pemeriksaan struktur, penentuan kadar, pemeriksaan kemurnian dan identifikasi suatu senyawa.

BAB. IV

PENELITIAN DAN HASIL PENELITIAN

IV.1 Alat-alat yang Digunakan

1. Bejana kromatografi
2. Digital melting point (Falmer)
3. Corong (Pyrex)
4. Corong Buchner
5. Corong pisah (Pyrex)
6. Gelas piala : 100 ml, 250 ml, 500 ml (Pyrex)
7. Gelas ukur : 10 ml, 25 ml, 50 ml (Pyrex)
8. Lampu ultra violet 254 nm
9. Lemari pendingin
10. Lempeng KLT tipe silika gel GF₂₅₄ (E.Merck)
11. Pemanas listrik (Memmert)
12. Penangas air listrik (Memmert)
13. Rotavapor (Buchi)
14. Spektroskopi infra merah (Jeol)
15. Spektroskopi ultra violet (Jeol)

IV.2 Bahan-bahan yang Digunakan

1. Jamur Jemput-jemput
2. Antimon (III) klorida (E.Merck)
3. Asam acetat anhidrida p.a (E.Merck)
4. Asam klorida p.a (E.Merck)
5. Asam sulfat (E.Merck)
6. Besi(III)klorida (E.Merck)

7. Etil acetat p.a	(E.Merck)
8. Kloroform p.a	(E.Merck)
9. Metanol p.a	(E.Merck)
10. Metanol teknis	(Kimia Farma)
11. n-Butanol p.a	(E.Merck)
12. n-Hexan p.a	(E.Merck)
13. Dietil eter	(E.Merck)

IV.3 Cara Kerja

IV.3.1 Pengambilan Bahan

Bahan jamur Jemput-jemput yang kurang lebih seragam, meliputi umur dan besarnya jamur, diambil dan dikumpulkan dari beberapa tempat tumbuh dalam satu dusun di Kota Administratif Palopo Kabupaten Luwu.

Jamur dimasukkan ke dalam wadah plastik yang tertutup.

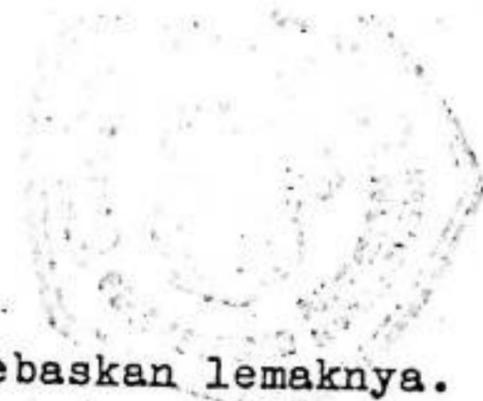
IV.3.2 Pengolahan Bahan

Jamur dibersihkan dari kotoran, kemudian dipotong-potong untuk siap diekstraksi.

IV.3.3 Ekstraksi Bahan

IV.3.3.1 Ekstraksi Bahan Secara Maserasi Dengan Pelarut Metanol (9,10,12)

Bahan jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt) sebanyak 300 gram, direfluks dengan pelarut



n-Hexan untuk membebaskan lemaknya. Refluks dilakukan selama 4 jam, setelah itu dilakukan penyaringan.

Ampasnya dimaserasi dengan pelarut metanol sebanyak 1 liter selama 5 hari berturut-turut, terlindung dari cahaya sambil sekali-sekali diaduk.

Setelah 5 hari, ekstrak disaring dengan corong yang dilapisi kapas. Filtrat ditampung dan ampasnya dimaserasi ulang dengan pelarut yang sama, 1 - 2 kali atau hingga seluruh zat aktifnya tersari.

Ekstrak metanol dikisatkan dengan rotavapor hingga pekat, dan diambil sebagian untuk pemeriksaan golongan senyawa kimianya.

Sebagian pula ekstrak metanol pekat dikromatografi lapis tipis, menggunakan eluen Hexan - Etil acetat (9 : 1 dan 7 : 3) dan eluen Kloroform - Metanol - Air (15 : 6 : 0,5 dan 15 : 6 : 1). Hasilnya dapat dilihat pada tabel 1 dan gambar IIIa, IIIb.

IV.3.3.2 Ekstraksi dengan Pelarut Dietil Eter

Ekstrak metanol sebagian disuspensikan dengan air dan diekstraksi dengan dietil eter dalam corong pisah, dilakukan sebanyak 3 kali. Lapisan dietil eter ditampung dan dibiarkan menguap.

Ekstrak eter pekat dikromatografi lapis tipis dengan eluen Hexan-Etil acetat (9:1, 8:2, 7:3). Hasilnya dapat dilihat pada tabel 2 dan gambar IVa, IVb.

IV.3.3.3 Ekstraksi dengan Pelarut n-Butanol

Lapisan air dari hasil ekstraksi dengan pelarut dietil eter, diekstraksi dengan pelarut n-Butanol jenuh air dalam corong pisah, dilakukan sebanyak 3 kali. Lapisan n-Butanol ditampung, kemudian diuapkan sampai pekat, lalu dikromatografi lapis tipis dengan eluen Kloroform-Metanol-Air (15:6:0.5, 15:6:1). Hasilnya dapat dilihat pada tabel 3 dan gambar Va, Vb.

Dari lapisan n-Butanol ini dalam pengamatan secara langsung, mem-

perlihatkan ciri-ciri pengkristalan, apabila ekstrak kering n-Butanol ditambah pelarut metanol.

IV.3.4 Pemeriksaan Golongan Senyawa Kimia dalam Ekstrak Metanol

IV.3.4.1 Pemeriksaan Golongan Fenol (11,12,13, 14)

Ekstrak metanol dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan air lalu dikocok, saring dan filtratnya ditetesi larutan besi (III) klorida 1%. Terbentuk warna hijau kebiruan atau hijau kehitaman, menunjukkan adanya fenol. Hasil pemeriksaan dapat dilihat pada tabel 4.

IV.3.4.2 Pemeriksaan Golongan Alkaloid (11,12, 13,14,17)

Ekstrak metanol dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan 1 ml HCl 2 N dan 9 ml air suling, dikocok lalu disaring. Filtrat dibagi dalam 3 tabung reaksi. Tabung pertama ditetesi 2 tetes larutan Mayer, 2 tetes Bouchardat pada tabung kedua dan 2 tetes larutan Dragendorff pada tabung ketiga.

Pada tabung pertama, kedua dan ketiga, secara berturut-turut terbentuk endapan kuning atau putih, endapan kuning coklat dan endapan merahkekuningan atau jingga. Hal ini menunjukkan adanya alkaloid.

Hasil pemeriksaan dapat dilihat pada tabel 4.

IV.3.4.3 Pemeriksaan Golongan Saponin (12,16,19,25)

Ekstrak metanol dimasukkan ke dalam tabung reaksi yang panjangnya 16 cm dan berdiameter 16 mm. Tambahkan 10 ml air suling ke dalam tabung tersebut, kemudian dikocok hingga membentuk buih setinggi 1 - 10 cm yang stabil kurang lebih 15 menit. Pada penambahan HCl 2N buih tetap stabil maka menunjukkan adanya saponin.

Hasil pemeriksaan dapat dilihat pada tabel 4.

IV.3.4.4 Pemeriksaan Golongan Steroid (12,13,14,19)

Ekstrak metanol dimasukkan ke dalam tabung reaksi, ditambahkan kloroform 6 ml, dikocok kemudian disa-

ring. Filtrat dimasukkan ke dalam 2 tabung reaksi. Tabung pertama ditetesi 3 tetes pereaksi Liebermen Boucardat dan 5 tetes pereaksi Carr Price pada tabung kedua.

Secara berturut-turut pada tabung pertama dan kedua terbentuk warna mulai dari merah kemudian biru dan akhirnya warna hijau pada tabung pertama dan ungu pada tabung kedua.

Hal ini menunjukkan adanya steroid dan hasil pemeriksaanya dapat dilihat pada tabel 4.

IV.3.5 Pemisahan dan Pemurnian

IV.3.5.1 Pemisahan dengan Kromatografi Lapis Tipis (13,20,21,22)

Ekstrak metanol, dietil eter dan n-butanol yang telah dipekatkan secara kromatografi lapis tipis untuk mengetahui berapa komponen yang terdapat dalam ekstrak tersebut. Cairan pengelusi yang digunakan, yaitu :

- untuk ekstrak metanol adalah hexaneti acetat (9:1, 7:3) dan kloroform-metanol-air (15:6:0,5 dan 15:6:1).
- untuk ekstrak dietil eter adalah

hexan-etil acetat (9:1, 8:2, 7:3).

- untuk ekstrak n-butanol adalah kloroform-metanol-air (15:6:0.5, 15:6:1).

Penampak noda yang digunakan adalah H_2SO_4 10% dan sinar lampu ultra violet 254 nm. Hasilnya dapat dilihat pada tabel 1, 2, 3 dan gambar IIIa, IIIb, IVa IVb, Va, Vb.

IV.3.5.2 Pemisahan dengan Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (13,20,21,22)

Ekstrak n-butanol yang sudah pekat, ditotolkan berupa garis pada salah satu sisi pelat kromatografi lapis tipis tipe silika gel GF₂₅₄.

Ukuran pelat 20x20 cm dan batas penotolan cuplikan dari batas bawah pelat adalah 2 cm.

Bejana kromatografi diisi dengan cairan pengembang kloroform-metanol-air (15:6:1), kemudian dibiarkan jenuh dengan uap pengembang. Setelah itu dimasukkan pelat kromatografi yang telah ditotol cuplikan, dibiarkan terelusi sampai batas atas yang telah ditentukan. Noda yang diperoleh berbentuk pita

memanjang yang dapat dilihat di bawah sinar lampu ultra violet, diberi tanda dengan pensil kemudian dikeruk dengan menggunakan sudip atau pisau. Hasil kerukan dikumpulkan dan dilarutkan dalam pelarut metanol, lalu disaring menggunakan penyaring Buchner hingga seluruh filtrat menjadi jernih. Filtrat diuapkan sampai 1/4 bagian filtrat tersisa dalam wadah.

Untuk menguji apakah noda sudah benar-benar noda tunggal, maka dapat diuji dengan kromatografo dua dimensi.

Apabila sudah diperoleh noda tunggal, maka seluruh filtrat diuapkan sampai kering dan meninggalkan sisa berupa kristal bila didiamkan selama 1x24 jam.

Hasilnya dapat dilihat pada gambar VI.

IV.3.5.3 Kromatografi Dua Dimensi (21,22)

Sejumlah cuplikan hasil kromatografi lapis tipis preparatif, ditotolkan pada salah satu sudut lempeng kromatografi lapis tipis tipe silika gel GF₂₅₄, yang berukuran 6x6 cm. Kromatografi dua dimensi dilakukan seba-

nyak 2 kali, pengembangan pertama menggunakan cairan penyari kloroform-metanol-air (15:6:1), dan kedua menggunakan cairan pengembang etil acetat-etanol-air (16:2:1). Kromatogram dapat dilihat di bawah sinar lampu ultra violet sebagai penampak noda. Hasilnya dapat dilihat pada tabel 4 dan gambar VIIa, VIIb.

IV.3.5.4 Pemurnian dan Kristalisasi (11)

Teknik pemurnian dan pengkristalan dilakukan sebagai berikut :

- Kristal yang dihasilkan dari kromatografi lapis tipis preparatif, dilarutkan dengan pelarut metanol p.a dalam gelas piala, dibiarkan mengendap lalu disaring. Filtrat yang diperoleh disimpan dalam lemari pendingin, setelah itu diperoleh kristal yang melekat pada dinding wadah.
- Kristal pada dinding wadah tersebut dikumpulkan dan diuji kembali kemurniannya dengan kromatografi dua dimensi.

IV.3.6 Identifikasi dan Karakterisasi Komponen Senyawa Murni

IV.3.6.1 Uji Sifat Fisis dengan Penentuan Titik Lebur (9,11,23)

Kristal yang sudah murni dimasukkan ke dalam pipa kapiler berdiameter dalam 0,9 mm - 1,1 mm, setinggi 5 mm. Kapiler dimasukkan ke dalam tabung pemanasan dari alat Digital Melting Point, kemudian pemanasan dari alat tersebut diatur kenaikan suhunya sebesar $1^{\circ}\text{C}/\text{menit}$. Pengamatan terhadap melelehnya kristal adalah melalui lensa pengamatan alat yang dapat dilihat secara langsung.

Suhu dibaca pada saat cuplikan pada dinding kapiler mulai melebur hingga keseluruhannya berbentuk cair.

Jarak lebur yang diperoleh adalah $157,5^{\circ}\text{C} - 158^{\circ}\text{C}$.

IV.3.6.2 Penentuan dengan Spektroskopi Infra Merah (9,23,24)

Sebanyak 1 mg kristal yang sudah murni, digerus bersama-sama serbuk KBr dalam mortir hingga membentuk cam-

puran halus yang homogen.

Serbuk halus tersebut dimasukkan ke dalam lubang penekan hidrolitik yang disebut KBr pellet die, kemudian ditekan dengan tekanan 10.000 - 15.000 pound per inchi dalam keadaan hampa udara, hingga membentuk lempeng bulat tipis yang transparan atau disebut pellet KBr.

Pellet KBr dipasang dalam sel dan ditempatkan pada jalan berkas sinar cuplikan untuk dibuat spektrumnya.

Data spektrum infra merah yang diperoleh pada puncak serapan berturut-turut 3300 cm^{-1} spektrum gugus $-\text{OH}$ dan 2950 cm^{-1} spektrum gugus $-\text{CH}_3$. Untuk puncak serapan pada 1500 cm^{-1} ke bawah merupakan daerah sidik jari yang rumit ditentukan.

Hasilnya dapat dilihat pada gambar VIII.

IV.3.6.3 Penentuan dengan Spektrofotometer

Ultra Violet dan Sinar Tampak (23,24)

Langkah-langkah pengukuran untuk menentukan λ_{max} dari suatu komponen murni adalah sebagai berikut :

- Komponen murni dilarutkan dengan pelarut n-butanol dalam gelas piala.
- Kuvet dibersihkan dan dibilas dengan n-butanol.
- Pelarut n-butanol sebagai larutan blanko, dimasukkan ke dalam kuvet untuk ditentukan λ maksimumnya. Setelah itu, larutan cuplikan dimasukkan ke dalam kuvet untuk ditentukan spektrumnya dengan λ maksimum tertentu, menggunakan alat spektrofotometer ultra violet dan sinar tampak.

Hasil spektrum ultra violet dan sinar tampak dapat dilihat pada gambar IX.

BAB V

PEMBAHASAN

Ekstrak metanol dari jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt) sebagian dikromatografi lapis tipis dan dianalisis pendahuluan golongan senyawa kimia yang dikandungnya, antara lain golongan fenol, alkaloid, steroid dan saponin.

Ekstrak metanol yang tersisa dan sudah pekat, disuspensikan dengan air suling kemudian diekstraksi dengan pelarut dietil eter, untuk menarik komponen kimia yang bersifat nonpolar. Untuk menarik komponen kimia yang bersifat polar yang ada dalam lapisan air tersebut, digunakan n-Butanol jenuh air. Penggunaan n-butanol jenuh air dimaksudkan agar supaya pada saat dilakukan pemisahan, maka hanya komponen kimia yang bersifat polar yang ditarik oleh n-butanol. Sedang lapisan air dan bahan-bahan yang larut di dalamnya, tidak ikut terekstraksi. Komponen kimia yang terdapat dalam ekstrak dietil eter dan n-butanol, masing-masing dikromatografi lapis tipis dengan eluen hexan-etil acetat (9:1, 8:2 dan 7:3) untuk ekstrak dietil eter. Untuk ekstrak n-butanol menggunakan eluen kloroform-metanol-air (15:0,5 dan 15:6:1). Dari hasil kromatografi lapis tipis diperoleh 4 noda untuk ekstrak dietil eter dan 2 noda untuk ekstrak n-butanol, yang menggunakan penampak noda asam sulfat 10% dan sinar lampu ultra violet 254 nm.

Melalui pengamatan langsung, komponen kimia yang terdapat dalam ekstrak n-butanol membentuk kristal yang melekat pada dinding wadah, sehingga berdasarkan hal tersebut, ekstrak n-butanol selanjutnya dikromatografi lapis tipis preparatif. Noda yang dikeruk pada hasil pemisahan dengan kromatografi lapis tipis preparatif adalah noda kedua. Noda tersebut dapat berfluorosensi di bawah sinar lampu ultra violet 254 nm dengan warna ungu.

Untuk membersihkan dan memisahkan noda dengan serbuk silika gel, maka hasil kerukan dilarutkan dengan metanol teknis kemudian larutan disaring dengan penyaring Buchner sampai filtratnya menjadi jernih. Untuk mengetahui apakah sudah diperoleh noda tunggal pada hasil kerukan tersebut, maka dilakukan pengujian dengan kromatografi dua dimensi. Hasil pemeriksaan menunjukkan adanya noda tunggal. Filtrat diuapkan sampai pelarutnya habis, selanjutnya ditambahkan metanol p.a. Larutan tersebut disimpan dalam lemari pendingin kurang lebih 1x24 jam dan diperoleh kristal putih yang merupakan kristal murni.

Kristal yang murni diuji titik leburnya, diperoleh jarak lebur $157,5^{\circ}\text{C} - 158^{\circ}\text{C}$. Penentuan dengan spektroskopi infra merah diperoleh gugus $-\text{OH}$ pada bilangan gelombang 3300 cm^{-1} dan gugus $-\text{CH}_3$ pada bilangan gelombang 2950 cm^{-1} . Untuk bilangan gelombang 1500 cm^{-1} ke bawah, merupakan daerah sidik jari dan sangat rumit untuk ditentukan. Penentuan dengan spektroskopi ultra violet menunjukkan λ_{max} pada 218 nm dengan pelarut n-butanol.

BAB VI

KESIMPULAN DAN SARAN-SARAN

VI.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian yang telah dilakukan terhadap jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt), asal kota Administratif Palopo Kabupaten Luwu, maka dapat ditarik kesimpulan bahwa :

- Pemeriksaan pendahuluan kandungan kimia ekstrak metanol dari jamur Jemput-jemput menunjukkan adanya golongan fenol, steroid dan saponin.
- Dari jamur tersebut juga diperoleh kristal dengan jarak lebur $157,5^{\circ}\text{C} - 158^{\circ}\text{C}$ dan mengandung gugus $-\text{OH}$ dan $-\text{CH}_3$, serta mempunyai λ_{max} pada 218 nm dengan pelarut n-butanol.

VI.2 Saran-saran

Demi kelengkapan data-data yang sudah ada, maka disarankan :

- Untuk melanjutkan penelitian terhadap komponen yang belum teridentifikasi dari jamur Jemput-jemput.
- Penelitian farmakognostik terhadap jamur tersebut.
- Penelitian secara mikrobiologi daya hambat komponen dari jamur Jemput-jemput.

DAFTAR PUSTAKA

1. Anderson, C; (1982); "Petunjuk Moderen Kepada Kesehatan"; Indonesia Publishing House, Kotak Pos 85, Bandung, hl 13, 293.
2. Departemen Kesehatan Republik Indonesia; (1985); "Rencana Pokok Program Jangka Panjang Bidang Kesehatan 1983/84 - 1998/99"; hl 18, 25, 41.
3. Direktorat Jenderal Pengawasan Obat Dan Makanan Departemen Kesehatan Republik Indonesia; "Kodifikasi Peraturan Perundang Undangan Obat Tradisional"; hl 12 - 16.
4. Ketetapan Majelis Permusyawaratan Rakyat no II/MPR/1988/GBHN; hl 157
5. Dwidjoseputro; (1978); "Pengantar Mikologi"; Edisi II; Penerbit Alumni Bandung; hl 16, 17, 108, 142, 143, 157, 161, 169.
6. Heyne, K; (1987); "Tumbuhan Berguna Indonesia I"; Badan Penelitian dan Pengembang Kehutanan, Departemen Kehutanan, Jakarta, (Pnj); Jilid I; Cetakan I; hl 1, 23.
7. Alexopoulos; Mims; (1979); "Introductory Mycology"; Third edition; Wiley & Sons, New York, USA; hl 30 - 35.
8. Ingol, T, D; (1973); "The Biology of Fungi"; Hutchinson Educational, London; hl 66 - 71.
9. Departemen Kesehatan Republik Indonesia; (1979); "Farmakope Indonesia"; Edisi III; hl 33, 768, 772 - 784.
10. Departemen Kesehatan Republik Indonesia; (1986); "Sediaan Galenik"; Bakti Husada, Jakarta; hl 10, 11.

11. Arthur, L; "Text Book of Practical Organic Chemistry, Including Qualitative Organic Chemistry"; Third Edition; hl 21, 44, 122, 125.
12. Departemen Kesehatan Republik Indonesia; (1987); "Analisis Obat Tradisional"; Jilid II; Bakti Husada, Jakarta; hl 43, 46.
13. Harborne, J, B; (1987); "Metode Fitokimia"; Padmawinata dan Soediro (Pnj); Edisi II, Penerbit ITB, Bandung; hl 3 - 15, 47 - 50.
14. Schunack; Mayer; Haake; (1990); "Senyawa Obat", Wattimena dan Soebito (Pnj); Edisi II; Penerbit Gadjah Mada University Press; hl 43, 77 - 81, 625 - 627, 769.
15. Doerge, R, F; (1992); "Wilson and Gisvold's, Text Book of Organic Medicinal and Pharmaceutical Chemistry"; Eight edition; J.B.Lippincott Company, Philadelphia, Toronto; Eight edition; hl 5, 130, 139, 151, 657.
16. Claus, Edward; (1962); "Pharmacognosy"; Fourth edition; Philadelphia, Lea and Febiger; hl 129, 293.
17. Said, Susanti; Jeanny Wunas; (1981); "Analisis Kimia Farmasi Kualitatif"; Lembaga Penerbitan Universitas Hasanuddin; hl 8 - 15.
18. Majalah Kedokteran Indonesia; (1981); Medical Note; Volume 31; nomor 9 - 10; hl 160 - 164.
19. Wunas, Jeanny; (1983); "Penentuan Kadar Diosgenin Dalam Rimpang Costus Dengan Cara Densitometri Dan Spektrofotometri", Tesis Pasca Sarjana; ITB Bandung; hl 12, 15, 20, 25.

20. Gritter; Robbit; Scharting; (1991); "Pengantar Kromatografi"; Edisi II; Penerbit ITB Bandung; hl 1, 17, 107.
21. Sastrohamidjojo, H; (1985); "Kromatografi"; Edisi II; Penerbit Liberty Yogyakarta; hl 1, 3, 26 - 40.
22. Sudjadi; (1988); "Metode Pemisahan"; Cetakan I; Penerbit Kanisius; Yogyakarta; hl 31 -40, 60 - 66, 73, 75, 167.
23. Dasli, N; (1986); "Elusidasi Struktur Senyawa Organik"; Penerbit Angkasa, Bandung; hl 1, 8.- 54, 71 - 78, 81 - 125.
24. Roth; Bla schke; (1988); "Analisis Farmasi", Kisman dan Ibrahim (Pnj); Penerbit Gadjah Mada University Press; hl 367 - 391.
25. Zhi-zen, Lou; (1980); "General Control Methods For Vegetable Drugs"; Organization Modiale De La Sante; hl 121, 122.

Tabel 1. Hasil Pemeriksaan Kromatografi Lapis Tipis
 Ekstrak Metanol Jamur Jemput-jemput
 (Daldinia concentrica Bolt)

E l u e n	Nomor noda	P e n a m p a k n o d a			
		H ₂ SO ₄ 10 %		sinar ultra violet	
		warna	Rf	warna	Rf
A	1	kuning	0,60	ungu	0,69
	2	kuning kehijauan	0,436	kuning	0,436
	3	ungu tua	0,3	ungu	0,3
	4	coklat	0,127	-	-
B	1	kuning	0,92	ungu	0,92
	2	kuning kehijauan	0,78	kuning	0,78
	3	ungu tua	0,52	ungu	0,52
	4	coklat	0,42	-	-
C	1	ungu kemerahan	0,4	-	-
	2	ungu	0,16	ungu	0,16
D	1	ungu kemerahan	0,5	-	-
	2	ungu	0,23	ungu	0,23

Keterangan :

Eluen A = Hexan-Etil acetat (9:1)

B = Hexan-Etil acetat (7:3)

C = Kloroform-Metanol-Air (15:6:0,5)

D = Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

- = Negatif

Tabel 2. Hasil Pemeriksaan Kromatografi Lapis Tipis
 Ekstrak Dietil Eter Jamur Jemput-jemput
 (Daldinia concentrica Bolt)

E l u e n	Nomor noda	P e n a m p a k n o d a			
		H ₂ SO ₄ 10 %		sinar ultra violet	
		warna	Rf	warna	Rf
A	1	kuning tua	0,65	kuning	0,65
	2	kuning kehijauan	0,41	kuning	0,41
	3	ungu tua	0,29	ungu	0,29
	4	coklat	0,14	-	-
B	1	kuning tua	0,83	kuning	0,83
	2	kuning kehijauan	0,63	kuning	0,63
	3	ungu kebiruan	0,43	ungu	0,43
	4	coklat	0,34	-	-
C	1	kuning	0,89	kuning	0,89
	2	kuning muda	0,83	kuning	0,83
	3	ungu kebiruan	0,52	ungu	0,52
	4	coklat muda	0,42	-	-

Keterangan :

Eluen A = Hexan-Etil acetat (9:1)

B = Hexan-Etil acetat (8:2)

C = Hexan-Etil acetat (7:3)

- = Negatif

Tabel 3. Hasil Pemeriksaan Kromatografi Lapis Tipis
 Ekstrak n-Butanol Jamur Jemput-jemput
 (Daldinia concentrica Bolt)

E l u e n	Nomor noda	P e n a m p a k n o d a			
		H ₂ SO ₄ 10 %		sinar ultra violet	
		warna	Rf (cm)	warna	Rf (cm)
A	1	ungu merah	0,5	-	-
	2	u n g u	0,272	u n g u	0,272
B	1	ungu merah	0,4	-	-
	2	u n g u	0,24	u n g u	0,24

Keterangan :

Eluen A = Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

B = Kloroform-Metanol-Air (15:6:0,5)

- = Negatif

Tabel 4. Hasil Pemeriksaan Pendahuluan Kandungan Kimia
 Ekstrak Metanol Jamur Jemput-jemput
 (Daldinia concentrica Bolt)

Golongan	Fereaksi	Hasil Pemeriksaan		Kete- rangan
		Pustaka	Contoh	
Fenol	Besi(III)- klorida	Hijau kebiruan	Endapan hijau- kehitaman	+
Alkaloid	Mayer	Endapan kuning atau putih	Larutan kuning	-
	Dragendorf	Jingga/merah kekuningan	Larutan kuning	-
	Bouchardat	Endapan coklat	Endapan merah kecoklatan	-
Steroid	Carr Price-	U n g u	ungu kebiruan	+
	Liebermenn- Bouchardat	Merah-biru-hi- jau	Coklat	-
Saponin	Air panas,	Busa setinggi 1 - 10 cm	Busa setinggi 6 cm	+
	tambah HCl 2N	Busa stabil	Busa stabil	+

Tabel 5. Hasil Pemeriksaan Kromatografi Dua Dimensi
 Ekstrak n-Butanol yang Dipisahkan Secara
 Kromatografi Lapis Tipis Preparatif

Gambar Lempeng	Arah	Eluen	Penampak noda sinar ultra violet	
			warna	Rf (cm)
I	1	A	ungu	0,27
	2	A	ungu	0,27
II	1	A	ungu	0,28
	2	B	ungu	0,54

Keterangan :

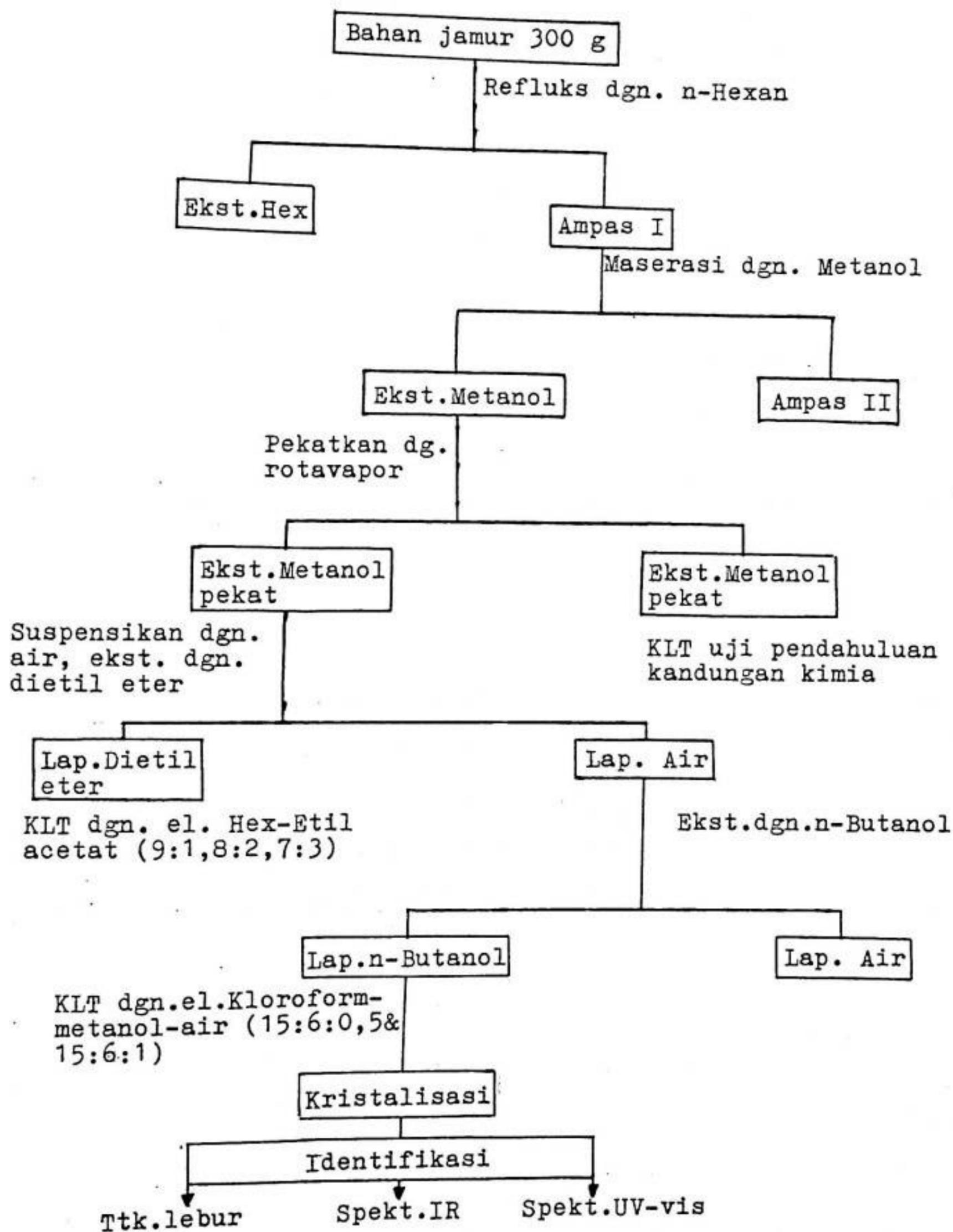
Eluen A = Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

B = Kloroform-Metanol-Air (15:2:1)

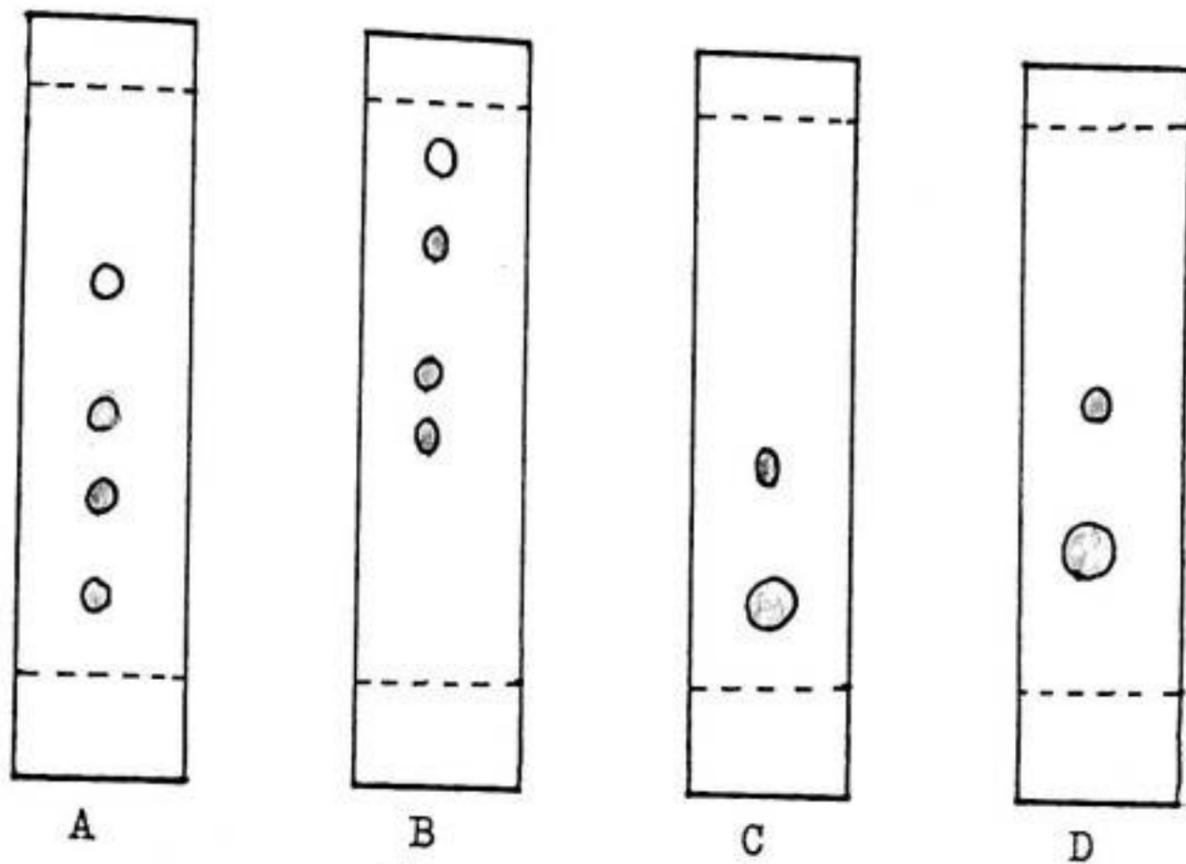


- 1. Tubuh jamur yang tumbuh berkelompok.
- 2. Spora yang sedang keluar berwarna hitam.
- 3. Tubuh jamur yang berdiri sendiri.
- 4. Kayu tempat tumbuh.

Gambar I. Morfologi Jamur Jemput-jemput
(Daldinia concentrica Bolt)



Gambar II. Skema Pengerjaan



Gambar IIIa. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak metanol jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)

Keterangan :

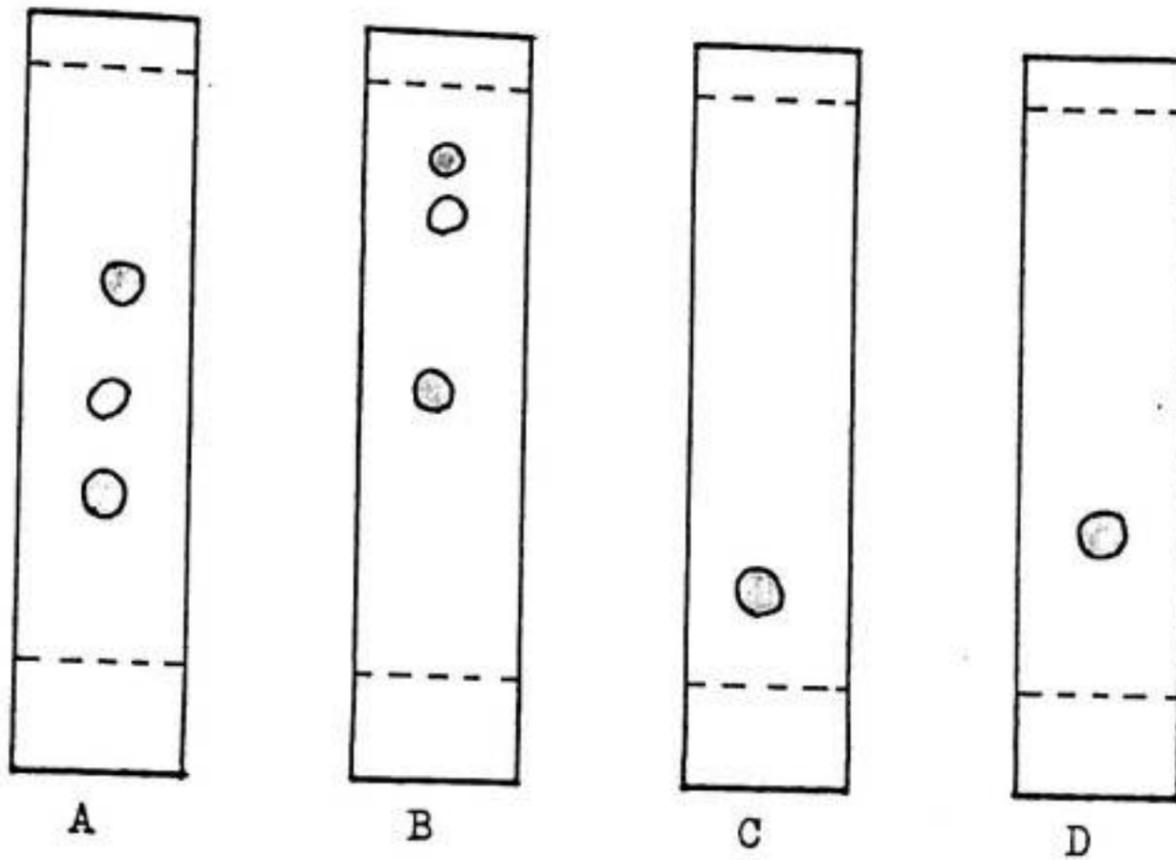
Eluen A = Hexan-Etil acetat (9:1)

B = Hexan-Etil acetat (8:2)

C = Kloroform-Metanol-Air (15:6:0,5)

D = Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

Penampak noda = H_2SO_4 10%



Gambar IIIb. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak metanol jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)

Keterangan :

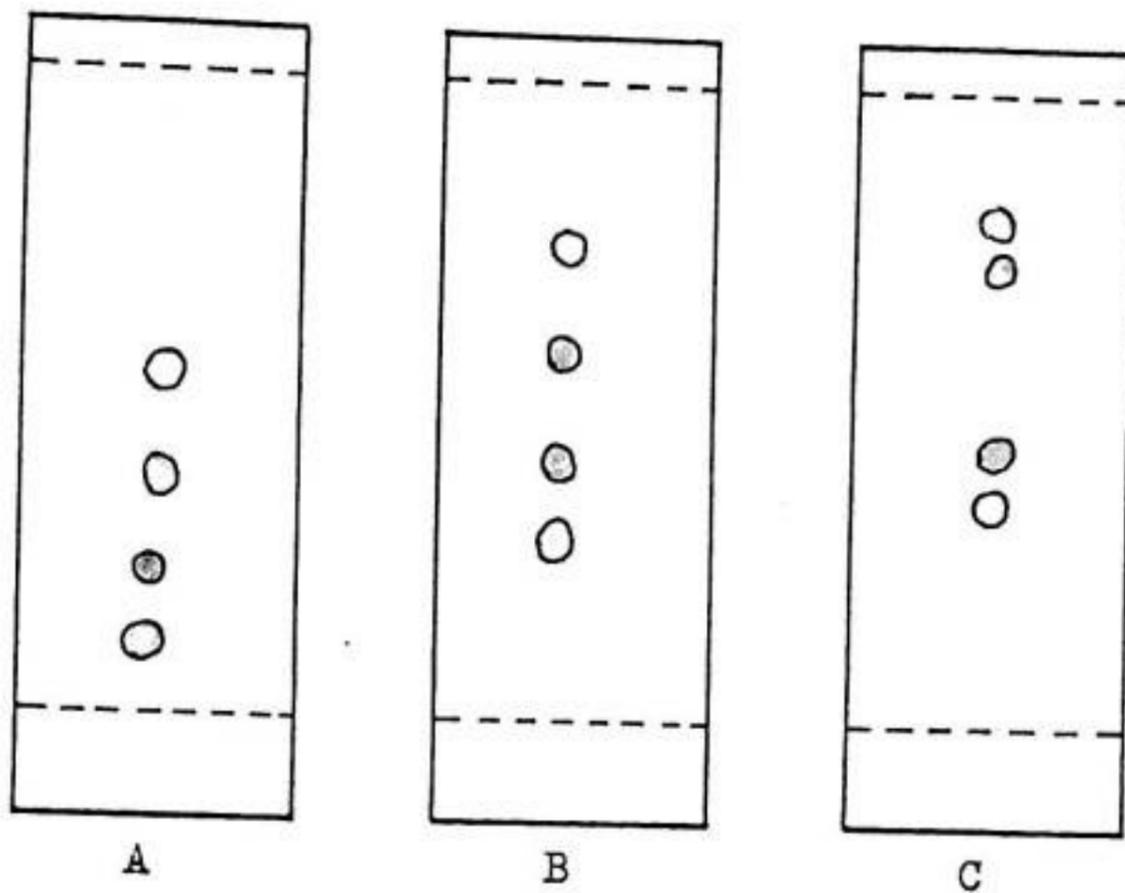
Eluen A = Hexan-Etil acetat (9:1)

B = Hexan-Etil acetat (7:3)

C = Kloroform-Metanol-Air (15:6:0,5)

D = Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

Penampak noda = sinar lampu ultra violet 254 nm



Gambar IVa. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak dietil eter jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)

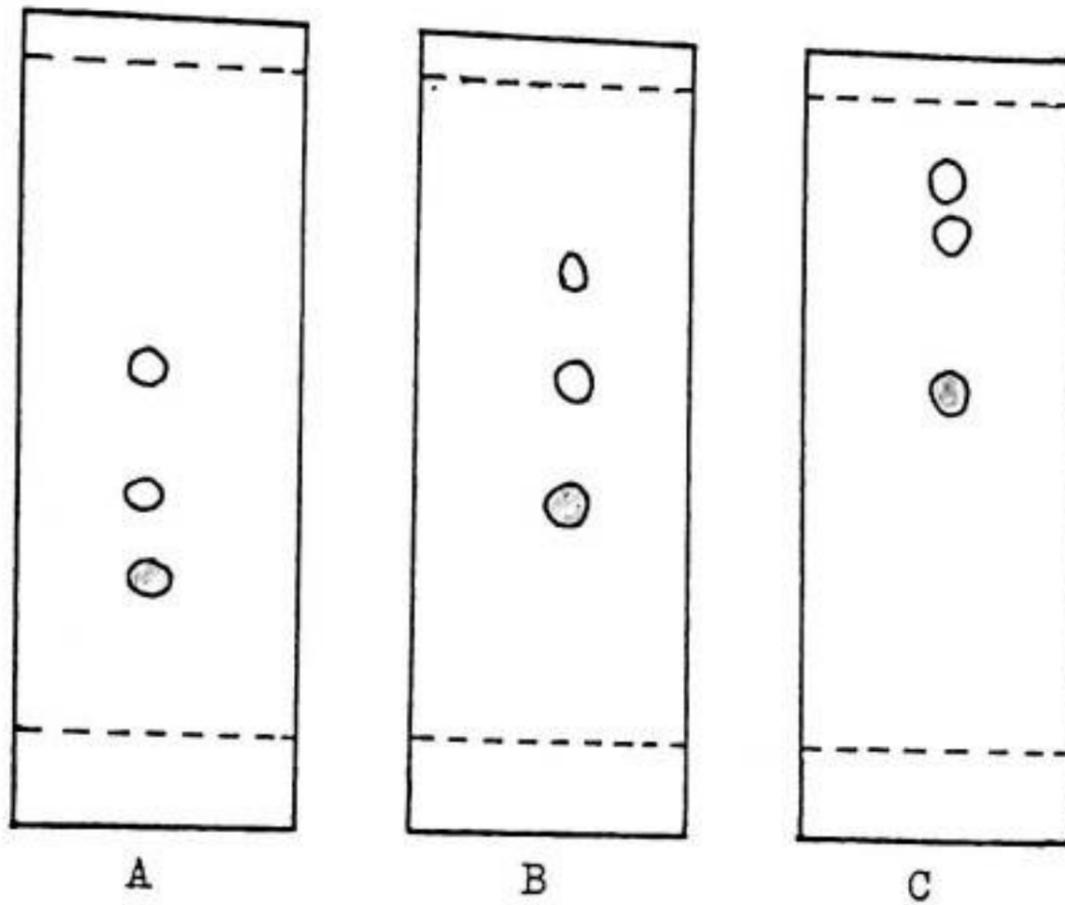
Keterangan :

Eluen A = Hexan-Etil acetat (9:1)

B = Hexan-Etil acetat (8:2)

C = Hexan-Etil acetat (7:3)

Penampak noda = Asam sulfat 10%



Gambar IVb. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak dietil eter jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)

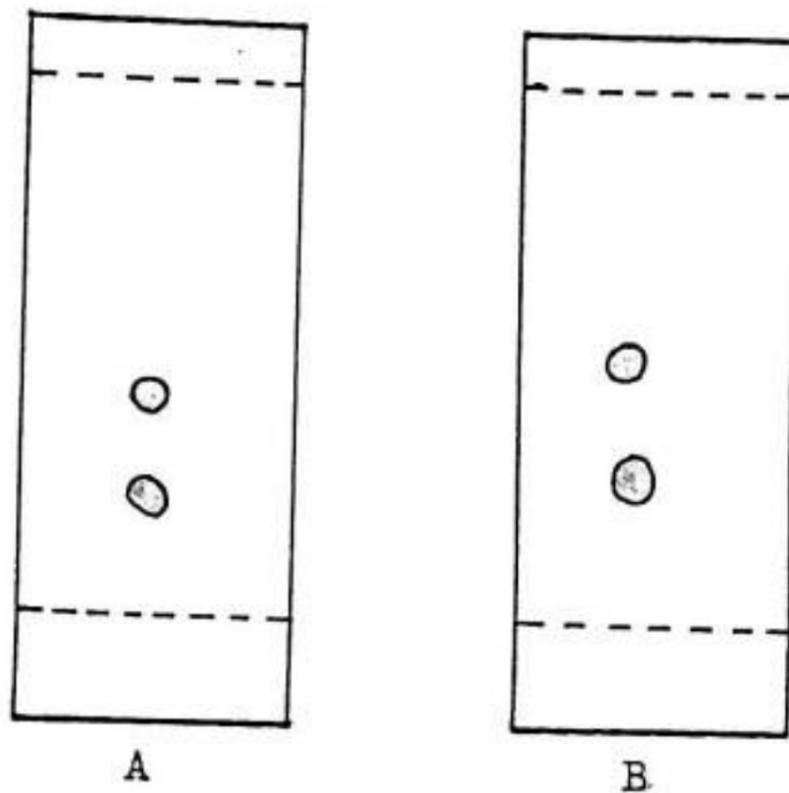
Keterangan :

Eluen A = Hexan-Etil acetat (9:1)

B = Hexan-Etil acetat (8:2)

C = Hexan Etil acetat (7:3)

Penampak noda = sinar lampu ultra violet 254 nm.



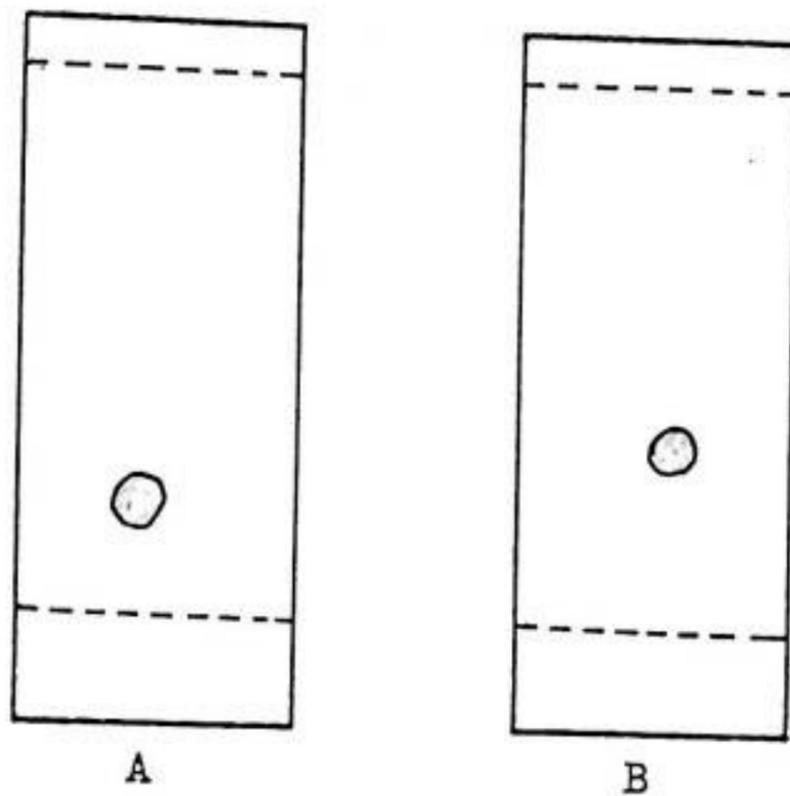
Gambar Va. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)

Keterangan :

Eluen A = Kloroform-Metanol-Air (15:6:0,5)

B = Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

Penampak noda = Asam sulfat 10%



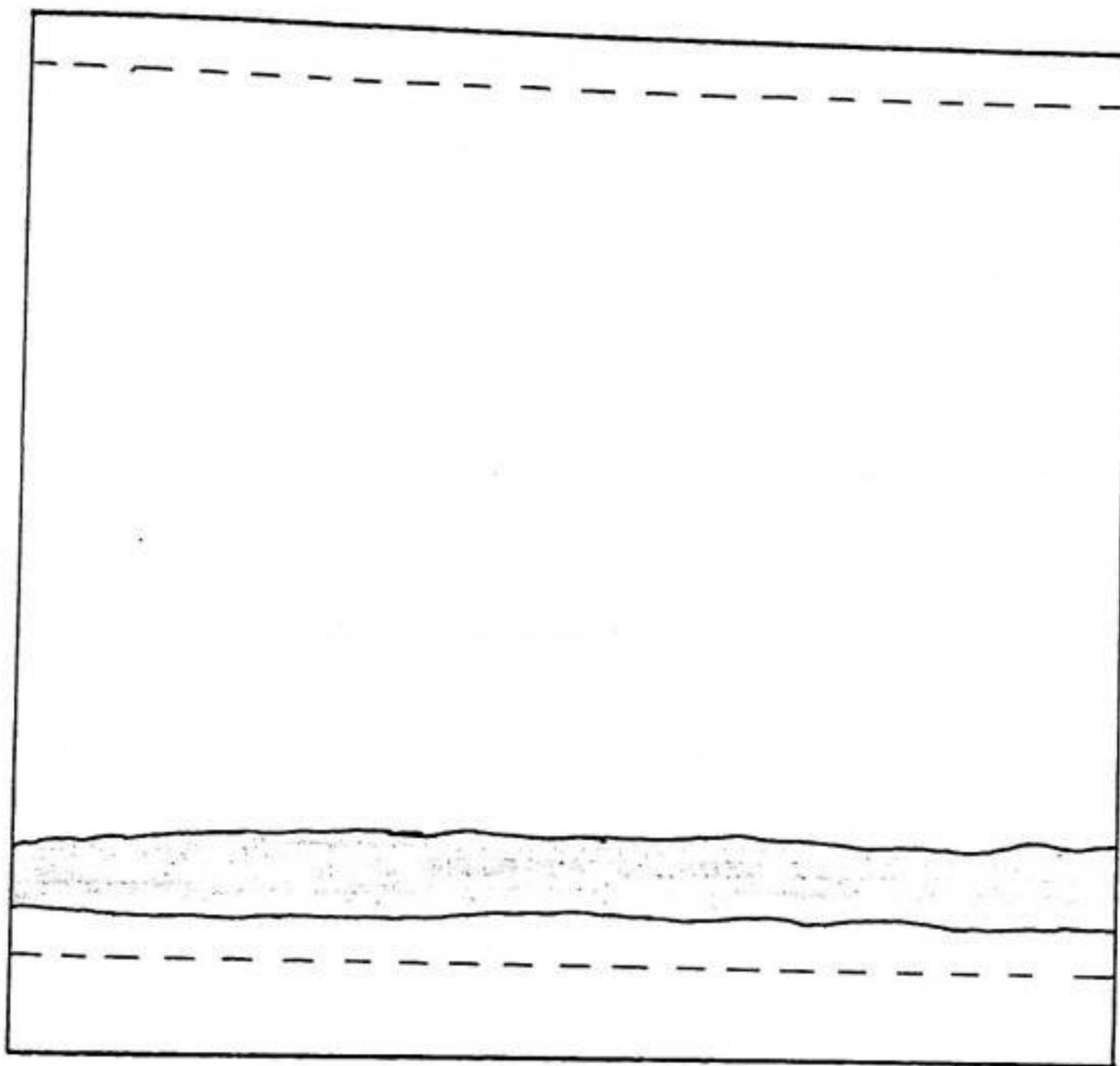
Gambar Vb. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)

Keterangan :

Eluen A = Kloroform-Metanol-Air (15:6:0,5)

B = Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

Penampak noda = sinar lampu ultra violet 254 nm

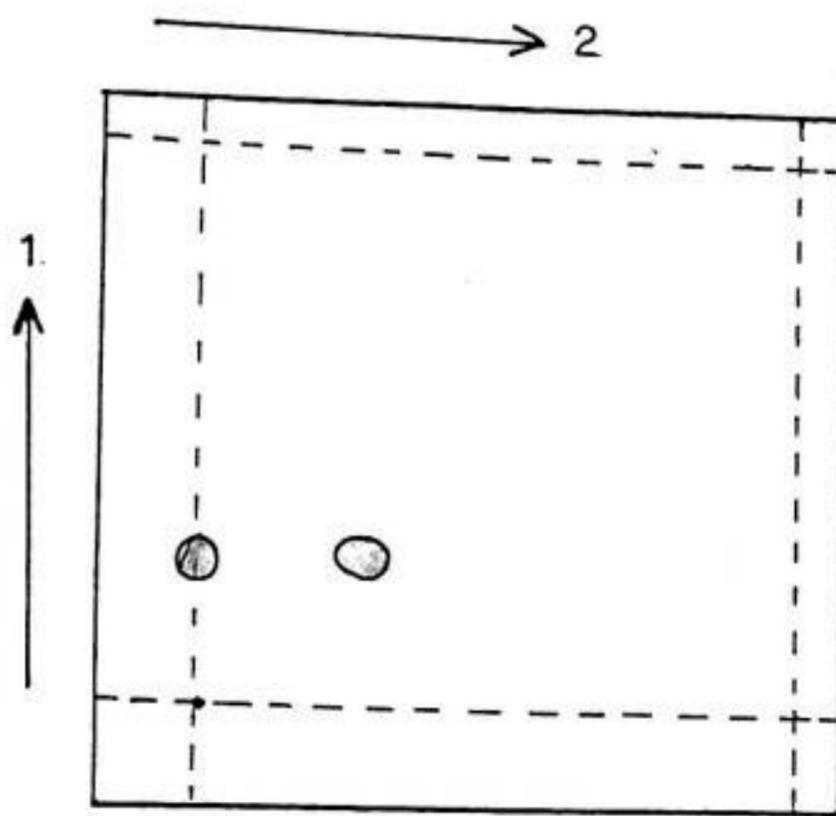


Gambar VI. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis preparatif ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)

Keterangan :

Menggunakan eluen : Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

Penampak noda : sinar lampu ultra violet 254 nm



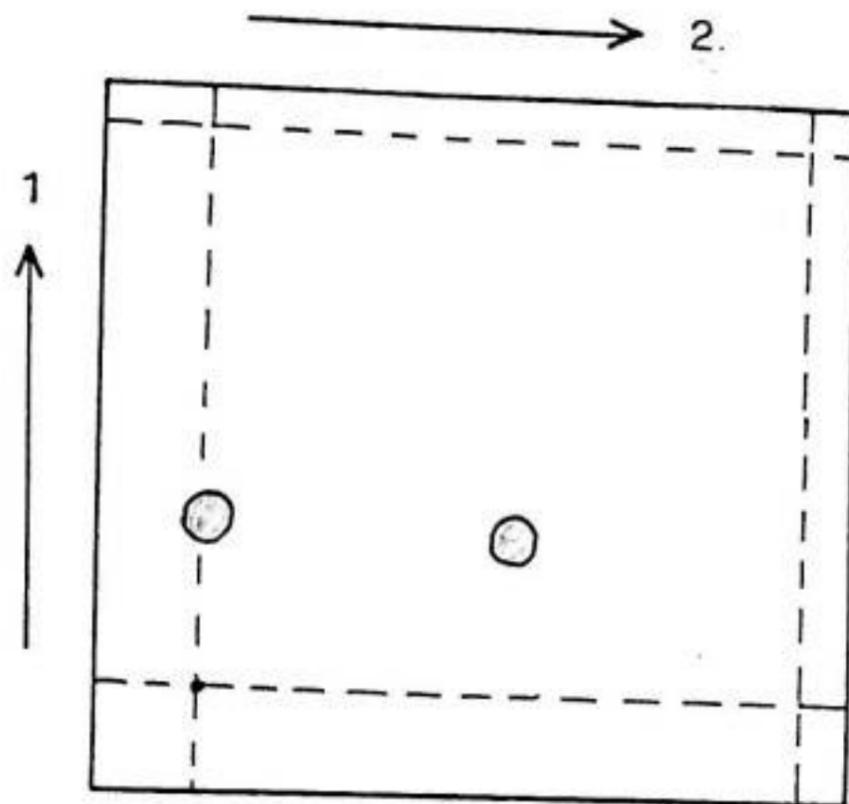
Gambar VIIa. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol yang dipisahkan secara kromatografi lapis tipis preparatif

Keterangan :

Arah 1 dan 2 menggunakan eluen :

Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

Penampak noda : sinar lampu ultra violet 254 nm



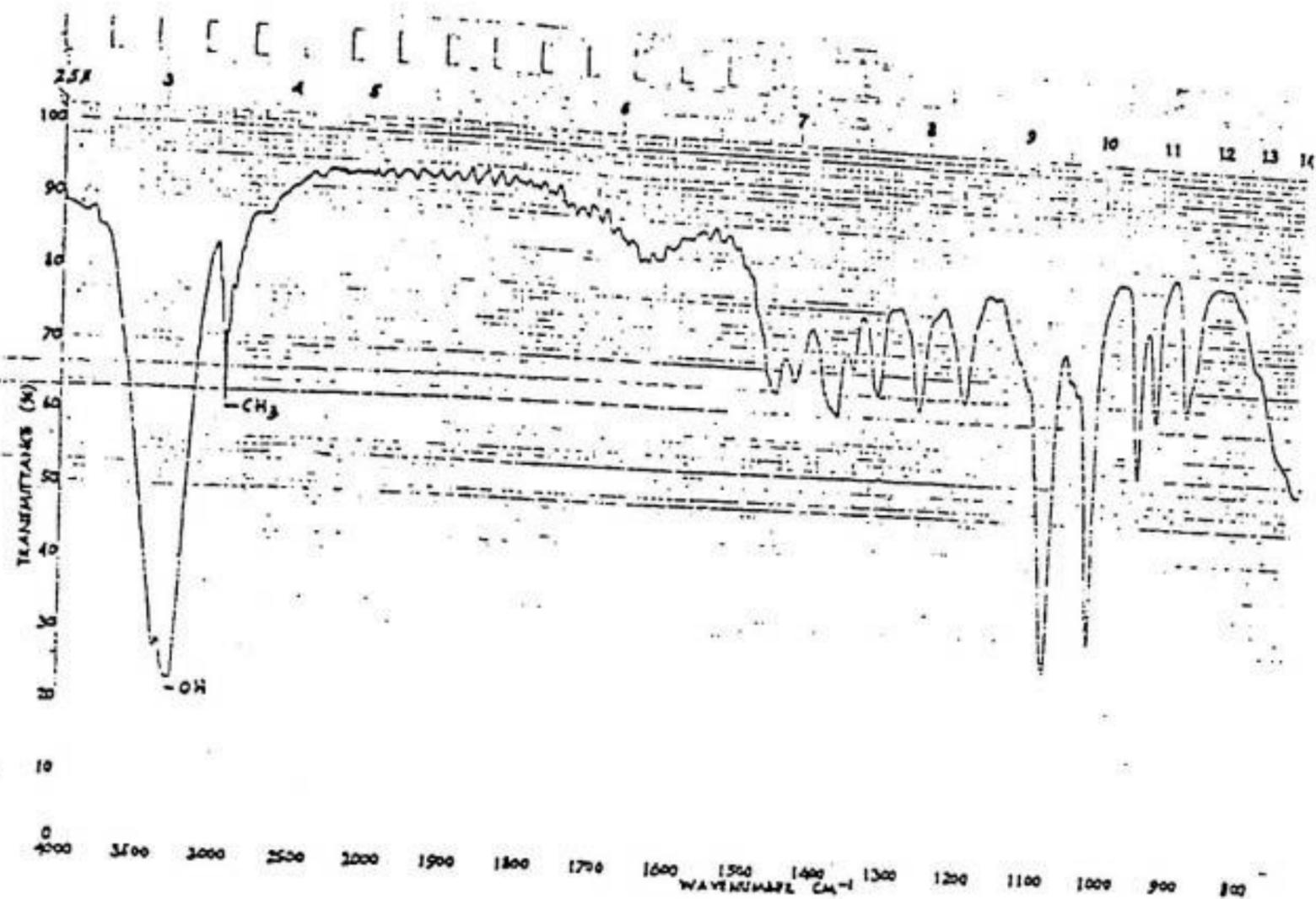
Gambar VIIb. Hasil pemeriksaan kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol yang dipisahkan secara kromatografi lapis tipis preparatif

Keterangan :

Arah 1 : eluen = Kloroform-Metanol-Air (15:6:1)

Arah 2 : eluen = Etil acetat-Etanol-Air (16:2:1)

Penampak noda = sinar ultra violet 254 nm



Gambar VIII. Hasil spektrum infra merah komponen murni dari ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)

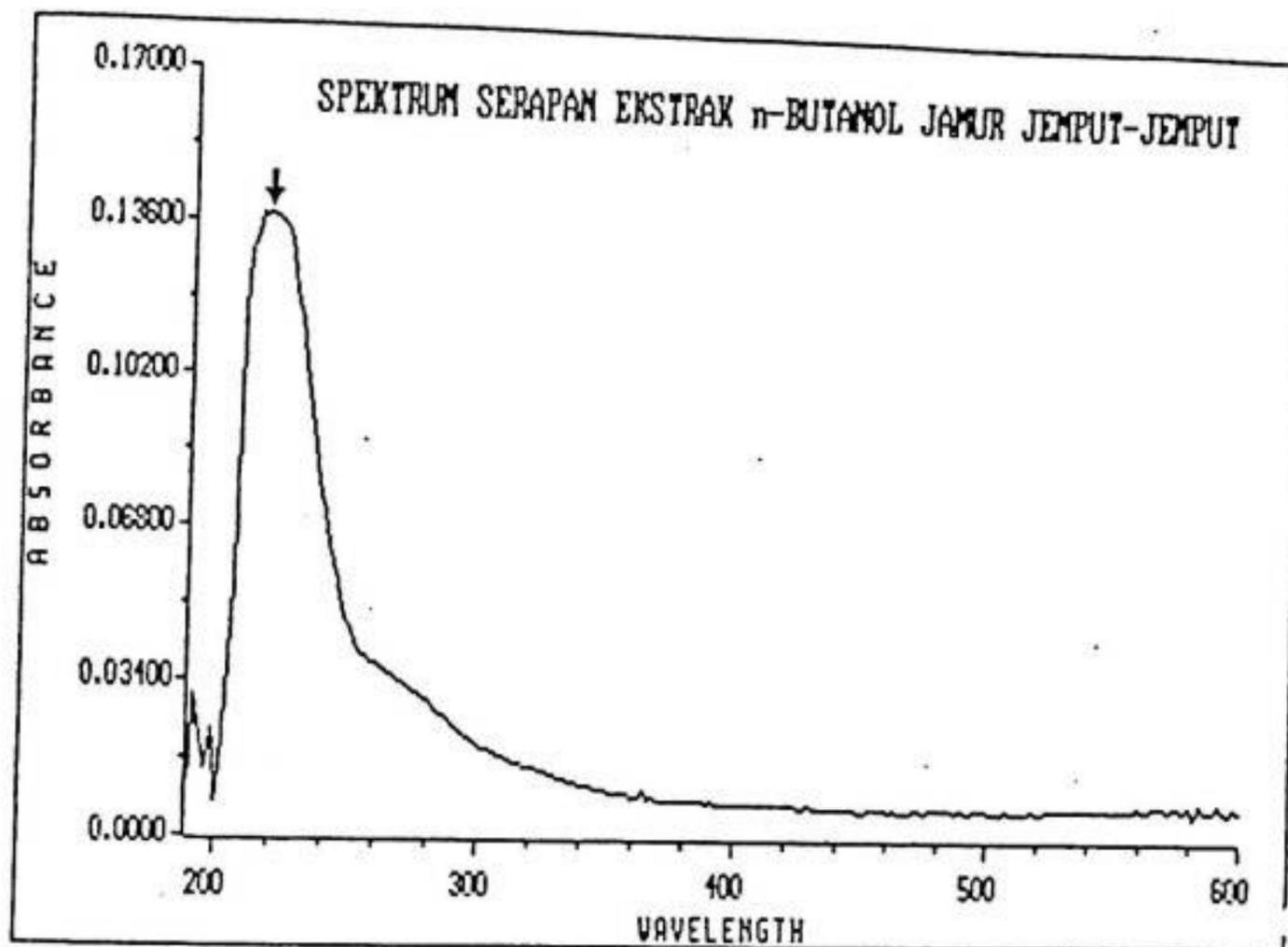
---> WAVELENGTH SCAN REPORT <---

Date : 02-06-1992
Time : 12:42:02
Operator : Not Entered

File Name : biyori-1.WAV

Sample Name : Eks.Nb Jemput2
Solvent Name : n-Butanol
Concentration : 0.00E+00
Units : pp

Function : Absorbance
Wavelength Range : 190 to 820 nanometers
Integration Time : 1 seconds
Std Deviation : OFF



Annotated Wavelengths:

1 : Wavelength = 218 Result = 0.137772

Gambar IX. Hasil spektrum ultra violet komponen murni dari ekstrak n-butanol jamur Jemput-jemput (Daldinia concentrica Bolt)