

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIMIA
HERBA MENIRAN (PHYLLANTHUS NIRURI L.)
ASAL KOTA MADYA UJUNG PANDANG



OLEH
MARJULI ✓
84 03 146



PERPUSTAKAAN PUSAT UNIV. HASANUDDIN	
Tgl. terima	16-02-93
Asal dari	-
Banyaknya	21 daun/eks.
Harga	Hadiah
No. Inventaris	93 21 08 081
No. Ess	

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1991

24

S K R I P S I

OLEH

M A R J U L I

84 03 146



FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1991

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIMIA.
HERBA MENIRAN (PHYLLANTHUS NIRURI Linn.)
ASAL KOTA MADYA UJUNG PANDANG

OLEH
M A R J U L I
84 03 146

Skripsi untuk melengkapi tugas dan
memenuhi syarat untuk memperoleh
gelar sarjana

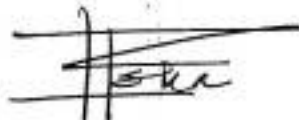
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS HASANUDDIN

1991

ISOLASI DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN KIPIA
HERBA MENIRAN (PHYLLANTHUS NIRURI Linn.)
ASAL KOTA MADYA UJUNG PANDANG

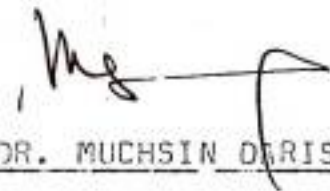
Disetujui Oleh

Pembimbing Utama



(DRA. SISKHA HERLINA ROVANO)

Pembimbing Pertama



(DR. MUCHSIN DARISE, M.Sc)

UCAPAN TERIMA KASIH

Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah Yang Maha Kuasa atas berkat dan KaruniaNya sehingga skripsi ini dapat diselesaikan, yang mana merupakan salah satu syarat yang harus dipenuhi untuk menyelesaikan studi kami pada Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

Terima kasih yang tak terhingga penulis sampaikan kepada kedua orang tua tercinta yang selama ini telah banyak memberikan dorongan moril dan bantuan materil serta do'a yang tulus sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini dengan baik.

Rasa terima kasih dan penghargaan yang setinggi-tingginya penulis ucapkan kepada :

1. Ibu Dra. Siska Herlina Rovanio sebagai pembimbing Utama yang telah meluangkan waktu, tenaga dan pikiran untuk membimbing penulis selama penelitian hingga skripsi ini dapat diselesaikan.
2. Bapak DR. Muchsin Darise M.Sc sebagai pembimbing pertama yang telah banyak memberikan bantuannya baik moril maupun materil serta membimbing penulis selama penelitian hingga skripsi ini dapat diselesaikan.

Tak lupa pada kesempatan ini penulis ucapkan terima kasih dan penghargaan kepada :

1. Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.

2. Ketua/Sekretaris jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
3. Ibu Dra. Ny. Aisyah Fatmawati sebagai penasehat Akademik.
4. Kepala Laboratorium Farmakognosi dan Fitokimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
5. Bapak dan Ibu dosen khususnya Jurusan Farmasi Fakultas Matematika dan Ilmu pengetahuan Alam Universitas Hasanuddin.
6. Rekan-rekan dan para pegawai yang tak sempat penulis ucapkan satu persatu yang telah memberikan bantuannya baik moril maupun materil.

Sebagai akhir kata semoga skripsi ini dapat bermanfaat bagi ilmu pengetahuan dalam bidang farmasi serta masyarakat pada umumnya.

Ujung Pandang, Nopember 1991

Penulis

A B S T R A K

Telah dilakukan penelitian komponen kimia herba maniran (Phyllanthus niruri Linn.) yang tumbuh di Katangka kota madya Ujung Pandang. Penelitian ini meliputi ekstraksi secara maserasi dengan menggunakan pelarut metanol, ekstrak metanol dipisahkan kemudian diekstraksi dengan dietil eter dan selanjutnya diekstraksi dengan n-butanol jenuh air dalam corong pisah.

Pemisahan komponen kimia ekstrak dietil eter secara kromatografi lapis tipis menggunakan cairan pengelusi n-heksan-etilasetat (8:2) menunjukkan 8 komponen, pemisahan ekstrak n-butanol menggunakan cairan pengelusi kloroform-metanol-air (8:2:1) menunjukkan 3 komponen. Kedua pemisahan ini menggunakan papir kromatografi asam sulfat 10 %.

Pemisahan komponen kimia ekstrak dietil eter dengan kromatografi kolom menggunakan cairan pengelusi n-heksan-etilasetat (10:1 - 7:3) diperoleh 2 komponen tunggal dan beberapa komponen yang belum terpisah menjadi komponen tunggal.

Hasil identifikasi komponen tunggal pada fraksi B berdasarkan data spektrum $^1\text{H-NMR}$, menunjukkan gugus-gugus pada pergeseran kimia : $-\text{CH}_3$ pada $\delta = 0,32$ ppm, $-\text{CH}_2$ pada $\delta = 0,7$ ppm, sedangkan data spektrum infra merah (IR) menunjukkan gugus-gugus : $-\text{CH}_3$ pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 2925 cm^{-1} , $-\text{CH}_2$ pada ($\bar{\nu}$) = 2850 cm^{-1} , $-\text{C}=\text{C}$ pada ($\bar{\nu}$) = 1640 cm^{-1} .

$(\bar{\nu}) = 1465 \text{ cm}^{-1}$ dan gugus -C=O pada $(\bar{\nu}) = 1740 \text{ cm}^{-1}$. Hasil identifikasi komponen tunggal fraksi D berdasarkan data spektrum $^1\text{H-NMR}$, menunjukkan gugus-gugus pada pergeseran kimia : -CH_3 pada $\delta = 0,63 \text{ ppm}$, -CH_2 pada $\delta = 0,9 \text{ ppm}$ dan gugus -OH pada $\delta = 2,4 - 2,97 \text{ ppm}$, data spektrum infra merah (IR) menunjukkan gugus-gugus : -OH pada bilangan gelombang $(\bar{\nu}) = 3400 \text{ cm}^{-1}$, -CH_3 pada $= 2925 \text{ cm}^{-1}$, -CH_2 pada $(\bar{\nu}) = 2850 \text{ cm}^{-1}$, -C=O pada $(\bar{\nu}) = 1710 \text{ cm}^{-1}$ dan gugus -C=C pada $(\bar{\nu}) = 1465 \text{ cm}^{-1}$.

A B S T R A C T

The isolation and identification of chemical constituents of herb of maniran (Phyllanthus niruri Linn.), grown in Katangka Ujung Pandang, has been investigated. The investigation consist of extraction by maseration method using methanol, the methanol extract was extracted with diethyl ether and then with n-butanol saturated with water.

The separation of chemical constituents of diethyl ether extract with the thin layer chromatography using hexane - ethyl acetate (8 : 2 dan 7 : 3) as solvent systems afforded 8 spots, and the n-butanol extract using chloroform - methanol - water (8 : 2 : 1) as solvent systems afforded 5 spots, and 10 % sulfurid acid as sprayer reagent.

The isolation of compounds from diethyl ether extract with chromatography colomn, using hexane - ethyl acetate (10 : 1 - 7 : 3) as solvent system afforded two sole compound, fraction B and D.

The identification of sole compound, fraction B, with $^1\text{H-NMR}$ spektrum, exhibited $-\text{CH}_3$ group at $\delta = 0,32$ ppm, $-\text{CH}_2$ at $\delta = 0,7$ ppm and infra red spectrum exhibited $-\text{CH}_3$ group at $\bar{\nu} = 2925 \text{ cm}^{-1}$, $-\text{CH}_2$ at $\bar{\nu} = 2850 \text{ cm}^{-1}$, $-\text{C}=\text{C}$ at $\bar{\nu} = 1465 \text{ cm}^{-1}$, $-\text{C}=\text{O}$ at $\bar{\nu} = 1740 \text{ cm}^{-1}$. The identification of sole fraction D, with $^1\text{H-NMR}$ spectrum, exhibited $-\text{CH}_3$ group at $\delta = 0,63$ ppm, $-\text{CH}_2$ at $\delta = 0,9$ ppm, $-\text{OH}$ at $\delta = 2,4 - 2,97$ ppm

and infra red spectrum exhibited -OH_2 group at $\bar{\nu} = 3400$ cm^{-1} , -CH_3 at $\bar{\nu} = 2925$ cm^{-1} , -CH_2 at $\bar{\nu} = 2850$ cm^{-1} , -C=O at $\bar{\nu} = 1710$ cm^{-1} and -C=C at $\bar{\nu} = 1465$ cm^{-1} .

DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I. PENDAHULUAN	1
BAB II. TINJAUAN PUSTAKA	3
II.1 Uraian Tumbuhan	3
II.1.1 Klasifikasi Tumbuhan	3
II.1.2 Nama Daerah	3
II.1.3 Morfologi Tumbuhan	4
II.1.4 Kegunaan	4
II.1.5 Kandungan	5
II.2 Metode Ekstraksi Bahan Alam	5
II.2.1 Tujuan Ekstraksi	5
II.2.2 Jenis-jenis Ekstraksi	5
II.2.3 Cara-cara Ekstraksi	6
II.3 Metode Isolasi dan Pemurnian	8
II.3.1 Kromatografi Lapis Tipis	9
II.3.2 Kromatografi Kolom	10
II.4 Metode Identifikasi dan Karakterisasi	11
II.4.1 Spektroskopi Infra Merah	12

II.4.2 Spektroskopi Resonansi Magnetik	
Inti	14
BAB III. PENELITIAN DAN HASIL PENELITIAN	16
III.1 Alat-alat yang digunakan	17
III.2 Bahan-bahan yang digunakan.....	17
III.3 Cara Kerja	17
III.3.1 Pengambilan Bahan	17
III.3.2 Pengolahan Bahan	17
III.3.3 Ekstraksi Bahan	18
1. Ekstraksi secara Maserasi	
dengan metanol	18
2. Ekstraksi dengan Dietil	
eter	19
3. Ekstraksi dengan n-butanol	
jenuh air	19
III.3.4 Pemisahan dan Pemurnian	20
1. Kromatografi Lapis	
tipis	20
2. Kromatografi Kolom	21
III.3.5 Identifikasi dan Karakterisasi	
Komponen	24
1. Penentuan dengan Spektros-	
kopi infra merah	24
2. Penentuan dengan Spektros-	
kopi Resonansi Magnetik	

inti	24
3. Penentuan dengan reaksi lieber- man burchard	25
BAB IV. PEMBAHASAN	26
BAB V. KESIMPULAN DAN SARAN	28
V.1 Kesimpulan	28
V.2 Saran	28
DAFTAR PUSTAKA	29

DAFTAR GAMBAR

Halaman

GAMBAR

I.	Hasil kromatografi lapis tipis ekstrak metanol..	31
II.	Hasil kromatografi lapis tipis ekstrak dietil eter	33
III.	Hasil kromatografi lapis tipis ekstrak n-butanol	35
IV.	Hasil kromatografi lapis tipis fraksi-fraksi dari kolom kromatografi	37
V.	Data spektrum Infra Merah (IR) fraksi B	39
VI.	Data spektrum $^1\text{H-NMR}$ fraksi B	40
VII.	Data spektrum Infra Merah (IR) fraksi D	41
VIII.	Data spektrum $^1\text{H-NMR}$ fraksi D	42

DAFTAR TABEL

Halaman

TABEL

1. Hasil pengamatan kromatografi lapis tipis dari ekstrak metanol	32
2. Hasil pengamatan kromatografi lapis tipis dari ekstrak dietil eter	34
3. Hasil pengamatan kromatografi lapis tipis dari ekstrak n-butanol	36
4. Hasil pengamatan kromatografi lapis tipis fraksi-fraksi dari kolom kromatografi	38

DAFTAR LAMPIRAN

LAMPIRAN

Halaman

1. Bagan Isolasi komponen kimia
Herba Meniran (Phyllanthus niruri Linn.) 43³
2. Gambar Tanaman Meniran (Phyllanthus niruri Linn.) 44⁴



BAB I PENDAHULUAN

Pemanfaatan bahan alam sebagai obat hingga saat ini masih banyak dipakai oleh masyarakat dalam pengobatan berbagai jenis penyakit, pengetahuan ini telah diwariskan secara turun-temurun berdasarkan adat kebiasaan. Untuk meningkatkan dan mengembangkan obat tradisional maka diperlukan penelitian-penelitian secara ilmiah atas bahan baku, maupun obat tradisional.(1)

Usaha isolasi dan identifikasi komponen kimia yang terdapat dalam bahan alam, merupakan salah satu bagian dari rangkaian penelitian obat tradisional karena dapat memberikan informasi penelitian berikutnya.

Salah satu bahan alam yang dikenal memiliki khasiat sebagai obat adalah meniran (Phyllanthus niruri Linn.), daun tumbuhan ini secara tradisional digunakan sebagai obat sakit ginjal, diuretik yang kuat, penolak demam, penurun tekanan darah tinggi dan kadang-kadang digunakan sebagai abortivum (1,2,7,10). Efek antipiretik terhadap hewan uji marmut dan efek penurun tekanan darah terhadap hewan percobaan anjing, telah diteliti oleh Said Nasirah A dan Makkarum Makarumpa, Azisah A (4,5).

Penelitian kandungan kimia filantin dan hypofilantin yang terdapat pada daun meniran telah dilakukan oleh peneliti terdahulu (9), sedangkan penelitian komponen kimia

dari seluruh bagian tumbuhan ini menurut sumber-sumber pustaka yang ~~ada~~ tersedia belum ada yang pernah mengekstraksi komponen kimianya. Sehingga berdasarkan dari literatur diatas maka telah dilakukan pengumpulan seluruh bagian tumbuhan tersebut dan selanjutnya diekstraksi kemudian dianalisis komponen kimianya yang tersari dengan metode kromatografi dan spektroskopi

Penelitian ini diharapkan dapat diperoleh data kimia yang terdapat dalam herba meniran (Phyllanthus niruri Linn.) guna menambah data kimia yang telah ada, sehingga dapat menunjang obat tradisional ini menuju obat fitoterapi.

BAB II
TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Uraian Tumbuhan

II.1.1 Klasifikasi Tumbuhan (5,6,7)

Divisi	: Spermatophyta
Anak divisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledoneae
Anak kelas	: Apetalae
Bangsa	: Euphorbiales
Suku	: Euphorbiaceae
Marga	: <u>Phyllanthus</u>
Jenis	: <u>Phyllanthus niruri</u> Linn. <u>Phyllanthus urinaria</u> Linn.

II.1.2 Nama Daerah (2,3,7,10)

Bugis	: Cempa-cempa sibokori
Makassar	: Camba-camba sibokoi
Jawa	: Meniran,meniran ijo,memeniran
Banda	: Daun kembang
Ternate	: Gosaome doengi atau gosaome doengi rorina
Melayu	: Dukung-dukung anak,daun gendong anak

II.1.3 Morfologi Tumbuhan (2,6,8)

Maniran merupakan tumbuhan yang dapat hidup satu tahun, tumbuh tegak, tinggi 50 cm sampai 1 m. Tumbuhan bercabang terpenjar, cabang mempunyai daun tunggal yang berseling dan tumbuh mendatar dari batang pokok. Batang berwarna hijau pucat atau hijau kemerahan. Bentuk daun bulat telur sampai bulat memanjang, panjang daun 5 mm sampai 10 mm, lebar 2,5 mm sampai 5 mm, Ujung bulat atau runcing, permukaan daun bagian bawah berbintik-bintik kelenjar. Bunga keluar dari ketiak daun, bunga jantan terletak dibawah ketiak daun, berkumpul 2 bunga sampai 4 bunga, gagang bunga 0,5 mm sampai 1 mm, helaian mahkota bunga berbentuk bulat terbalik, panjang 0,75 mm sampai 1 mm, berwarna merah pucat, bunga betina sendiri, letaknya di bagian atas ketiak daun, gagang bunga 0,75 mm sampai 1 mm, helaian mahkota bunga berbentuk bulat telur sampai bulat memanjang, tepi berwarna hijau muda, panjang 1,25 mm sampai 2,5 mm. Buah licin, garis tengah 2 mm sampai 2,5 mm, panjang gagang buah 1,5 mm sampai 2 mm.

II.1.4 Kegunaan (1,2,3,4,5,7)

Tumbuhan ini digunakan sebagai obat penurun demam, diuretik yang kuat, obat sakit

ginjal, tekanan darah tinggi, peluruh haid dan dan kadang kadang digunakan sebagai abortivum.

II.1.5 Kandungan Kimia (1,2,3,8)

Tumbuhan ini daunnya mengandung zat filantin, hipofilantin, kalium, flavanoid dan fenol.

II.2 Metode Ekstraksi Bahan Alam (11,12,13,14)

II.2.1 Tujuan Ekstraksi

Tujuan ekstraksi adalah untuk menarik komponen-komponen kimia yang terdapat dalam simplisia. Ekstraksi ini didasarkan pada perpindahan massa komponen-komponen zat padat ke dalam pelarut, dimana perpindahan mulai terjadi pada lapisan antar muka kemudian berdifusi masuk ke dalam pelarut.

II.2.2 Jenis-jenis Ekstraksi

Jenis ekstraksi bahan alam yang sering dilakukan yaitu :

1. Ekstraksi secara panas

Ekstraksi secara panas dilakukan dengan cara refluks dan destilasi uap air.

2. Ekstraksi yang tidak menggunakan panas atau

menggunakan pemanasan tetapi tidak secara langsung, yaitu secara maserasi perkolasi dan sokletasi.

II.2.3 Cara-cara Ekstraksi

II.2.3.1 Ekstraksi dengan Cara Refluks

Cara ini termasuk cara ekstraksi berkesinambungan. Bahan yang akan diekstraksi direndam dalam cairan penyari di dalam labu alas bulat atau erlemeyer yang dilengkapi dengan dengan alat pendingin tegak, kemudian dipanasi sampai mendidih dan cairan penyari akan menguap, uap tersebut diembunkan oleh pendingin tegak dan turun kembali menyari zat aktif dalam simplisia tersebut demikian seterusnya. Ekstraksi secara refluks biasanya dilakukan 3X4 jam.

II.2.3.2 Ekstraksi dengan Cara Maserasi

Maserasi dilakukan dengan cara 10 bagian simplisia dengan derajat halus yang cocok dimasukkan ke dalam bejana, maserasi, kemudian dituangi dengan 75 bagian cairan penyari, ditutup dan dibiarkan selama 5 hari terlindung dari cahaya, sambil berulang-ulang diaduk. Setelah 5 hari sari dikerai, ampas diperas.

Ampas ditambah cairan penyari secukupnya diaduk ~~diserkai~~, hingga diperoleh seluruh sari sebanyak 100 bagian. Bejana ditutup, dibiarkan ditempat sejuk, terlindung dari cahaya selama 2 hari. Kemudian endapan dipisahkan.

II.2.3.3 Ekstraksi dengan Cara Sokletasi

Ekstraksi dengan cara ini pada dasarnya adalah ekstraksi berkesinambungan. Cairan penyari akan naik melalui pipa samping kemudian diembunkan kembali oleh pendingin tegak, cairan penyari ini akan mencapai sifon, seluruh cairan penyari akan turun ke labu dan terjadi sirkulasi, demikian seterusnya sampai zat dalam simplisia tersari seluruhnya yang ditandai dengan jernihnya cairan penyari yang lewat pada tabung sifon.

II.2.3.4 Ekstraksi dengan Cara Perkolasi

Perkolasi dilakukan dengan cara membasahi 10 bagian simplisia atau campuran simplisia dengan derajat halus yang cocok dengan 2,5-5 bagian cairan penyari lalu dimasukkan ke dalam bejana tertutup sekurang-kurangnya selama 3 jam. Kemudian massa dipindahkan sedikit demi sedikit

ke dalam perkolator sampai tiap kali ditekan hati-hati. Selanjutnya dituangi dengan cairan penyari secukupnya sampai cairan penyari mulai menetes dan diatas simplisia masih terdapat selapis cairan penyari. Kemudian perkolator ditutup dan dibiarkan selama 24 jam. Cairan dibiarkan menetes dengan kecepatan 1 ml permenit dan ditambahkan berulang-ulang cairan penyari secukupnya di atas simplisia, sehingga diperoleh 80 bagian perkolat, cairan penyari ditambahkan secukupnya sampai diperoleh 100 bagian. Untuk menentukan akhir perkolasi dapat dilakukan pemeriksaan zat aktif secara kualitatif pada perkolat akhir.

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

Isolasi adalah proses pemisahan komponen-komponen kimia yang terdapat dalam suatu ekstrak. Pemisahan ini didasarkan atas sifat adsorpsi dan partisi dari senyawa yang dipisahkan terhadap adsorben dan cairan penyari yang digunakan. Isolasi biasa dilakukan dengan cara kromatografi kolom, kromatografi kertas, kromatografi lapis tipis dan kromatografi gas. Sebagai zat penyerap digunakan kertas, zat penyerap berpori misalnya aluminium oksida yang diaktifkan.

asam silikat atau silika gel, kiselgur dan harsa sintetis. Zat tersebut dapat digunakan sebagai penyerap tunggal atau campuran.

II.3.1 Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi lapis tipis adalah salah satu cara analisis yang digunakan untuk memisahkan komponen secara cepat berdasarkan adsorpsi dan partisi. Adsorben yang digunakan berupa serbuk halus yang dilapiskan serba rata pada lempeng kaca dengan ketebalan 0,1-0,25 mm. Lempeng kaca ini dapat dianggap sebagai kromatografi kolom terbuka dan pemisahan didasarkan pada penyerapan, pembagian atau gabungannya, tergantung dari jenis pelarut yang digunakan dan zat penyerap. Komponen yang dipisahkan bergerak naik mengikuti naiknya pelarut karena daya serap zat terhadap komponen tidak sama, maka komponen bergerak dengan kecepatan yang berbeda sehingga terjadi pemisahan komponen dari suatu sediaan pada permukaan zat penyerap tergantung pada pelarut yang digunakan. Perbandingan kecepatan dari pelarut merupakan dasar untuk mengidentifikasi komponen yang dipisahkan, perbandingan kecepatan ini disingkat R_f yang didefinisikan sebagai perbandingan jarak yang ditempuh oleh

zat terelusi dengan jarak yang ditempuh oleh cairan penyari.

$$R_f = \frac{\text{Jarak yang ditempuh zat terelusi}}{\text{Jarak yang ditempuh cairan pengelusi}}$$

II.3.2 Kromatografi Kolom

Pemisahan komponen dengan metode kromatografi kolom berdasarkan prinsip adsorben partisi dan panukar ion. Adsorben yang sering digunakan adalah kiselgur, silika gel, poliamida dan selite. Adsorben dapat dikemas ke dalam tabung, baik dengan cara basah maupun dengan cara kering. Pada umumnya, cara basah lebih mudah dan sering dipakai untuk silika gel; sedangkan cara kering lebih baik untuk alumina. Pengisian yang tidak teratur dari penyerap akan mengakibatkan rusaknya batas-batas pita kromatografi. Putusnya penyerap dalam kolom biasanya disebabkan oleh gelembung-gelembung udara selama pengisian. Untuk mencegah hal-hal tersebut sedapat mungkin zat penyerap dibuat menjadi bubur dengan pelarut kemudian dituangkan perlahan-lahan dalam tabung. Penanganan cuplikan adalah sangat penting dalam memasukkan cuplikan dari atas kolom yaitu serata mungkin dan harus dicegah terjadinya guncangan dari kolom karena hal ini akan memungkinkan rusaknya

i

pita-pita. Cuplikan dilarutkan dalam pelarut yang sesuai diletakkan pada bagian atas kolom dan dibiarkan mengalir ke dalam lapisan atas penyerap atau penyangga. Kemudian fase gerak dimasukkan dan dibiarkan mengalir mengembangkan kromatogram. Cuplikan yang merupakan komponen campuran, turun berupa pita dengan laju yang berlainan dan dengan demikian dipisahkan. Biasanya dipisahkan dengan cara membiarkannya mengalir keluar dari kolom dan dikumpulkan sebagai fraksi, seringkali dengan memakai pengumpul fraksi mekanis. Eluen yang keluar dari dasar kolom dapat dipantau dengan analisis secara kromatografi lapis tipis.

II.4 Metode Identifikasi dan Karakterisasi (14,15,16,17,18)

Identifikasi dapat dilakukan jika telah didapatkan senyawa murni yang telah diuji kemurniannya dengan kromatografi lapis tipis 2 dimensi dan kristalisasi. Identifikasi dilakukan dengan pemeriksaan tetapan fisis, spektroskopi dan reaksi kimia.

Spektroskopi adalah suatu studi mengenai interaksi antara energi cahaya dan materi. Warna yang tampak adalah akibat adsorpsi energi cahaya oleh senyawa organik maupun anorganik. Panjang gelombang pada suatu senyawa organik tergantung dari struktur dari struktur senyawa organik tersebut, maka teknik-teknik

spektroskopi dapat digunakan untuk menentukan struktur senyawa yang belum diketahui dan mempelajari karakteristik ikatan suatu senyawa.

Data spektroskopi memberikan informasi untuk penentuan struktur kimia suatu senyawa, misalnya spektroskopi resonansi magnetik inti memberikan keterangan tentang jumlah proton dan karbon, kedudukan serta tipe proton dan karbon dalam molekul. Spektroskopi infra merah memberikan informasi spektrum gugus fungsional suatu senyawa, sedangkan spektroskopi massa memberikan keterangan tentang hasil fragmentasi senyawa yang dinyatakan sebagai ratio massa dengan muatan (m/e) serta berat molekul (M^+). Gabungan dari data-data spektroskopi tersebut merupakan suatu kesatuan yang tidak terpisahkan untuk menentukan struktur senyawa yang dianalisis.

II.4.1 Spektroskopi Infra Merah

Spektroskopi infra merah adalah spektroskopi yang memberikan informasi tentang gugus fungsi suatu senyawa yaitu gugus yang menentukan sifat-sifat senyawa tersebut. Bila sinar infra merah dilewatkan melalui cuplikan senyawa organik maka sejumlah frekuensi diserap sedangkan frekuensi yang lain diteruskan tanpa diserap. Jika digambarkan antara adsorpsi lawan frekuensi maka akan dihasilkan

spektrum infra merah.

Penggunaan spektrum infra merah untuk penentuan struktur senyawa organik, didasarkan pada energi dalam vibrasi molekul yang berhubungan dengan daerah spektrum infra merah. Transisi yang terjadi dalam serapan infra merah menunjukkan perubahan-perubahan vibrasi dalam molekul. Ikatan-ikatan yang berbeda mempunyai frekuensi vibrasi yang berbeda dan dapat dideteksi dengan mengidentifikasi frekuensi-frekuensi karakteristiknya sebagai pita serapan dalam spektrum infra merah.

Daerah spektrum infra merah untuk penentuan struktur senyawa organik biasanya antara $650 - 4000 \text{ cm}^{-1}$ ($15,4 - 2,5 \text{ um}$). Daerah dengan frekuensi lebih rendah, 650 cm^{-1} , disebut infra jauh dan daerah dengan frekuensi lebih tinggi dari 4000 cm^{-1} disebut infra dekat.

Bagian pokok dari spektroskopeter infra merah adalah sumber cahaya infra merah, monokromator dan detektor.

Cahaya dari sumber dilewatkan melalui cuplikan, dipecah menjadi frekuensi-frekuensi individunya oleh monokromator dan intensitas relatif dari frekuensi individu, diukur oleh detektro.

II.4.2 Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti

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

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

$$\delta = \frac{V_{\text{Contoh}} - V_{\text{TMS}}}{V_{\text{Alat}}}$$

Peralatan spektroskopi NMR terdiri dari sebuah magnet yang kuat, sebuah generator geser, sumber frekuensi radio, detektor iyarat dan sistem pencatat serta dilengkapi dengan wadah cuplikan untuk menampung sampel

dalam pelarut tertentu.

Untuk menginterpretasikan spektrum NMR ada 4 langkah yaitu :

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

Ada 2 macam spektroskopi NMR yaitu :

1. Spektroskopi ^1H NMR memberikan keterangan tentang jumlah atom hidrogen. Atom-atom hidrogen yang diikat pada gugus yang berbeda seperti $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2$, $-\text{CHO}$, $-\text{NH}_2$ dan gugus $-\text{CHOH}$ bila dideteksi dengan spektrometer proton NMR akan menghasilkan spektrum yang berbeda-beda pula.
2. Spektroskopi ^{13}C NMR memberikan keterangan tentang jumlah atom karbon serta sifat-sifat dari setiap tipe atom tersebut.

BAB III

PENELITIAN DAN HASIL PENELITIAN

III.1 Alat yang Digunakan

1. Batang pengaduk
2. Bejana kromatografi
3. Bunzen
4. Corong pisah
5. Corong biasa
6. Erlenmeyer
7. Gelas piala
8. Gelas ukur
9. Lampu sinar UV 254/366 nm
10. Oven listrik
11. Penangas air listrik
12. Rotavapor
13. Seperangkat alat kromatografi kolom
14. Seperangkat alat kromatografi lapis tipis
15. Spektrometer $^1\text{H-NMR}$ 100 MHz
16. Spektrometer infra merah 15,4 - 2,5 μm
17. Bejana maserasi
18. Timbangan analitik
19. Gunting
20. Pipet

III.2 Bahan-bahan yang digunakan

1. Metanol teknis
2. Metanol p.a
3. Dietil eter
4. Etil asetat p.a
5. n-butanol p.a
6. n-heksan teknis
7. Kloroform p.a
8. Asam sulfat 10 %
9. Air suling
10. Silika gel 60 G
11. Silika gel 60 F-254
12. Herba meniran

III.3 Cara Kerja (11, 12, 13, 14, 15, 16):

III.3.1 Pengambilan Bahan

Bahan berupa herba meniran (Phyllanthus niruri Linn.) yang diambil dari Katangka kota madya Ujung Pandang

III.3.2 Pengolahan Bahan

Herba meniran yang telah dicabut dibersihkan lalu dikeringkan dengan cara diangin-anginkan dan tidak terkena sinar matahari langsung, selanjutnya dipotong kecil-kecil kemudian diserbuk.

III.3.3 Ekstraksi Bahan

III.3.3.1 Ekstraksi secara maserasi dengan metanol

Herba meniran yang telah diserbuk, ditimbang sebanyak 500 gram, dimasukkan dalam bejana maserasi lalu ditambahkan metanol 3,75 liter dan dibiarkan selama 5 hari terlindung dari cahaya sambil sering diaduk. Kemudian disaring dan maserasi diulangi 2 kali sampai filtrat yang terakhir tidak didapatkan noda bila dianalisis secara kromatografi lapis tipis. Ekstrak metanol yang diperoleh dikisatkan pada rotavapor dan sebagian diambil untuk dianalisis secara kromatografi lapis tipis, hasil dapat dilihat dilihat pada gambar I. Ekstrak metanol yang sisa diuapkan sampai kering dan ditimbang, diperoleh berat ekstrak 34 gram, selanjutnya disuspensikan dengan air kemudian diekstraksi dengan n-butanol

yang telah dijenuhkan dengan air.

III.3.3.2 Ekstraksi dengan Dietil Eter

Ekstrak metanol kering yang diperoleh sebanyak 34 gram ditambahkan sedikit air, kemudian diekstraksi dengan dietil eter sebanyak 200 ml untuk setiap perlakuan menggunakan corong pisah dan dilakukan sebanyak 3 kali. Lapisan dietil eter ditampung, sebagian dianalisis secara kromatografi lapis tipis dengan menggunakan larutan pengembang heksan - etil asetat (9:1), (8:2), (7:3) hasil dapat dilihat pada gambar II. Ekstrak dietil eter yang sisa diuapkan sampai kering kemudian ditimbang (4 gram).

III.3.3.3 Ekstraksi dengan n-Butanol Jenuh Air

Lapisan air dari hasil ekstraksi dietil eter, diekstraksi dengan n-butanol yang sudah dijenuhkan dengan air. Ekstraksi dilakukan dalam corong pisah sebanyak 3 kali, masing-masing

dengan 50 mL. Ekstrak n-butanol ditampung kemudian diuapkan dan dianalisis secara kromatografi lapis tipis. Hasil dapat dilihat pada gambar III.

III.3.4 Pemisahan dan Pemurnian (11,13,14,15;16)

III.3.4.1 Kromatografi Lapis Tipis

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

- Untuk ekstrak metanol adalah eluen Heksan - etil asetat (7:3) dan kloroform - metanol - air (8:2:1).
- Untuk ekstrak dietil eter adalah eluen heksan - etil asetat (9:1), (8:2), (7:3).
- Untuk ekstrak n-butanol adalah kloroform - metanol - air (8:2:1) dan etil asetat - etanol - air (10:2:1).

Penampak noda yang digunakan adalah asam sulfat 10 % dan sinar ultra violet. Hasilnya pada gambar I-III.

III.3.4.2 Kromatografi Kolom

Ekstrak yang dipisahkan secara kromatografi kolom adalah ekstrak dietil eter yang telah diuapkan, hingga diperoleh 4 gram.

a. Persiapan kolom

Kolom dibersihkan, kemudian dipasang tegak lurus dan kuat pada statif. Pada ujung kolom dimasukkan sedikit kapas sebagai penahan adsorben. Kapas tersebut ditekan dengan batang pengaduk, sementara itu kolom diisi dengan cairan pengelusi.

b. Persiapan Cairan pengelusi

Digunakan 4 macam campuran cairan pengelusi yaitu :

1. Heksan - etil asetat (10:1)
2. Heksan - etil asetat (9:1)
3. Heksan - etil asetat (8:2)
4. Heksan - etil asetat (7:3)

c. Persiapan adsorben

Silika gel G 60 untuk kromatografi kolom diaktifkan dengan pemanasan pada suhu 150°C selama 3 jam, ditimbang sebanyak 200 gram kemudian dicampur dengan cairan pengelusi yang pertama (10:1) dalam gelas piala lalu dituang ke dalam kolom yang berdiameter 5 cm, dan panjang 60 cm. Campuran dimasukkan sedikit demi sedikit ke dalam kolom sampai seluruhnya masuk, eluen dibiarkan mengalir sampai rata dengan permukaan adsorben.

d. Pemisahan komponen

Ekstrak dietil eter sebanyak 4 gram dilarutkan dengan cairan pengelusi yang pertama (10:1) dalam gelas piala, lalu dimasukkan sedikit demi sedikit dengan menggunakan pipet melalui pinggir kolom. Setelah semua ekstrak masuk, eluen dibiarkan mengalir terus hingga



sebatas dengan permukaan atas adsorben. Permukaan atas adsorben dilapisi dengan kapas, selanjutnya dilusi berturut-turut dengan eluen heksan asetat (10:1) (9:1), (8:2), (7:3). Eluen yang keluar ditampung dalam bentuk fraksi-fraksi dan kran kolom diatur sedemikian rupa hingga 10 tetes setiap menit, tiap fraksi berisi kira-kira 5 ml. Penambahan cairan pengelusi dihentikan bila fraksi yang terakhir tidak memberikan noda bila dianalisis secara kromatografi lapis tipis. Fraksi-fraksi yang memberikan noda dengan harga R_f yang sama dikumpulkan lalu dimurnikan. Hasil kromatografi kolom tersebut diperoleh 5 fraksi yaitu fraksi A (1-50), fraksi B (51-150), fraksi C (151-302), fraksi D (303-453) dan fraksi E (454-550). Fraksi B dan D merupakan fraksi yang mengandung noda tunggal setelah diidentifikasi secara kromatografi lapis tipis.

lapis tipis. Hasil dapat dilihat pada gambar IV dan tabel 4.

III.3.5 Identifikasi dan Karakterisasi (14, 15, 16, 17, 18)

III.3.5.1 Penentuan dengan spektroskopi infra merah

Fraksi yang mengandung komponen tunggal (fraksi B dan fraksi D) diidentifikasi dengan spektroskopi infra merah dengan cara memampatkan duplikat tersebut sebagai lapisan film yang tipis di antara dua lapis NaCl yang transparan terhadap infra merah. Hasil identifikasi tersebut untuk fraksi B menunjukkan adanya gugus NH_2 , $-\text{CH}_2$, $-\text{C}=\text{O}$ dan $-\text{C}=\text{C}$. Fraksi D menunjukkan adanya gugus $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2$, $-\text{C}=\text{O}$, $-\text{OH}$ dan $-\text{C}=\text{C}$. Hasil dapat dilihat pada gambar V, VII.

III.3.5.2 Penentuan dengan Spektroskopi Resonansi Magnetik inti

Fraksi yang mengandung komponen tunggal (fraksi B dan fraksi D) diidentifikasi dengan spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ dengan cara masing-



masing dilarutkan dengan pelarut CCl_4 , kemudian dimasukkan ke dalam wadah cuplikan berupa tabung dengan garis tengah 5 mm lalu ditempatkan diantara kumparan geser dalam pemancar frekuensi. Spektrum pada osilator diamati dan selanjutnya direkam pada alat pencatat. Hasil dapat dilihat pada gambar VI dan VII.

III.3.5.3 Penentuan dengan reaksi Lieberman burchard

Fraksi yang mengandung komponen tunggal (fraksi B dan fraksi D) masing-masing ditest dengan pereaksi Lieberman burchard (20 tetes asam asetat ditambah 1 tetes asam sulfat pekat), lalu dikocok perlahan terjadi perubahan warna menjadi merah, berarti positif dengan adanya senyawa triterpen.

BAB. IV

PEMBAHASAN

Hasil analisis kromatografi lapis tipis ekstrak dietil eter herba meniran .(Phyllanthus niruri Linn.) diketahui bahwa ekstrak tersebut mengandung 8 komponen (lihat gambar II). Selanjutnya sebagai hasil isolasi dan pemisahan komponen ekstrak dietil eter tersebut dengan kolom kromatografi, diperoleh 5 fraksi yaitu fraksi A, B, C, D dan E. Melalui analisis kromatografi lapis tipis diketahui bahwa fraksi A terdiri dari 2 komponen, fraksi B 1 komponen, fraksi C 2 komponen, fraksi D 1 komponen dan fraksi E 3 komponen.

Identifikasi komponen tunggal dengan spektroskopi infra merah (IR) dari fraksi B menunjukkan bahwa senyawa tersebut mempunyai gugus :

- CH_3 pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 2925 cm^{-1}
- CH_2 pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 2850 cm^{-1}
- C=O pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 1740 cm^{-1}
- C=C pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 1465 cm^{-1}

Sedangkan pada spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ dari fraksi B menunjukkan bahwa senyawa tersebut mempunyai gugus :

- CH_3 pada delta (δ) = $0,32 \text{ ppm}$
- CH_2 pada delta (δ) = $0,7 \text{ ppm}$

Identifikasi komponen tunggal dengan spektroskopi infra merah (IR) dari fraksi D menunjukkan bahwa senyawa tersebut mempunyai gugus :

- OH pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 3400 cm^{-1}
- CH_3 pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 2925 cm^{-1}
- CH_2 pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 2850 cm^{-1}
- C=O pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 1710 cm^{-1}
- C=C pada bilangan gelombang ($\bar{\nu}$) = 1465 cm^{-1}

Berdasarkan data spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ dari fraksi D menunjukkan bahwa senyawa tersebut mempunyai gugus:

- CH_3 pada delta (δ) = 0,63 ppm
- CH_2 pada delta (δ) = 0,9 ppm
- OH pada delta (δ) = 2,4-2,97 ppm

Struktur dari senyawa tunggal tersebut (fraksi B dan fraksi D) belum dapat ditentukan, oleh karena masih diperlukan data $^{13}\text{CNMR}$ dan spektroskopi massa untuk menentukan jumlah atom karbon dan berat molekulnya.

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1 Kesimpulan

Berdasarkan hasil isolasi dan identifikasi komponen kimia ekstrak dietil eter dan n-butanol dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Dari hasil kromatografi lapis tipis didapatkan adanya 8 komponen di dalam ekstrak dietil eter, sedangkan ekstrak n-butanol terdapat 3 komponen.
2. Dari hasil kolom kromatografi ekstrak dietil eter diperoleh 5 fraksi yaitu fraksi A 2 komponen, fraksi B 1 komponen, fraksi C 2 komponen, fraksi D 1 komponen dan fraksi E 3 komponen.
3. Komponen tunggal pada fraksi B diidentifikasi dengan spektroskopi infra merah dan $^1\text{H-NMR}$ menunjukkan adanya gugus $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2$, $-\text{C}=\text{O}$, $\text{C}=\text{C}$ dan memberikan reaksi positif terhadap pereaksi triterpen.
4. Komponen tunggal pada fraksi D diidentifikasi dengan spektroskopi infra merah dan $^1\text{H-NMR}$ menunjukkan adanya gugus $-\text{OH}$, $-\text{CH}_3$, $-\text{CH}_2$, $-\text{C}=\text{O}$ dan $-\text{C}=\text{C}$. Komponen tunggal tersebut memberikan reaksi positif terhadap pereaksi triterpen.

V.2 Saran

Disarankan untuk melanjutkan pemisahan komponen yang belum teridentifikasi.

DAFTAR PUSTAKA

1. Djamal, R. (1989), " Tetumbuhan Sebagai Bahan Obat ", Penerbit Universitas Andalas, Padang, 13, 581.
2. Sastroamidjojo, S. (1962), " Obat Asli Indonesia " , Cetakan II, PT. Pustaka Rakyat, Jakarta, 246-247.
3. Mardisiswoyo, S dan Rajakmangunsudarso, S. (1965), " Cabe Puyang Warisan Nenek Moyang " , Cetakan III, PT. Karya Wreda, 305.
4. Makkarumpa, Azisah A. (1982), " Pengaruh Rebusan Meniran" (Phyllanthus niruri Linn.) terhadap Tekanan Darah Hewan Anjing " , Tesis Sarjana, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Hasanuddin Ujung Pandang.
5. Said, N.A. (1989), " Efek Antipiretik Infus Meniran (Phyllanthus niruri Linn.) Secara Oral Terhadap Hewan Uji Marmut " , Tesis Sarjana, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Hasanuddin Pandang.
6. Backer, C.A. (1965), " Flora of Java " , Vol I, N.V.P. Noordhoof Groningen-The Netherlands, 441,445, 468.
7. Heyne, K. (1987), " Tumbuhan-Berguna Indonesia " , Jilid II, Penerbit Yayasan Sarana Wana Jaya, Jakarta, 1138-1140.
8. Departemen Kesehatan R.I. (1978), " Materia Medika Indonesia " , Jilid II, Jakarta, 77, 79.
9. Jawahir, (1977), " Isolasi dan Analisa Phyllanthin dan Hypophyllanthin dari Daun Phyllanthus niruri Linn." ; Skripsi Utama, Fakultas Ilmu Pasti dan Pengetahuan

Alam, Universitas Padjadjaran Bandung.

10. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1986), " Tanaman Obat Indonesia ", Jilid I, Jakarta, 58.
11. ———, (1979), " Farmakope Indonesia ", Edisi III, Jakarta, 780-784.
12. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, (1968), " Sediaan Gelenik ", Jakarta, 10-14.
13. Sudjadi, (1988), " Metode Pemisahan ", Cetakan I, Penerbit Kanidius, Yogyakarta, 60-122.
14. Harborne, J.B. (1973), " Phytochemical Methods, A guide to Modern Techniques of Analysis ", Chapman And Hall, London, 182-187.
15. Gritter, R. J., Bobbit, J. M., Swarting, A. E., (1991), " Pengantar Kromatografi ", Edisi II, Penerbit ITB Bandung, 160-170.
16. Ewing, G. W. (1960), " Instrumental Methods of Chemical Analysis ", McGraw-Hill Kogakusha Company, LTD, 408-410.
17. Sastroamidjojo, H. (1985), " Spektroskopi ", Liberty, Yogyakarta, 11-183.
18. Sudjadi, (1985), " Penentuan Struktur Senyawa Organik ", Penerbit Ghalia Indonesia, 128-136, 202-217.