

**ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF
SENYAWA ANTIDESMONE DARI DAUN *Melochia
umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata* SECARA
KLT-DENSITOMETRI**

**QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF
ANTIDESMONE COMPOUNDS FROM THE LEAVES
OF *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var.
deglabrata BY TLC-DENSITOMETRY**

**NURUL AZIZAH HAMID
N011 19 1089**



**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2023**

**ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF
SENYAWA ANTIDESMONE DARI DAUN *Melochia
umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata* SECARA
KLT-DENSITOMETRI**

**QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF
ANTIDESMONE COMPOUNDS FROM THE LEAVES
OF *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var.
deglabrata BY TLC-DENSITOMETRY**

**NURUL AZIZAH HAMID
N011 19 1089**



**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2023**

**ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF SENYAWA
ANTIDESMONE DARI DAUN *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var.
deglabrata SECARA KLT-DENSITOMETRI**

**QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF ANTIDESMONE
COMPOUNDS FROM THE LEAVES OF *Melochia umbellata* (Houtt.)
Stapf var. *deglabrata* BY TLC-DENSITOMETRY**

SKRIPSI

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

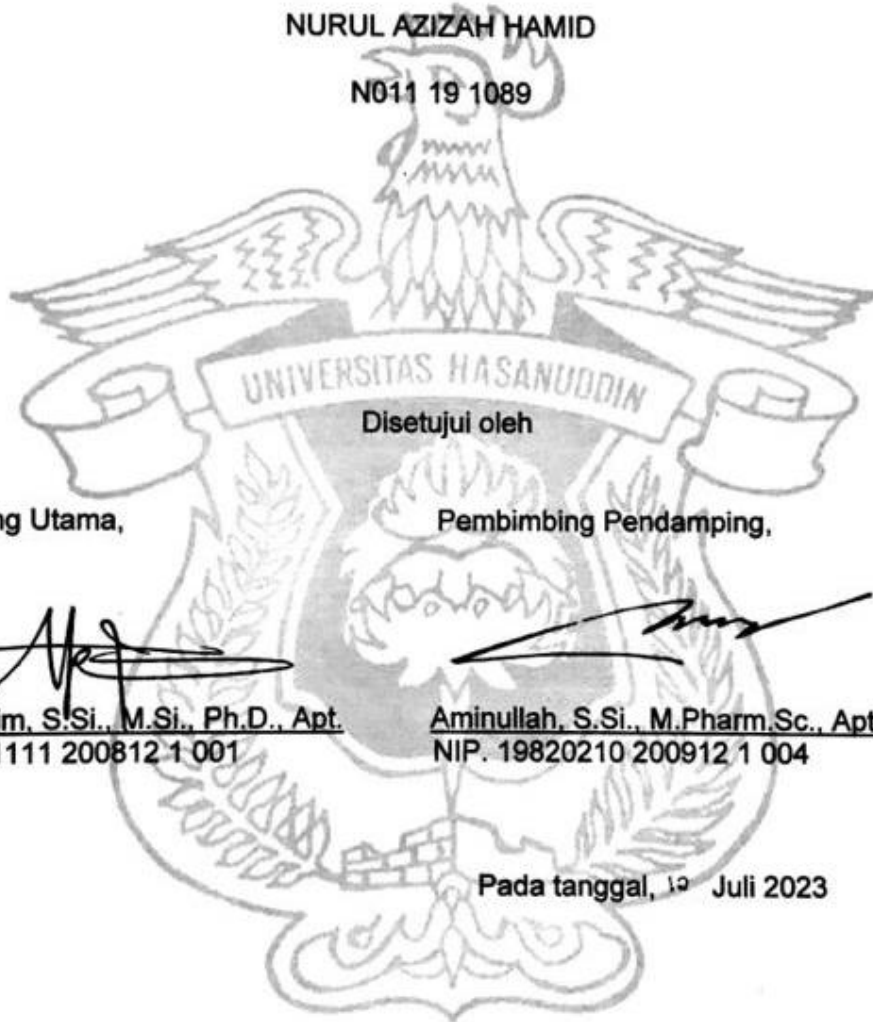
**NURUL AZIZAH HAMID
N011 19 1089**

**PROGRAM STUDI FARMASI
FAKULTAS FARMASI
UNIVERSITAS HASANUDDIN
MAKASSAR
2023**

ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF SENYAWA ANTIDESMONE
DARI DAUN *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata* SECARA
KLT-DENSITOMETRI

NURUL AZIZAH HAMID

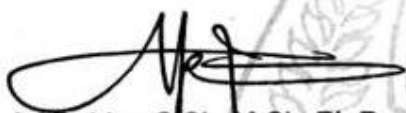
N011 19 1089




Disetujui oleh

Pembimbing Utama,

Pembimbing Pendamping,


Abdul Rahim, S.Si., M.Si., Ph.D., Apt.
NIP. 19771111 200812 1 001


Aminullah, S.Si., M.Pharm.Sc., Apt.
NIP. 19820210 200912 1 004

Pada tanggal, 19 Juli 2023

SKRIPSI
ANALISIS KUALITATIF DAN KUANTITATIF SENYAWA
ANTIDESMONE DARI DAUN *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var.
***deglabrata* SECARA KLT-DENSITOMETRI**

QUALITATIVE AND QUANTITATIVE ANALYSIS OF ANTIDESMONE
COMPOUNDS FROM THE LEAVES OF *Melochia umbellata* (Houtt.)
Stapf var. *deglabrata* BY TLC-DENSITOMETRY

Disusun dan diajukan oleh :


NURUL AZIZAH HAMID
N011 19 1089


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


Menyetujui,


Pembimbing Utama,

Pembimbing Pendamping,


Abdul Rahim, S.Si., M.Si., Ph.D., Apt.
NIP. 19771111 200812 1 001


Aminullah, S.Si., M.Pharm.Sc., Apt.
NIP. 19820210 200912 1 004


Wakil Dekan Bidang Akademik dan Kemahasiswaan,
Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin


Abdul Rahim, S.Si., M.Si., Ph.D., Apt.
NIP. 19771111 200812 1 001

PERNYATAAN KEASLIAN SKRIPSI

Yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Nurul Azizah Hamid

NIM : N011 19 1089

Program Studi : Farmasi

Jenjang : S1

Menyatakan dengan ini bahwa Skripsi dengan judul "Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Senyawa Antidesmone dari Daun *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata* Secara KLT-Densitometri" adalah karya saya sendiri dan tidak melanggar hak cipta pihak lain. Apabila dikemudian hari Skripsi karya saya ini terbukti bahwa sebagian atau keseluruhannya adalah hasil karya orang lain yang saya pergunakan dengan cara melanggar hak cipta pihak lain, maka saya bersedia menerima sanksi.

Makassar, 12 Juli 2023

Yang menyatakan,



Nurul Azizah Hamid

UCAPAN TERIMA KASIH

Alhamdulillah, puji syukur kehadiran Allah SWT. atas berkat rahmat dan hidayah-Nya, berupa kesehatan, kesempatan, kekuatan, dan ilmu yang bermanfaat, sehingga penulis dapat menyelesaikan skripsi ini untuk memenuhi persyaratan dalam penyelesaian studi dan memperoleh gelar sarjana di Program Studi Farmasi, Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin.

Penulis menyadari bahwa dalam proses penulisan skripsi ini ada banyak kendala yang dialami, namun berkat kehendak dan kuasa Allah SWT. dan juga bimbingan serta dukungan dari beberapa pihak, sehingga kendala tersebut dapat diatasi. Dengan segala kerendahan hati, ucapan rasa syukur dan terima kasih yang tak terhingga kepada:

1. Bapak Abdul Rahim, S.Si., M.Si., Ph.D., Apt. selaku pembimbing utama dan Bapak Aminullah, S.Si., M.Pharm.Sc., Apt. selaku pembimbing pendamping yang telah meluangkan banyak waktu dan tenaga untuk membimbing, mengarahkan, serta memberi masukan dan motivasi kepada penulis selama penelitian dan penyusunan skripsi ini.
2. Bapak Prof. Dr. Gemini Alam, M.Si., Apt. dan Ibu Nurhasni Hasan, S.Si., M.Si., M.Pharm.Sc., Ph.D., Apt. selaku penguji yang telah memberikan saran dan masukannya demi hasil penelitian yang lebih baik.
3. Dekan dan para Wakil Dekan Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin yang senantiasa memberikan fasilitas serta pendidikan kepada penulis dalam menunjang proses penyelesaian skripsi.

4. Ibu Dr. Risfah Yulianty, S.Si., M.Si., Apt. selaku dosen Penasihat Akademik yang senantiasa memberikan dukungan dan motivasi dalam proses studi hingga penyelesaian skripsi.
5. Bapak dan Ibu Dosen Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin yang telah memberikan ilmu dan pengetahuan kepada penulis selama mengikuti perkuliahan hingga penulis menyelesaikan skripsi.
6. Seluruh staf Akademik Fakultas Farmasi Universitas Hasanuddin yang telah membantu penulis dalam pengurusan administrasi selama perkuliahan hingga penulis menyelesaikan skripsi.
7. Kedua orang tua tersayang, Ibu Hj. Masniati, S.Pd., M.Pd. dan Ayah Abdul Hamid Amir, S.Pd., M.M. yang senantiasa mendoakan, memberikan kasih sayang, nasihat, motivasi, dan dukungannya baik secara moral maupun finansial kepada penulis. Serta kakak dan adik saya, Zahwan, Caca, dan Iyan yang senantiasa meluangkan waktunya untuk membantu penulis.
8. Kepada Kak Cica dan Kak Ahmad, selaku kakak/orang tua penulis selama di Makassar yang senantiasa memberikan dukungan, perhatian, dan semangat.
9. Andi Nur Azisah selaku sahabat penulis yang senantiasa memberikan motivasi dan mendengarkan keluh kesah selama ini.
10. Sahabat-sahabat penulis, Putri, Tipa, Rades, Zahra, Regina, Giska, Della, Ni, Wahdah, Grace, Dales, Trisna, dan Fitrah, yang senantiasa memberikan bantuan, semangat, dan dukungannya.

11. Miftah, Ferdi, Dinul, Farid, Crefty, Rose, Tasya, Senal, dan Fatir, selaku teman terdekat yang senantiasa memberikan bantuan, semangat, dan dukungannya selama ini.
12. Kepada EXO dan NCT Dream, terkhusus Sehun, Baekhyun, Jisung, Jaemin, dan Haechan, yang senantiasa memberikan semangat dan motivasi melalui lagu-lagu yang dinyanyikan.
13. Teman-teman seperjuangan saya yang tergabung dalam Exaction 2019, Angkatan 2019 Farmasi (DEXIGEN), dan KKN G-108 Posko Kampung Baru, yang selalu menemani, mendukung, dan membantu penulis selama ini. Serta kepada seluruh pihak yang telah membantu namun tidak sempat disebutkan. Semoga semua kebaikan yang diberikan mendapatkan pahala yang berlipat ganda.
14. Terakhir, saya ingin mengucapkan terima kasih kepada diri sendiri karena telah berhasil melewati proses panjang perkuliahan Farmasi hingga penyelesaian skripsi ini. Terima kasih sudah bertahan, sabar, dan selalu sehat dalam setiap proses penyelesaian perkuliahan ini.

Penulis menyadari bahwa penyusunan skripsi ini masih memiliki banyak kekurangan. Oleh karena itu, penulis sangat mengharapkan saran dan tanggapan dari berbagai pihak.

Makassar, 12 Juli 2023



Nurul Azizah Hamid

ABSTRAK

NURUL AZIZAH HAMID. *Analisis Kualitatif dan Kuantitatif Senyawa Antidesmone Dari Daun Melochia umbellata (Houtt.) Stapf var. deglabrata Secara KLT-Densitometri* (dibimbing oleh Abdul Rahim dan Aminullah).

Paliasa (*Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata*) merupakan tumbuhan obat tradisional yang mengandung beberapa senyawa kimia, salah satunya yaitu senyawa antidesmone. Antidesmone termasuk dalam golongan senyawa alkaloid kuinolin yang memiliki aktivitas antiproliferatif terhadap beberapa sel kanker. Kromatografi Lapis Tipis (KLT)-Densitometri merupakan metode yang sering digunakan untuk menganalisis suatu senyawa karena memiliki kemampuan untuk memisahkan senyawa dalam sampel yang dianalisis. Penelitian ini bertujuan untuk menganalisis secara kualitatif dan kuantitatif senyawa antidesmone dari daun *M. umbellata* var. *deglabrata* menggunakan metode KLT-Densitometri. Ekstraksi dilakukan menggunakan pelarut metanol dengan metode maserasi dan diperoleh hasil persen rendemen yaitu 13,2286%. Hasil analisis kualitatif menggunakan lempeng KLT Silica gel 60 RP-18 F_{254s} dan eluen metanol : aquades dengan perbandingan 4 : 1 diperoleh nilai R_f sampel dan baku antidesmone yaitu 0,22. Analisis kuantitatif menggunakan metode KLT-Densitometri menunjukkan rata-rata persen kadar antidesmone 0,0118% ± 0,00034. Metode yang digunakan telah divalidasi dan memenuhi persyaratan yaitu linearitas dengan nilai koefisien korelasi sebesar 0,9733; nilai LOD sebesar 9,0774 µg/ml dan nilai LOQ sebesar 30,2581 µg/ml; dan akurasi dengan nilai perolehan kembali yaitu 104,8373-116,3793%; serta presisi dengan nilai simpangan baku relatif (RSD) yaitu 7,20%.

Kata kunci: Antidesmone, KLT-Densitometri, *Melochia umbellata* var. *deglabrata*.

ABSTRACT

NURUL AZIZAH HAMID. *Qualitative and Quantitative Analysis of Antidesmone Compounds from The Leaves of Melochia umbellata (Houtt.) Stapf var. deglabrata by TLC-Densitometry* (supervised by Abdul Rahim and Aminullah).

Paliasa (*Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata*) is a traditional medicinal plant that contains several chemical compounds, one of which is antidesmone compound. Antidesmone belongs to a class of quinoline alkaloid compounds that have antiproliferative activity against several cancer cells. Thin Layer Chromatography (TLC)-Densitometry is a method that is often used to analyze a compound because it has the ability to separate compounds in the sample being analyzed. This study aims to qualitative and quantitative analysis of antidesmone compounds from the leaves of *M. umbellata* var. *deglabrata* using the TLC-Densitometry method. The extraction was carried out using methanol solvent with the maceration method and the percent yield was 13.2286%. The results of qualitative analysis using Silica gel 60 RP-18 F_{254s} TLC plates and methanol : water eluent with a ratio of 4 : 1 showed that the R_f value of the sample and standard antidesmone was 0.22. Quantitative analysis using the TLC-Densitometry method showed that the average percentage of antidesmone was 0.0118% ± 0.00034. The method used has been validated and meets the requirements, namely linearity with a correlation coefficient of 0.9733; LOD value of 9.0774 µg/ml and LOQ value of 30.2581 µg/ml; and accuracy with a recovery value of 104.8373-116.3793%; as well as precision with a relative standard deviation (RSD) value of 7.20%.

Keywords: Antidesmone, TLC-Densitometry, *Melochia umbellata* var. *deglabrata*.

DAFTAR ISI

	halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	vii
ABSTRAK	x
ABSTRACT	xi
DAFTAR ISI	xii
DAFTAR TABEL	xv
DAFTAR GAMBAR	xvi
DAFTAR LAMPIRAN	xviii
DAFTAR SINGKATAN	xix
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang	1
I.2 Rumusan Masalah	3
I.3 Tujuan Penelitian	4
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
II.1 Uraian Tumbuhan Paliasa	5
II.1.1 Klasifikasi tumbuhan	5
II.1.2 Morfologi tumbuhan	6
II.1.3 Kandungan senyawa	6
II.1.4 Manfaat tumbuhan	7
II.2 Simplisia	8
II.3 Ekstraksi	9

II.3.1 Pengertian ekstraksi	9
II.3.2 Prinsip ekstraksi	9
II.3.3 Metode-metode ekstraksi	10
II.3.3.1 Maserasi	10
II.3.3.2 Perkolasi	11
II.3.3.3 Sokletasi	12
II.3.3.4 Refluks	13
II.3.3.5 Infusa	14
II.3.3.6 Dekokta	14
II.4 Antidesmone	15
II.5 Kromatografi Lapis Tipis	16
II.6 Densitometri	16
II.7 Validasi Metode Analisis	18
II.7.1 Linearitas	19
II.7.2 <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantification</i> (LOQ)	19
II.7.3 Akurasi (<i>accuracy</i>)	20
II.7.4 Presisi (<i>precision</i>)	21
BAB III METODE PENELITIAN	22
III.1 Alat dan Bahan	22
III.2 Metode Kerja	22
III.2.1 Pengambilan dan penyiapan sampel	22
III.2.2 Ekstraksi dan penguapan sampel	23
III.2.3 Penentuan bobot ekstrak dan persen rendemen	23

III.2.4 Penetapan susut pengeringan	23
III.2.5 Pembuatan larutan uji	24
III.2.6 Pembuatan larutan stok antidesmone	24
III.2.7 Pembuatan larutan seri baku antidesmone	24
III.2.8 Analisis kromatografi lapis tipis	25
III.2.9 Analisis KLT-Densitometri	25
III.2.10 Pengumpulan dan analisis data	26
III.2.11 Pembahasan hasil dan kesimpulan	26
BAB IV PEMBAHASAN	27
IV.1 Ekstraksi	27
IV.2 Analisis Kualitatif	27
IV.3 Analisis Kuantitatif	29
IV.4 Validasi Metode Analisis	31
IV.4.1 Linearitas	31
IV.4.2 <i>Limit of Detection</i> (LOD) dan <i>Limit of Quantification</i> (LOQ)	32
IV.4.3 Akurasi (<i>accuracy</i>)	33
IV.4.4 Presisi (<i>precision</i>)	34
BAB V PENUTUP	36
V.1 Kesimpulan	36
V.2 Saran	36
DAFTAR PUSTAKA	37
LAMPIRAN	40

DAFTAR TABEL

Tabel	halaman
1. Hasil ekstraksi <i>Melochia umbellata</i> var. <i>deglabrata</i>	27
2. Hasil luas area dan persen kadar antidesmone	30
3. Data kurva baku antidesmone	31
4. Hasil perhitungan LOD dan LOQ	33
5. Hasil pengukuran akurasi	34
6. Hasil pengukuran presisi	35
7. Hasil persen rendemen ekstrak	41
8. Data kurva baku antidesmone	43
9. Data LOD dan LOQ	44
10. Hasil LOD dan LOQ	44
11. Hasil presisi	47

DAFTAR GAMBAR

Gambar	halaman
1. Paliasa (<i>Melochia umbellata</i> (Houtt.) Stapf var. <i>deglabrata</i>)	5
2. Proses maserasi	11
3. Perkolator	12
4. Alat sokletasi	13
5. Alat refluks	14
6. Struktur antidesmone	15
7. Teknik kromatografi lapis tipis	16
8. Instrumen densitometri	18
9. Profil KLT ekstrak <i>M. umbellata</i> var. <i>deglabrata</i> dan baku antidesmone yang diamati dibawah (a) UV 254 nm, (b) UV 366 nm, (c) penyemprotan dengan pereaksi dragendorff	28
10. Kromatogram sampel (a) dan baku antidesmone (b) yang dielusi pada fase gerak metanol : aquades (4:1)	29
11. Hasil densitogram ekstrak <i>M. umbellata</i> var. <i>deglabrata</i> di UV 366 nm	30
12. Grafik kurva baku antidesmone	32
13. Densitogram linearitas	44
14. Densitogram akurasi	47
15. Densitogram presisi	48
16. Pengumpulan sampel	57

17. Pencucian sampel	57
18. Perajangan sampel	57
19. Pengeringan sampel	57
20. Penyerbukan sampel	57
21. Penimbangan sampel	57
22. Susut pengeringan sampel	58
23. Ekstraksi sampel	58
24. Penyaringan sampel	58
25. Penguapan pelarut	58
26. Hasil ekstrak	58
27. Penimbangan ekstrak	58
28. Penimbangan baku	59
29. Pembuatan larutan uji	59
30. Pembuatan larutan baku	59
31. Penjenuhan <i>chamber</i>	59
32. Penotolan sampel	59
33. Elusi	59
34. Profil KLT (a) Sampel ekstrak <i>Melochia umbellata</i> var. <i>deglabrata</i> , (b) Linearitas, (c) LOD dan LOQ, (d) Akurasi, dan (e) Presisi	60

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran	halaman
1. Skema Kerja Penelitian	40
2. Perhitungan	41
3. Hasil Analisis KLT-Densitometri	49
4. Dokumentasi Penelitian	57
5. Determinasi Tanaman	61

DAFTAR SINGKATAN

μl	= Mikroliter
AUC	= <i>Area Under Curve</i>
HPLC	= <i>High Performance Liquid Chromatography</i>
KCKT	= Kromatografi Cair Kinerja Tinggi
KLT	= Kromatografi Lapis Tipis
LOD	= <i>Limit of Detection</i>
LOQ	= <i>Limit of Quantification</i>
ml	= Mililiter
nm	= Nanometer
ppm	= Parts per million
Rf	= <i>Retardation factor</i>
RP-18 F _{254S}	= <i>Reverse Phase-18 Fluorescence 254s</i>
TLC	= <i>Thin Layer Chromatography</i>
UV	= Ultra Violet
Vis	= Visible

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang

Paliasa merupakan tumbuhan obat yang banyak tersebar di Indonesia, khususnya di Sulawesi Selatan. Tumbuhan paliasa termasuk ke dalam suku *Malvaceae* dan terdiri dari tiga jenis tumbuhan yang berbeda yaitu *Kleinhovia hospita* Linn., *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata*, dan *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var. *visenia* (Nusan *et al*, 2018).

Tumbuhan *M. umbellata* var. *deglabrata* telah lama dimanfaatkan sebagai obat tradisional terutama bagian daunnya untuk berbagai penyakit seperti demam, hipertensi, diabetes, hiperkolesterolemia, hepatitis, dan kanker (Rahim *et al*, 2020). Daun *M. umbellata* var. *deglabrata* dilaporkan mengandung senyawa kimia seperti saponin, cardenolin, bufadienol, antraknon, skopoletin, kaempferol, quercetin, senyawa sianogenik, dan triterpenoid sikloartan (Usman, 2020). Selain itu, berdasarkan penelitian Rahim *et al* (2020) terdapat beberapa kandungan kimia ekstrak metanol daun *M. umbellata* var. *deglabrata* yang berhasil diisolasi antara lain paliasanine A-E, tiga siklopeptida (frangufoline, sanjoinenine, lotusanine), lakton monoterpene, waltherione A, waltherione F, 5'-methoxywaltherione, dan alkaloid antidesmone sebagai kandungan utamanya.

Antidesmone merupakan senyawa alkaloid kuinolin yang banyak ditemukan pada tumbuhan suku *Malvaceae* dan *Euphorbiaceae*. Senyawa

ini dilaporkan memiliki aktivitas antimikroba dan antifungi (Dias *et al*, 2007; Silva *et al*, 2022). Selain itu, antidesmone juga memiliki potensi aktivitas antiproliferatif yang poten terhadap beberapa sel kanker antara lain A549, MDA-MB-231, MCF-7, KB, dan KB-VIN. Jika dibandingkan dengan Doxorubisin, senyawa antidesmone memiliki aktivitas yang lebih kuat terhadap sel kanker yang resisten terhadap vinkristin (Rahim *et al*, 2020).

Kandungan senyawa antidesmone pada beberapa jenis tumbuhan suku *Euphorbiaceae* telah berhasil di analisis menggunakan *High Performance Liquid Chromatography* (HPLC) dengan kadar yang bervariasi dari 18,3-64,9 mg/kg (Buske *et al*, 2002). Sedangkan berdasarkan penelitian Liang *et al* (2019) terdapat sebanyak 1,31% senyawa antidesmone pada tumbuhan *Waltheria indica* L. Metode HPLC sering digunakan untuk menganalisis suatu senyawa, akan tetapi metode ini memerlukan biaya yang mahal karena peralatan yang digunakan dan membutuhkan analisis khusus untuk mengoperasikan alat HPLC (Sudarsono dan Purwantini, 2022). Sehingga perlu dilakukan metode lain untuk penentuan kadar senyawa antidesmone.

Kromatografi Lapis Tipis (KLT) Densitometri merupakan metode yang digunakan untuk analisis kualitatif dan kuantitatif berdasarkan pancaran radiasi elektromagnetik (REM) dengan panjang gelombang yang telah ditentukan (biasanya dari 190-800 nm) (Wall, 2005; Rollando *et al*, 2019). Analisis secara kualitatif, dilakukan dengan cara membandingkan nilai Rf

analit dan standar. Sedangkan secara kuantitatif, dilakukan dengan cara membandingkan luas area noda analit dan noda standar pada fase diam yang digunakan serta dengan menghitung densitas noda analit dan membandingkannya dengan densitas noda standar, sehingga dapat digunakan dalam perhitungan kadar senyawa (Wulandari, 2011).

Metode KLT-Densitometri sering digunakan karena kemampuan untuk memisahkan senyawa-senyawa dalam sampel yang dianalisis sehingga tidak terdapat senyawa yang saling mengganggu (Sudjadi dan Rohman, 2018). KLT-Densitometri termasuk metode yang mudah dilakukan, efisien dalam hal waktu, dan biaya yang digunakan relatif murah sehingga banyak digunakan untuk menganalisis bahan kimia pada tanaman maupun obat (Haneef *et al*, 2013). Selain itu, pada proses deteksi KLT bersifat lebih statis jika dibandingkan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT) yang bersifat dinamis (Savitri dan Megantara, 2019).

Berdasarkan uraian diatas, telah dilakukan analisis secara kualitatif dan kuantitatif senyawa antidesmone dalam ekstrak daun *M. umbellata* var. *deglabrata* dengan menggunakan KLT-Densitometri.

1.2 Rumusan Masalah

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

1. Bagaimana analisis kualitatif senyawa antidesmone pada daun *Melochia umbellata* var. *deglabrata* secara KLT-Densitometri?

2. Bagaimana analisis kuantitatif senyawa antidesmone pada daun *Melochia umbellata* var. *deglabrata* secara KLT-Densitometri?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan penelitian ini yaitu untuk:

1. Mengetahui analisis kualitatif senyawa antidesmone pada daun *Melochia umbellata* var. *deglabrata* secara KLT-Densitometri
2. Mengetahui analisis kuantitatif senyawa antidesmone pada daun *Melochia umbellata* var. *deglabrata* secara KLT-Densitometri

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

II.1 Uraian Tumbuhan Paliasa

II.1.1 Klasifikasi tumbuhan (Backer dan Van, 1965)

Kerajaan : Plantae

Divisi : Spermatophyta

Anak divisi : Angiospermae

Kelas : Dicotyledoneae

Anak kelas : Simpetalae

Bangsa : Malvales

Suku : Malvaceae

Marga : Melochia

Jenis : *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf

Varietas : *Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata*



**Gambar 1. Paliasa (*Melochia umbellata* (Houtt.) Stapf var. *deglabrata*)
(Dokumentasi pribadi)**

II.1.2 Morfologi tumbuhan

Melochia umbellata var. *deglabrata* merupakan tumbuhan yang tingginya 1-15 meter dan berakar tunggang. *M. umbellata* var. *deglabrata* memiliki batang yang bulat, keras, berkayu, berwarna coklat sampai coklat keputihan. Daunnya bertangkai panjang, berbentuk jantung lebar yang berukuran 3,5-26 cm, pada pangkal tulang daun bercabang sehingga bertulang menjari, berbulu, kasar, pangkal daun berlekuk, tepi daun bergerigi, ujung daun runcing, dan berwarna hijau tua. Bunganya berbentuk malai dan berwarna putih sampai putih kehijauan. Serta buahnya berbentuk beruang lima, berambut, bersekat, dan memanjang (Backer dan Van, 1965).

II.1.3 Kandungan senyawa

Tumbuhan paliasa banyak mengandung senyawa alkaloid, isatins, turunan 4-piridinon, dan 4-kuinolinon. Selain itu, metabolit sekunder lainnya yang terdapat dalam paliasa antara lain flavonoid, triterpenoid, steroid, dan lainnya (Erwin *et al*, 2014). Daun paliasa mengandung senyawa kimia seperti saponin, cardenolin, bufadienol, antrakinin, skopoletin, kaempferol, quercetin, senyawa sianogenik, dan triterpenoid sikloartan (Usman, 2020).

Kandungan kimia lainnya yang terdapat dalam daun paliasa antara lain tiga siklopeptida [frangufoline, sanjoinenine, dan lotusanine], enam ionon [blumenol A, (3*S*,5*R*,6*S*,7*E*)-3,5,6-trihydroxy-7-megastigmen-9-one, (-)-dehydrovomifoliol, (9*S*)-9-hydroxy-4-megastigmen-3-one, (3*R*,6*R*,7*E*)-3-

hydroxy-4,7-megastimadien-9-one, dan (-)-3-hydroxy- β -ionone], lakton monoterpene [(-)-loliolide], tiga lignan [(+)-eudesmine, (+)-magnolol, dan (+)-yangambin], dan kandungan utamanya yaitu empat alkaloid kuinolin [waltherione A, 5'-methoxywaltherione, antidesmone, dan waltherione F], (Rahim *et al*, 2020). Berdasarkan penelitian Erwin *et al* (2014) melaporkan senyawa yang berhasil diisolasi dari tumbuhan paliasa antara lain alkaloid kuinolin, waltherione C, coumarinolignan, dan cleomiscosin A.

II.1.4 Manfaat tumbuhan

Tumbuhan suku *Malvaceae* merupakan tumbuhan yang banyak tumbuh di hutan hujan tropis Indonesia dan secara etnobotani digunakan sebagai antiinflamasi, hepatitis, kolesterol, kudis, dan antitumor. Tumbuhan paliasa termasuk kedalam suku *Malvaceae* yang dilaporkan dapat mengobati beberapa penyakit seperti demam, hipertensi, diabetes, hiperkolesterolemia, hepatitis, dan kanker (Rahim *et al*, 2020).

Berdasarkan penelitian Rahim *et al* (2020), dilaporkan kandungan antidesmone pada daun paliasa memiliki potensi aktivitas antiproliferatif yang poten terhadap beberapa sel kanker antara lain A549, MDA-MB-231, MCF-7, KB, dan KB-VIN. Jika dibandingkan dengan Doxorubisin, senyawa antidesmone memiliki aktivitas yang lebih kuat terhadap sel kanker yang resisten terhadap vinkristin. Selain itu, kandungan waltherione C pada akar dan batang paliasa bersifat toksik terhadap *Artemia salina* dengan nilai LC₅₀

sebesar 0,29 µg/mL dan memiliki aktivitas sitotoksik sel murin leukemia P-388 (Erwin *et al*, 2014).

II.2 Simplisia

Simplisia adalah bahan alam yang telah dikeringkan yang digunakan untuk pengobatan dan belum mengalami pengolahan apapun. Pengeringan dapat dilakukan dengan penjemuran di bawah sinar matahari, di angin-anginkan, atau menggunakan oven, kecuali dinyatakan lain suhu pengeringan oven tidak lebih dari 60°C. Simplisia dibedakan menjadi simplisia nabati, simplisia hewani, dan simplisia pelikan (mineral) (Wewengkang dan Rotinsulu, 2021). Berikut ini syarat-syarat dari simplisia antara lain (Kemenkes RI, 2017):

1. Simplisia segar adalah bahan alam segar yang belum dikeringkan.
2. Simplisia nabati adalah simplisia berupa tumbuhan utuh, bagian tumbuhan atau eksudat tumbuhan. Eksudat tumbuhan adalah isi sel yang secara spontan keluar dari tumbuhan atau dengan cara tertentu dikeluarkan dari selnya atau zat nabati lain yang dengan cara tertentu dipisahkan dari tumbuhannya.
3. Serbuk simplisia nabati adalah bentuk serbuk dari simplisia nabati, dengan ukuran derajat kehalusan tertentu. Sesuai dengan derajat kehalusannya, dapat berupa serbuk sangat kasar, kasar, agak kasar, halus, dan sangat halus.
4. Serbuk simplisia nabati tidak boleh mengandung fragmen jaringan dan benda asing yang bukan merupakan komponen asli dari simplisia yang

bersangkutan antara lain telur nematoda, bagian dari serangga dan hama, serta sisa tanah.

II.3 Ekstraksi

II.3.1 Pengertian ekstraksi

Ekstraksi adalah proses pemisahan suatu senyawa dari campurannya dengan menggunakan pelarut yang sesuai. Pelarut yang digunakan harus dapat mengekstrak senyawa yang diinginkan tanpa melarutkan senyawa lainnya yang terdapat dalam simplisia. Proses ekstraksi dihentikan ketika tercapai keseimbangan antara konsentrasi senyawa dalam pelarut dengan konsentrasi dalam sel tanaman (Zhang *et al*, 2018).

II.3.2 Prinsip ekstraksi

Pada proses ekstraksi, bahan yang akan diekstrak akan kontak secara langsung dengan pelarut. Proses itu secara umum dapat dikelompokkan menjadi tiga fase yaitu pelarut akan menembus dinding sel dan jaringan serta masuk ke dalam sel, masuknya cairan penyari ke dalam sel (osmosis) akan semakin mudah apabila dinding sel sudah tidak menjadi utuh lagi akibat adanya proses penyerbukan. Cairan penyari yang masuk akan membuat zat terlarut yang berada di dalam sel akan larut dalam pelarut sehingga terjadi perbedaan konsentrasi antara larutan zat terlarut di dalam sel dan cairan penyari yang berada di luar sel, maka pada tahap ini terjadi proses difusi. Proses difusi akan terus terjadi sampai konsentrasi zat terlarut yang berada di luar sel dan di dalam sel seimbang. Sifat-sifat pelarut ekstraksi, ukuran partikel bahan baku, perbandingan pelarut dan bahan

baku, suhu ekstraksi, serta lama waktu ekstraksi akan mempengaruhi efisiensi ekstraksi (Zhang *et al*, 2018).

II.3.3 Metode-metode ekstraksi

Pada umumnya, berdasarkan metode yang digunakan atau prosesnya, ekstraksi digolongkan menjadi dua macam, yaitu ekstraksi secara panas dan ekstraksi secara dingin. Ekstraksi secara panas terdiri dari refluks, infusa, destilasi uap air, dan dekokta. Sedangkan ekstraksi ekstraksi secara dingin terdiri dari maserasi, perkolasi, dan sokletasi.

II.3.3.1 Maserasi

Maserasi berasal dari bahasa latin "*macerace*" yang berarti merendam. Maserasi adalah metode penyarian yang sederhana serta paling banyak digunakan, baik dalam skala kecil maupun industri. Maserasi merupakan jenis ekstraksi padat-cair yang dilakukan dengan cara perendaman komponen yang akan diekstraksi (sampel) pada suhu kamar selama 3-5 hari sambil diaduk menggunakan pelarut yang sesuai dengan sampel, dimana pelarut tersebut dapat melarutkan analit yang ada di dalam sampel (*like dissolved like*) (Leba, 2017).

Ekstraksi secara maserasi memiliki kelebihan, seperti alat yang digunakan sederhana, biaya operasional cukup rendah, data digunakan untuk sampel yang bersifat termolabil, cara penggunaannya mudah dan sangat sederhana, serta dilakukan tanpa pemanasan. Selain itu, metode maserasi juga mempunyai beberapa kelemahan, seperti jumlah pelarut

yang digunakan banyak dan prosesnya membutuhkan waktu yang cukup lama (Nasyanka, 2020).

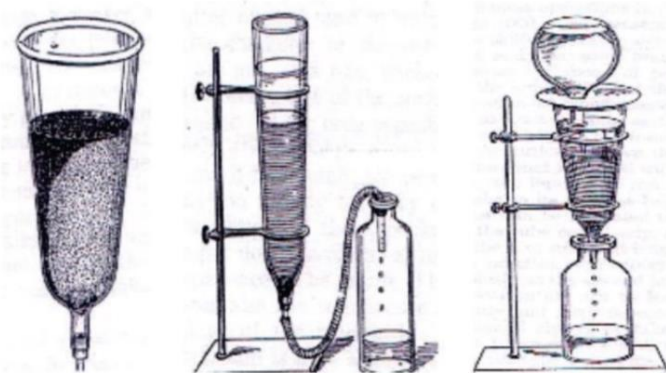


Gambar 2. Proses maserasi (Dokumentasi pribadi)

II.3.3.2 Perkolasi

Perkolasi merupakan proses ekstraksi padat-cair yang dilakukan dengan mengalirkan pelarut pada sampel basah (sampel yang sudah dibasahi) secara perlahan. Pelarut ditambahkan secara terus-menerus, sehingga proses ekstraksi selalu dilakukan dengan pelarut yang baru. Pola penambahan pelarut yang dilakukan adalah menggunakan pola penetes pelarut dari bejana terpisah disesuaikan dengan jumlah pelarut yang keluar atau dilakukan dengan penambahan pelarut dalam jumlah besar secara berkala. Proses ini berlangsung hingga warna pelarut tidak berwarna lagi yang menunjukkan bahwa sudah tidak ada senyawa aktif yang terlarut oleh pelarut. Perkolasi dilakukan dengan menggunakan alat yang disebut perkolator (Leba, 2017).

Ekstraksi secara perkolasi memiliki beberapa kelebihan, seperti tidak dibutuhkannya proses lanjutan untuk memisahkan padatan dengan ekstraknya, sampel selalu dialiri dengan pelarut baru, dan tidak membutuhkan pemanasan. Selain itu, metode perkolasi juga memiliki kelemahan, seperti dibutuhkan jumlah pelarut yang cukup banyak, kontak antara pelarut dengan sampel tidak terjadi secara merata, dan membutuhkan waktu yang cukup lama (Nasyanka, 2020).

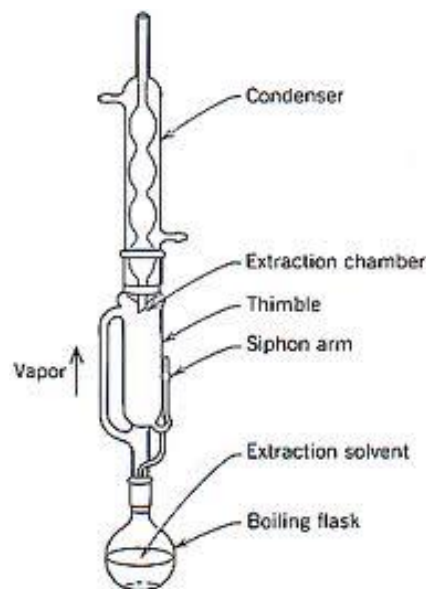


Gambar 3. Perkolator (Saputra, 2020)

II.3.3.3 Sokletasi

Sokletasi merupakan salah satu jenis ekstraksi menggunakan alat soklet. Pada ekstraksi ini pelarut dan sampel ditempatkan secara terpisah. Prinsipnya adalah ekstraksi dilakukan secara terus menerus menggunakan pelarut yang relatif sedikit. Bila ekstraksi telah selesai, maka pelarut dapat diuapkan sehingga akan diperoleh ekstrak. Pelarut yang digunakan pada metode ini adalah pelarut-pelarut yang mudah menguap atau mempunyai titik didih yang rendah (Leba, 2017).

Metode sokletasi memiliki kelebihan yaitu proses ekstraksi yang kontinyu, dimana sampel terekstraksi oleh pelarut murni hasil kondensasi sehingga tidak membutuhkan banyak pelarut. Sedangkan kelemahannya adalah jumlah ekstrak yang diperoleh lebih sedikit dibandingkan dengan metode maserasi (Mukhriani, 2014).



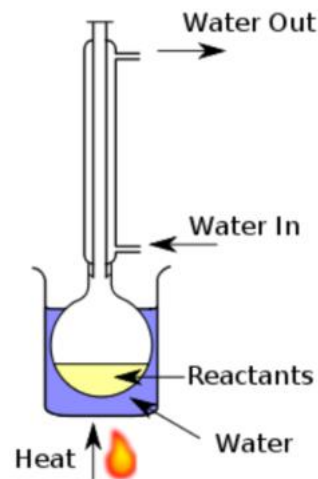
Gambar 4. Alat sokletasi (Julianto, 2019)

II.3.3.4 Refluks

Refluks adalah metode ekstraksi yang dilakukan pada titik didih pelarut selama waktu tertentu dan jumlah pelarut tertentu yang relatif konstan dengan adanya pendingin balik. Umumnya dilakukan pengulangan proses pada residu pertama sampai 3-5 kali sehingga dapat termasuk dalam proses ekstraksi sempurna (Wewekang dan Rotinsulu, 2021).

Metode refluks memiliki kelebihan yaitu sampel yang memiliki tekstur kasar dan tahan terhadap pemanasan langsung dapat diekstraksi.

Sedangkan kelemahan metode ini yaitu tidak dapat digunakan untuk sampel yang tidak tahan terhadap panas dan juga membutuhkan pelarut yang banyak (Saputra, 2020).



Gambar 5. Alat refluks (Saputra, 2020)

II.3.3.5 Infusa

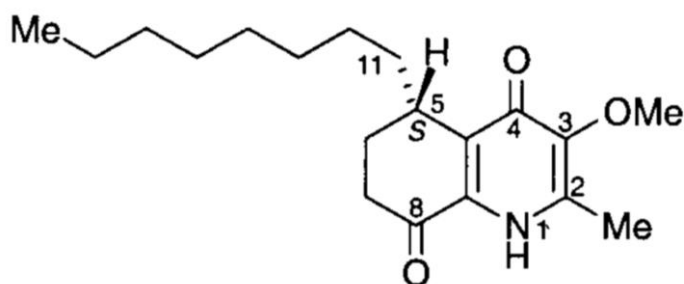
Infusa adalah metode ekstraksi simplisia dengan pelarut air pada suhu terukur 90°C selama waktu tertentu 15 menit. Metode infusa memiliki beberapa kelebihan, seperti mudah, murah dalam penggunaannya, lebih aplikatif digunakan pada masyarakat, dan lebih mendekati cara pembuatan obat tradisional yang dilakukan masyarakat. Sedangkan kelemahan metode infusa yaitu perebusan yang dilakukan menggunakan suhu tinggi yaitu lebih dari 90°C , sehingga akan merusak senyawa aktif yang terkandung di dalamnya (Wewekang dan Rotinsulu, 2021).

II.3.3.6 Dekokta

Dekokta merupakan metode mengekstraksi bahan nabati dengan pelarut air (pelarut berair/polar) pada suhu 90°C selama 30 menit, terhitung

setelah panci bagian bawah mulai mendidih. Pada proses dekoksi, bagian tanaman yang berupa batang, kulit kayu, ranting, rimpang atau akar direbus dalam air mendidih dengan volume dan selama waktu tertentu. Rasio antara massa bagian tanaman dengan volume air biasanya 1:4 atau 1:6 (Endarini, 2016).

II.4 Antidesmone



Gambar 6. Struktur antidesmone (Wiart, 2022)

Antidesmone merupakan senyawa alami dengan rumus molekul $C_{19}H_{29}NO_3$ yang banyak ditemukan pada tumbuhan *Antidesma membranaceum*, *Watheria indica*, dan *Antidesma venosum*. Antidesmone adalah senyawa alkaloid kuinolin yang memiliki aktivitas antimikroba dan antifungi (Dias *et al*, 2007; Silva *et al*, 2022). Selain itu, berdasarkan penelitian Rahim *et al* (2020) antidesmone juga memiliki potensi aktivitas antiproliferatif yang poten terhadap beberapa sel kanker antara lain A549, MDA-MB-231, MCF-7, KB, dan KB-VIN. Jika dibandingkan dengan Doxorubisin, senyawa antidesmone memiliki aktivitas yang lebih kuat terhadap sel kanker yang resisten terhadap vinkristin. Antidesmone memiliki panjang gelombang maksimum yaitu pada UV 248, 276, dan 328 nm (Buske, 2001).

II.5 Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi lapis tipis (KLT) merupakan metode kromatografi yang tergolong dalam jenis kromatografi planar yang paling sederhana, hemat biaya, mudah dioperasikan, dan banyak digunakan di laboratorium. Peralatan dan bahan yang dibutuhkan untuk melakukan pemisahan dan analisis sampel dengan metode KLT cukup sederhana yaitu sebuah bejana tertutup (*chamber*) yang berisi pelarut dan lempeng KLT (Wulandari, 2011).

Teknik pemisahan dengan KLT memiliki banyak kelebihan, karena KLT merupakan teknik yang serbaguna, yang dapat diaplikasikan untuk hampir semua senyawa. Pemisahan yang dihasilkan dari adsorben yang baik dan pelarut yang murni dapat dicapai dalam waktu yang singkat, sehingga memungkinkan KLT merupakan suatu teknik dengan jaminan keberhasilan, di dalam pemisahan campuran yang tidak diketahui (Rosamah, 2019).



Gambar 7. Teknik kromatografi lapis tipis (Rosamah, 2019)

II.6 Densitometri

Densitometri merupakan metode analisis instrumental dalam penentuan analit secara kualitatif maupun kuantitatif berdasarkan interaksi radiasi elektromagnetik (REM) dengan noda analit pada fase diam KLT.

Metode ini biasa disebut metode KLT-Densitometri. Analisis secara kualitatif dilakukan dengan cara membandingkan nilai *Retardation factor* (Rf) analit dan standar. Dari noda analit yang memiliki Rf sama dengan standar diidentifikasi kemurnian analit dengan cara membandingkan spektrum densitometri analit dan standar. Sedangkan analisis secara kuantitatif dilakukan dengan cara membandingkan luas area noda analit dengan luas area noda standar pada fase diam yang diketahui konsentrasinya atau menghitung densitas noda analit dan membandingkannya dengan densitas noda standar (Wulandari, 2011).

Kelebihan menggunakan densitometer yaitu cukup ekonomis karena menggunakan fase gerak yang sedikit, waktu yang relatif singkat, biaya operasional lebih murah, dan dapat dilakukan penetapan kadar beberapa sampel secara simultan. Apabila dibandingkan dengan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT), metode KLT-Densitometri tidak ada batasan fase gerak yang harus digunakan (Najib, 2018). Selain itu, pada proses deteksi KLT bersifat lebih statis jika dibandingkan dengan KCKT bersifat dinamis (Savitri dan Megantara, 2019). Sedangkan jika dibandingkan dengan spektrofotometri, kemampuan KLT-Densitometri untuk memisahkan senyawa-senyawa dalam sampel yang dianalisis sehingga tidak terdapat senyawa yang saling mengganggu (Sudjadi dan Rohman, 2018).

Mode densitometer ada dua yaitu mode reflektan (remisi) dan transmittan. Mode reflektan bisa digunakan pada rentang spektral UV/Vis,

fluoresensi dan peredaman fluoresensi. Spektral visual (400-800 nm) menggunakan lampu halogen dan tungsten, sedangkan pada spektral UV (190-400 nm) menggunakan lampu deuterium dan xenon. Untuk spektral fluoresensi digunakan lampu merkuri (Wulandari, 2011).



Gambar 8. Instrumen densitometri (Dokumentasi pribadi)

II.7 Validasi Metode Analisis

Validasi metode analisis adalah suatu tindakan penilaian terhadap parameter tertentu, berdasarkan percobaan laboratorium untuk membuktikan bahwa parameter tersebut memenuhi persyaratan untuk penggunaannya (Harmita, 2004). Penggunaan validasi metode bertujuan untuk mengurangi risiko penyimpangan yang mungkin timbul dan mengevaluasi kerja dari metode analisis yang digunakan. Beberapa parameter analisis yang sering digunakan dalam validasi metode seperti linearitas, *Limit of Detection* (LOD) dan *Limit of Quantification* (LOQ), akurasi, serta presisi.

II.7.1 Linearitas

Linearitas adalah kemampuan metode analisis memberikan respon yang secara langsung atau dengan bantuan transformasi matematik yang baik, proporsional terhadap konsentrasi analit dalam sampel. Linearitas biasanya dinyatakan dalam variansi sekitar arah garis regresi yang dihitung berdasarkan persamaan matematik data yang diperoleh dari hasil uji analit dalam sampel dengan berbagai konsentrasi analit (Harmita, 2004).

Metode pengukuran linearitas dapat dilakukan dengan pengukuran tunggal beberapa konsentrasi yang berbeda-beda. Data yang diperoleh berupa nilai kemiringan (*slope*), intersep, dan koefisien korelasinya (Gandjar dan Rohman, 2018). Sebagai parameter adanya hubungan linier digunakan koefisien korelasi (r) pada analisis regresi linier $y = a + bX$. Hubungan linier yang ideal dicapai jika nilai $r = +1$ atau -1 bergantung pada arah garis (Harmita, 2004).

II.7.2 *Limit of Detection (LOD)* dan *Limit of Quantification (LOQ)*

Limit of Detection (LOD) atau biasa disebut dengan batas deteksi merupakan parameter uji batas terhadap jumlah terkecil analit dalam sampel yang dapat dideteksi yang masih memberikan respon signifikan dibandingkan dengan blanko. Sedangkan *Limit of Quantification (LOQ)* atau biasa disebut dengan batas kuantitasi merupakan parameter pada analisis renik dan diartikan sebagai kuantitas terkecil analit dalam sampel yang

masih dapat memenuhi kriteria cermat dan seksama (Harmita, 2004). LOD dan LOQ dapat dihitung menggunakan rumus:

$$Q = \frac{k \times S_{y/x}}{SI}$$

Ket:

Q = Batas deteksi atau batas kuantitasi

k = 3 untuk batas deteksi atau 10 untuk batas kuantitasi

$S_{y/x}$ = Simpangan baku residual

SI = Arah garis linear (kepekaan arah) dari kurva antara respon terhadap konsentrasi = slope (b pada persamaan garis $y = a+bx$)

II.7.3 Akurasi (*accuracy*)

Akurasi atau kecermatan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kedekatan hasil analisis dengan kadar analit yang sebenarnya, dinyatakan sebagai persen perolehan kembali (*recovery*) analit yang ditambahkan. Kecermatan hasil analisis sangat tergantung pada sebaran galat sistematis di dalam keseluruhan tahapan analisis. Menurut Harmita (2004), kecermatan dapat ditentukan dengan dua cara yaitu metode simulasi (*spiked-placebo recovery*) atau metode penambahan baku (*standard addition method*). Perhitungan perolehan kembali dapat ditetapkan dengan rumus:

$$\% \text{ Perolehan kembali} = \frac{(C_F - C_A)}{C^*A} \times 100\%$$

Ket:

C_F = Konsentrasi total sampel yang diperoleh dari pengukuran

C_A = Konsentrasi sampel sebenarnya

C^*A = Konsentrasi analit yang ditambahkan

II.7.4 Presisi (*precision*)

Presisi atau keseksamaan adalah ukuran yang menunjukkan derajat kesesuaian antara hasil uji individual, diukur melalui penyebaran hasil individual dari rata-rata jika prosedur diterapkan secara berulang pada sampel-sampel yang diambil dari campuran homogen (Harmita, 2004). Presisi diukur sebagai simpangan baku (SD) dan simpangan baku relatif (koefisien variasi). Presisi dapat dinyatakan sebagai *repeatability* (keterulangan) atau *reproducibility* (ketertiruan) (Riyanto, 2016).

Kriteria seksama diberikan jika metode memberikan simpangan baku relatif (RSD) atau koefisien variasi (CV) 2% atau kurang. Namun, kriteria ini sangat fleksibel tergantung pada konsentrasi analit yang diperiksa, jumlah sampel, dan kondisi laboratorium (Riyanto, 2016). Simpangan baku (SD) dan koefisien variasi dapat dihitung dengan rumus:

$$SD = \sqrt{\frac{\sum(X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

$$KV (\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \times 100\%$$

Ket:

SD = Simpangan baku

KV = Koefisien variasi

X_i = Nilai data ke-1

\bar{X} = Nilai rata-rata data

n = Banyaknya data