

Isolasi dan Karakterisasi Senyawa Alkaloid Ekstrak Metanol Klika Faloak (*Sterculia populifolia*)

Isolation and Characterization of Alkaloid Compound of Methanol Extract of Bark Faloak (Sterculia populifolia)

Khairuddin¹, Burhanuddin Taebe¹, Risna¹, Abdul Rahim²

¹ Program Studi Ilmu Farmasi, Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Makassar
Jl. Perintis Kemerdekaan Km. 13,7 Daya telp/Fax. 0411-583190 Makassar. 90242

² Program Studi Ilmu Farmasi, Universitas Hasanuddin Makassar
Jl. Perintis Kemerdekaan Km. 10. Tamalanrea Makassar. 90245

Kontak sur-el: khairuddin.elixir@gmail.com

ABSTRAK

Klika faloak (*Sterculia populifolia*) telah digunakan oleh masyarakat secara tradisional untuk mengobati beberapa penyakit seperti hepatitis, kanker, gangguan saluran pencernaan, diabetes, reumatik dan peningkatan sel darah merah dll. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan mengkarakterisasi senyawa alkaloid ekstrak metanol klika faloak. Ekstraksi dilakukan secara maserasi menggunakan pelarut metanol. Ekstrak metanol dipartisi dengan n-Heksan. Fraksinasi menggunakan metode kromatografi cair vakum, sebagai fase diam digunakan silika gel dan fase gerak adalah campuran n-heksan : etil asetat : metanol dengan sistem kepolaran ditingkatkan. Fraksi positif alkaloid yang diperoleh dipisahkan menggunakan kromatografi lapis tipis preparative dan dilakukan uji kemurnian menggunakan kromatografi lapis tipis 2 dimensi. Isolat selanjutnya dikarakterisasi menggunakan instrumen spektrofotometer UV-Vis dan inframerah (FTIR). Hasil analisis spektroskopi UV-Vis dan FTIR isolat diduga adalah senyawa alkaloid yang mempunyai karakteristik gugus fungsi N-H, C-N, C-H dan C=O serta serapan UV pada panjang gelombang 269 dan 302 nm yang merupakan serapan $n \rightarrow \pi^*$ dari gugus N-H.

Kata kunci: *Sterculia populifolia*, Alkaloid, Spektroskopi UV-Vis, FTIR

ABSTRACT

Faloak bark (*Sterculia populifolia*) has been used traditionally by people to treat several diseases such as hepatitis, cancer, digestive disorders, diabetes, rheumatism and red blood cell booster etc. This study was aimed to isolate and characterize the alkaloid compounds from the methanol extract of bark faloak. Extraction by maceration use methanol solvent. Methanol extract was partitioned with n-hexane. Fractionation using vacuum liquid chromatography, the stationary phase used as silica gel and the mobile phase was a mixture of n-hexane : ethyl acetate : methanol with enhanced polarity system. Alkaloid positive fraction is separated using preparative thin layer chromatography and using thin layer chromatography 2 dimensions for test the purity. Later, isolate was characterized using UV-Vis and infrared (FTIR). The results of spectroscopic analysis of UV-Vis and FTIR, isolate are suspected as alkaloid compounds which is have characteristics in functional group of N-H, C-N, C-H and C=O and the UV absorption at wavelength 269 and 302 nm, which is an absorption of $n \rightarrow \pi^*$ of N-H group.

Keywords: *Sterculia populifolia*, Alkaloid, UV-Vis Spectroscopy, FTIR

PENDAHULUAN

Faloak (*Sterculia populifolia*), suku Malvaceae merupakan salah satu jenis pohon tergolong endemik Pulau Timor Provinsi Nusa Tenggara Timur (NTT). Faloak diduga sebagai

salah satu dari 20.900 jenis endemik atau 55% dari 38.000 jenis yang terdapat di Indonesia (Setyowati, 2008). Faloak adalah salah satu dari jenis yang belum mendapatkan

perhatian, walaupun secara tradisional memiliki potensi sebagai bahan obat (Ranta F. , 2011) Pemanfaatan faloak oleh masyarakat di Provinsi Nusa Tenggara Timur selama ini digunakan untuk menyembuhkan berbagai penyakit, antara lain bagian klika faloak yang digunakan untuk mengobati penyakit tifus, maag, dan lever, peluruh haid, peluruh sisa-sisa kotoran setelah melahirkan, dan pemulihan setelah melahirkan. Berdasarkan pengalaman masyarakat, mengkonsumsi faloak secara rutin dapat meningkatkan stamina (mengurangi rasa letih atau lelah bagi pekerja berat) (Ranta F. , 2011). Klika faloak juga dipercaya mengobati beberapa penyakit seperti hepatitis, kanker, gangguan saluran pencernaan, diabetes, reumatik dan penguat sel darah merah (Siswandi, Hadi, Saragih, & Rianawati, 2013)

Menurut penelitian yang telah dilakukan oleh Ngora, (2016) menunjukkan bahwa ekstrak etanol klika faloak mengandung alkaloid, flavonoid, tanin, terpenoid, dan saponin. Hasil penelitian ini sejalan dengan penelitian yang dilakukan oleh Siswandi dkk., (2013) bahwa klika faloak mengandung senyawa alkaloid, flavonoid, fenolik dan terpenoid.

Alkaloid merupakan salah satu metabolit sekunder yang tersebar luas pada tanaman dan memiliki fungsi utama sebagai pertahanan kimia oleh tanaman terhadap herbivora dan predator (Fattorusso & Scafati, 2008). Selain itu, efek fisiologis yang kuat dan selektifitas senyawa alkaloid menyebabkan senyawa alkaloid tersebut sangat bermanfaat dalam hal

pengobatan. Kebanyakan alkaloid dengan aktivitas biologis pada manusia mempengaruhi sistem saraf terutama sebagai neurotransmitter kimia misalnya asetilkolin, epinefrin, norepinefrin, asam gamma aminobutirat (GABA), dopamin, dan serotonin (Azzahra, Sadiyah, & Lukamayani, 2015). Dalam penggunaan klinis, alkaloid digunakan sebagai antitumor, antimalaria, antiparasit, sedatif, analgesik, efek hipotensi, kardiotonik, percepatan hormon, pertumbuhan, dan aktivitas antimikroba (Funayama & Cordell, 2015)

Melihat banyaknya manfaat dari senyawa alkaloid, maka perlu suatu kajian ilmiah yang lebih untuk mengidentifikasi secara detail komponen kimia salah satunya yaitu senyawa alkaloid yang terdapat dalam klika faloak. Pengkajian komponen kimia dari tanaman faloak ini diarahkan untuk mengetahui secara pasti. Oleh karena itu, pencarian komponen kimia dari jenis tumbuhan ini menjadi penting, untuk mengenal fungsi dan manfaatnya, sehingga dapat menambah khasanah tumbuhan obat dunia saat ini (Ranta, Nawawi, Pribadi, & Syarif, 2012).

Berdasarkan hal tersebut di atas maka telah dilakukan penelitian isolasi komponen kimia dari klika faloak yaitu senyawa alkaloid. Tahap penelitian dimulai dari maserasi, pemisahan dan pemurnian. Hasil pemurnian mendapatkan isolat murni yang selanjutnya dikarakterisasi menggunakan metode spektrofotometri UV-Visible dan spektrofotometri inframerah (FTIR).

Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan mengkarakterisasi senyawa alkaloid dari ekstrak metanol klika faloak. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan manfaat dalam dunia kefarmasian dan dapat mendukung informasi kepada masyarakat yang berbasis ilmiah terutama kandungan kimia khususnya senyawa alkaloid dari klika faloak.

METODE PENELITIAN

Pengambilan sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian adalah klika faloak yang diperoleh dari Kota Kupang, Provinsi Nusa Tenggara Timur.

Pengolahan Sampel

Sampel klika faloak yang diperoleh disortasi basah lalu dicuci. Setelah tiris, sampel kemudian dirajang dan dikeringkan dengan cara diangin-anginkan kemudian dilakukan sortasi kering.

Ekstraksi

Sampel ditimbang sebanyak 300 gram kemudian dimasukkan ke dalam bejana maserasi ditambahkan pelarut metanol sebanyak 2500 ml. Didiamkan selama 3 x 24 jam pada tempat yang terlindung dari sinar matahari langsung dan sesekali diaduk. Selanjutnya disaring dan ampas diekstraksi kembali dengan cara dan perlakuan yang sama. Ekstrak yang diperoleh dikumpulkan lalu dipekatkan menggunakan *rotary evaporator* (IKA®) sehingga diperoleh ekstrak kental.

Uji Pendahuluan

Ekstrak kental metanol diambil secukupnya, dimasukkan kedalam 3 tabung dan masing-masing tabung ditambahkan 1 pipet HCl dan ditambahkan pereaksi Mayer, Wagner dan Dragendorff sebanyak 2-3 tetes. Jika terbentuk endapan menunjukkan adanya positif Alkaloid.

Partisi

Ekstrak kental sebanyak 10 gram dilarutkan dengan aquadest sebanyak 150 ml, dimasukkan kedalam corong pisah lalu ditambahkan pelarut n-Heksan sebanyak 100 ml. Dikocok kuat dan dibiarkan terpisah. Diambil fase n-Heksan sedangkan fase air ditambahkan lagi pelarut n-Heksan diulangi dengan cara dan perlakuan yang sama hingga diperoleh warna larutan pada fase n-Heksan kembali seperti warna awal pelarut. Diulangi perlakuan menggunakan pelarut n-Butanol dan etil asetat.

Fraksinasi

Fraksi n - heksan sebanyak 3 g difraksinasi dengan kromatografi cair vakum dengan fase diam silika gel dan fase gerak dengan sistem landaian dengan kepolaran meningkat. Fase gerak yang digunakan pada metode ini adalah n-heksan : etil asetat dengan perbandingan 1:0, 30:1, 25:1, 20:1, 15:1, 10:1, 5:1, 1:1, etil asetat : metanol dengan perbandingan 1:5, masing-masing eluen dibuat dalam 75 ml. Fraksi yang diperoleh ditampung kemudian dipekatkan dan dianalisis dengan kromatografi lapis tipis dan disemprot penampak bercak Dragendorff. Fraksi yang positif mengandung alkaloid dilanjutkan kromatografi lapis tipis preparatif.

Pemurnian Isolat

Fraksi terpilih (Fraksi 4) yaitu fraksi yang positif mengandung alkaloid diisolasi dengan kromatografi lapis tipis preparatif, selanjutnya filtrat diuji kemurniannya dengan menggunakan KLT 2 dimensi. Jika isolat tetap menunjukkan pola noda tunggal dapat disimpulkan bahwa isolat tersebut murni secara KLT.

Karakterisasi Isolat Alkaloid

Isolat diidentifikasi menggunakan spektrofotometer UV-Visible dan spektrofotometer Inframerah untuk mengetahui karakteristik kimia senyawa yang terkandung pada klica faloak.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Bahan tanaman yang digunakan dalam penelitian ini adalah kulit batang faloak yang diperoleh dari kota Kupang, Nusa Tenggara Timur. Kulit batang faloak dikumpulkan selanjutnya dicuci dengan air mengalir untuk menghilangkan pengotor yang masih melekat. Setelah itu dilakukan perajangan, pengeringan dan sortasi kering. Simplisia yang diperoleh dilanjutkan ke tahap ekstraksi.

Simplisia kulit batang faloak sebanyak 300 gram diekstraksi dengan metode maserasi menggunakan pelarut metanol selama 3x24 jam dengan sesekali pengadukan dan disaring. Selanjutnya terhadap ampas dilakukan remaserasi menggunakan pelarut metanol selama 3x24 jam agar penarikan senyawa yang terkandung lebih maksimal. Ekstrak cair yang diperoleh dipekatkan menggunakan *rotary*

evaporator untuk memperoleh ekstrak pekat, diangin-anginkan hingga diperoleh ekstrak kental. Hasil ekstraksi diperoleh rendemen sebesar 5,66 %. Hasil rendemen menunjukkan banyaknya senyawa yang dapat ditarik dengan metode maserasi.

Sebelum dilakukan proses isolasi, terlebih dahulu ekstrak metanol kulit batang faloak diuji kandungan senyawa alkaloid. Hasil identifikasi senyawa alkaloid diperoleh endapan berwarna coklat untuk yang ditambahkan pereaksi wagner, endapan berwarna putih yang ditambahkan pereaksi mayer dan diperoleh endapan berwarna merah orange yang ditambahkan pereaksi dragendorf. Berdasarkan hasil uji, ekstrak mengandung alkaloid.

Ekstrak kental yang diperoleh selanjutnya dilakukan uji kelarutan dalam beberapa pelarut yaitu air, metanol, etil asetat, kloroform, n-Butanol dan n-Heksan dan diperoleh ekstrak yang larut dalam air, metanol dan etil asetat dan agak larut dalam kloroform, n butanol dan n heksan. Dari hasil tersebut ekstrak selanjutnya dipartisi dengan pelarut n-heksan, etil asetat dan n butanol.

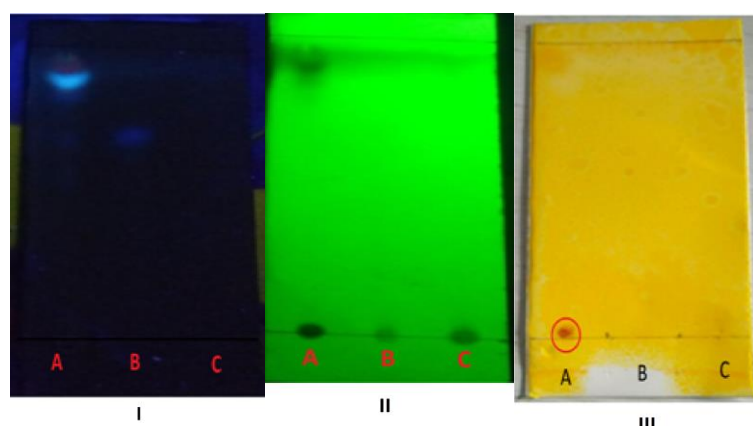
Hasil partisi yang diperoleh dilakukan visualisasi dengan metode KLT. Fase diam yang digunakan yaitu silika Gel GF₂₅₄ (Merck®) sedangkan fase gerak yang digunakan adalah n-heksan : etil asetat (1:4). Noda diperoleh dengan R_f sebesar 0,89; 0,94; dan 0,78 sedangkan pada fraksi etil asetat diperoleh noda dengan R_f sebesar 0,72. Berdasarkan pemantuan dengan penampak

bercak Dragendorf, fraksi yang terpilih adalah fraksi n-Heksan yang ditandai terbentuknya noda orange atau jingga (gambar 1)

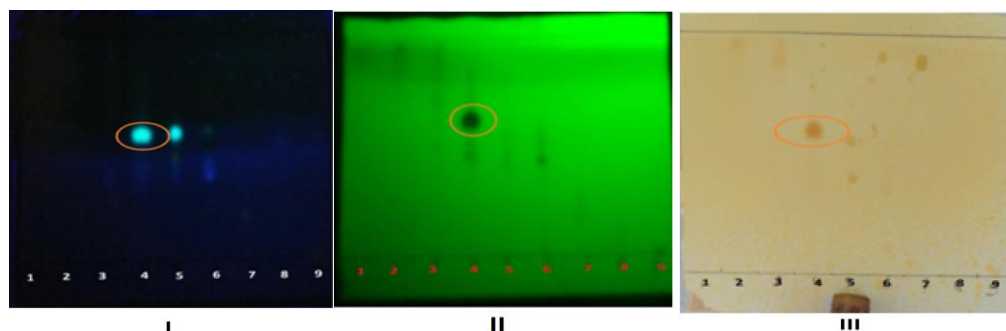
Setelah dilakukan visualisasi KLT, terhadap fraksi terpilih yaitu fraksi n-heksan dilakukan pemisahan lebih lanjut (fraksinasi) dengan menggunakan kromatografi cair vakum. Fase diam berupa silika gel 60 dengan fase gerak sistem landaian yang kepolarannya ditingkatkan dengan variasi konsentrasi n-heksan, etil asetat dan metanol. Hasil kromatografi diperoleh fraksi sebanyak 10 fraksi, setiap fraksinya ditampung kemudian fraksi dipekatkan dan dipantau dengan menggunakan KLT. Hasil visualisasi KLT dari fraksi, fraksi no. 4 adalah fraksi terpilih untuk

isolasi. Hal ini ditandai dengan adanya bercak warna orange atau jingga pada fraksi setelah disemprot pereaksi penampak bercak dragendorf. Hasil visualisasi KLT fraksi dari kromatografi cair vakum dapat dilihat pada gambar 2.

Tahapan isolasi dilakukan dengan KLT preparatif terhadap fraksi no. 4 menggunakan fase diam silika gel GF₂₅₄ (Merck®) dan fase gerak n-heksan : etil asetat (4:1) dengan nilai R_f sebesar 0,67. Hasil KLT preparatif diperoleh lima pita. Dari hasil penampak bercak pada lempeng KLT sebelumnya, hanya pita empat yang memberikan hasil positif alkaloid.



Gambar 1. Kromatogram hasil KLT ekstraksi cair-cair. Visualisasi di bawah lampu UV 366 nm (I), di bawah lampu UV 254 (II), setelah disemprot penampak bercak Dragendorf (III), fraksi n-Heksan (A), fraksi etil asetat (B), fraksi n-Butanol (C), Fase diam Silika gel GF₂₅₄, Fase gerak n-Heksan : etil asetat (1:4)



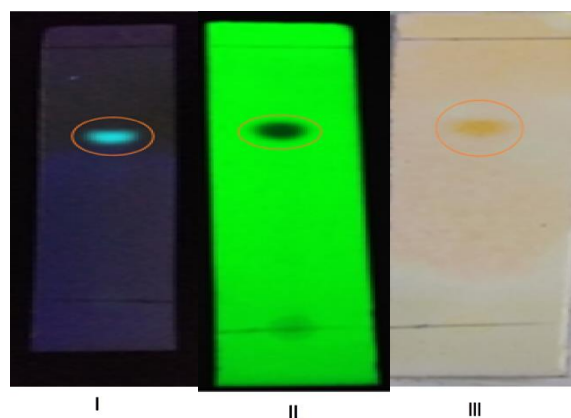
Gambar 2. Kromatogram hasil KCV. Visualisasi di bawah lampu UV 366 nm (I), di bawah lampu UV 254 (II), setelah disemprot penampak bercak Dragendorf (III), Fase diam Silika gel GF₂₅₄, Fase gerak n-Heksan : etil asetat (4:1)

Pemisahan dilakukan dengan mengerok pita empat dan dilarutkan dalam metanol. Hasil kerokan pita kemudian dipisahkan menggunakan magnetik stirer dan disaring menggunakan kolom cair vakum. Isolat yang diperoleh diuapkan dan dilakukan visualisasi profil KLT. Hasil visualisasi profil KLT diperoleh bercak tunggal seperti yang terlihat pada gambar 3 dan 4. Isolat yang berhasil kami dapatkan selanjutnya kami beri nama isolat F4a.

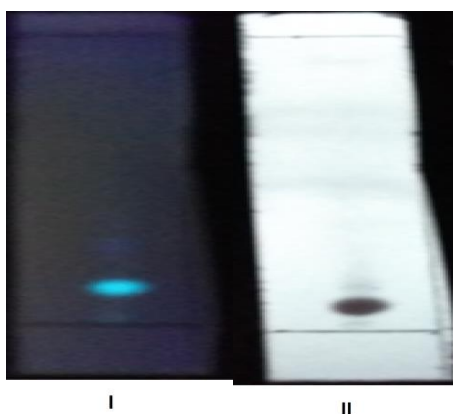
Isolat F4a dilakukan elusi pada lempeng RP-18 menggunakan eluen aseton : air (4:1) untuk memastikan kemurnian dari isolat dan diperoleh beberapa bercak lain pada lempeng

namun senyawa target masih memiliki profil noda yang lebih dominan. Uji kemurnian dilakukan dengan metode KLT 2 dimensi menggunakan fase gerak n-heksan : etil asetat (4:1) yang dapat dilihat pada gambar 5.

Isolat F4a dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer infra merah atau FTIR (Shimadzu®), dan Spektrofotometer UV - Vis (Shimadzu®). Isolat dalam pelarut kloroform memberikan serapan pada daerah panjang gelombang λ maks 269 dan 302 nm. Panjang gelombang maksimum lebih dari 250 nm menunjukkan bahwa senyawa memiliki ikatan rangkap terkonjugasi ataupun gugus kromofor (Azzahra, Sadiyah, & Lukamayani, 2015)



Gambar 3. Kromatogram Pemantuan KLT isolat F4a. Visualisasi di bawah lampu UV 366 nm (I), di bawah lampu UV 254 (II), setelah disemprot penampak bercak Dragendorff (III), Fase diam Silika gel GF254, Fase gerak n-Heksan : etil asetat (4:1)

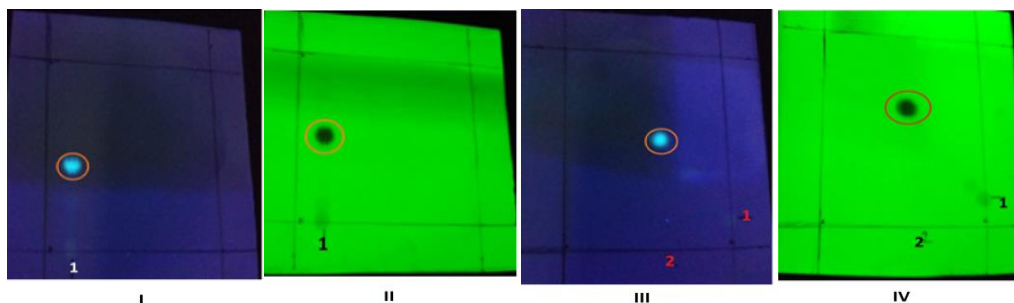


Gambar 4. Kromatogram Pemantuan KLT isolat F4a. Visualisasi di bawah lampu UV 366 nm (I), dan di bawah lampu UV 254 (II), Fase gerak aseton : air (4:1)

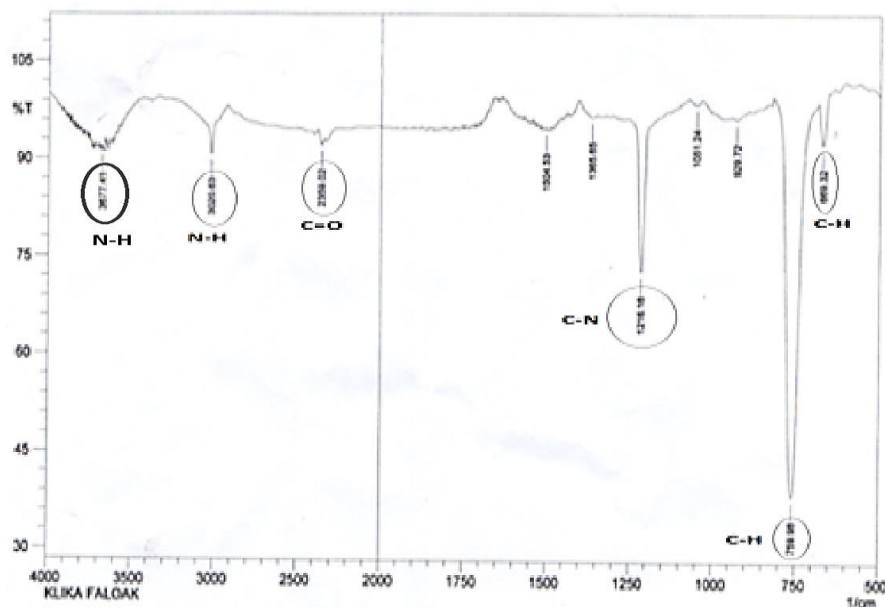
Serapan pada panjang gelombang 269 dan 302 nm diduga karena adanya transisi elektron dari $n \rightarrow \pi^*$. Senyawa yang mempunyai transisi $n \rightarrow \pi^*$ mengabsorpsi cahaya pada panjang gelombang 200-400 (Creswel, Olaf, & Malcolm, 2005). Hal yang sama juga diungkapkan oleh Feesenden dan Fessenden, 1999 *cit* Maryanti, 2006 bahwa adanya serapan maksimum pada panjang gelombang 302 nm yang memberikan indikasi adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$ dari elektron n menyendiri pada atom N yang terjadi pada daerah panjang gelombang lebih besar dari 270 nm. Dugaan ini diperkuat oleh adanya pita serapan pada spektrum IR

yaitu pada $3020,63 \text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya gugus N-H. Serapan oleh vibrasi regang N-H terletak pada daerah $3000\text{-}3750 \text{ cm}^{-1}$ (Creswell dkk., 2005).

Data spektrum inframerah isolat kemungkinan mengandung beberapa gugus fungsi seperti N-H bending atau tekukan pada bilangan gelombang $3020,63 \text{ cm}^{-1}$ terlihat pada daerah $3000 - 3750 \text{ cm}^{-1}$ (Creswel, Olaf, & Malcolm, 2005). Serapan ini didukung oleh munculnya serapan pada bilangan gelombang $3677,41 \text{ cm}^{-1}$ dan pada bilangan gelombang $1216,16 \text{ cm}^{-1}$ yang mengindikasikan adanya



Gambar 5. Kromatogram Pemantuan KLT pita 4 (F4a). I dan III visualisasi di bawah lampu UV 366 nm, II dan IV visualisasi di bawah lampu UV 254, Fase diam Silika gel GF₂₅₄, Fase gerak n-heksan : etil (4:1)



Gambar 6. Spektrum IR isolat F4a ekstrak metanol klika faloak (*Sterculia populifolia*)

Tabel 1. Data spektrum inframerah (bilangan gelombang, bentuk pita, intensitas dan gugus fungsi)

No.	Bilangan gelombang			Bentuk pita	Intensitas	Kemungkinan Gugus fungsi
	Isolat	Creswell, 2005	Silverstein, 2005			
1.	669,32 759,98	650-1000	650-1000	Tajam	Kuat	-C-H tekukan
2.	1216,16		1020-1250	Tajam	Kuat	-C-N tekukan
3.	2359,02	1725-2700		Tajam	Lemah	-C=O ulur
4.	3020,63 3677,41	3000-3750		Tajam	Lemah	Regang N-H

gugus N-H ulur dan C-N ($1020-1250\text{ cm}^{-1}$) (Silverstein dkk., 2005).

Adanya pita pada panjang gelombang $669,32\text{ cm}^{-1}$ dan $759,98\text{ cm}^{-1}$ dengan intensitas yang tajam dan kuat merupakan vibrasi tekukan C-H aromatik ($650-1000\text{ cm}^{-1}$) (Silverstein dkk., 2005). Gugus karbonil (C=O) diindikasikan oleh adanya serapan yang tajam dengan intensitas lemah pada daerah bilangan gelombang $2359,02\text{ cm}^{-1}$ ($1725-2700\text{ cm}^{-1}$). Berdasarkan hasil analisis IR dan Uv-Vis bahwa senyawa isolat merupakan senyawa alkaloid yang mempunyai gugus fungsi N-H pada serapan $3020,63\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan ciri khas dari alkaloid yang dapat dilihat pada gambar 6 dan diperjelas dengan tabel 1.

KESIMPULAN

Senyawa isolat F4a yang berdasarkan hasil identifikasi uji pendahuluan dan pereaksi semprot diduga senyawa alkaloid. Isolat F4a memiliki gugus fungsi N-H, C-N, C-H dan C=O berdasarkan karakterisasi FTIR dan memiliki panjang gelombang maksimum sebesar 269 dan 302 nm merupakan serapan $n \rightarrow \pi^*$ dari gugus N-H berdasarkan spektrofotometer UV-Vis

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih kami sampaikan kepada Institusi Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Makassar dan Universitas Hasanuddin Makassar yang telah berperan besar terhadap penelitian ini terutama sarana dan prasarana yang digunakan untuk kelancaran kegiatan penelitian kami.

REFERENSI

- Azzahra, F., Sadih, E., & Lukamayani, Y. (2015). *Isolasi Dan Karakterisasi Alkaloid Dari Daun Sirih Merah (Piper crocatum)*. Bandung: Prodi Farmasi Fakultas MIPA Unisba.
- Creswel, C. J., Olaf, A. R., & Malcolm, M. C. (2005). *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Bandung: ITB.
- Fattorusso, & Scafati. (2008). *Modern Alkaloids Structure, Isolation, Synthesis and Biology*. Weinheim: Wiley-VHC Verlag GmbH & Co., KgaA.
- Funayama, S., & Cordell, G. A. (2015). *Alkaloids : a Treasury of Poisons and Medicines*. London: Elsevier.
- Maryanti, E. (2006). *Karakterisasi Senyawa Alkaloid Fraksi Etil Asetat Hasil Isolasi Dari Daun Tumbuhan Pecah Piring (Ervatamia coronaria Jacq Stapf)*. Bengkulu: Universitas Bengkulu.
- Ngora, A. (2016). *Standardisasi Ekstrak Etanol Kulit Batang Faloak (Sterculia quadrifida R. Br.)*. Makassar: Sekolah Tinggi Ilmu Farmasi Makassar.

- Ranta, F. (2011). *Sifat Antimikroba Zat Ekstraktif Pohon Faloak (Sterculia comosa Wallich)*. Bogor: Institut Pertanian Bogor.
- Ranta, F., Nawawi, D., Pribadi, E., & Syarif, W. (2012). Aktivitas Anticendawan Zat Ekstraktif Faloak (*Sterculia comosa Wallich*). *Jurnal Ilmu dan Teknologi Kayu Tropis* Vol. 10 no. 1, p. 60-65.
- Setyowati. (2008). *Konservasi Indonesia, Sebuah Potret Pengelolaan dan Kebijakan*, Dirjen PHKA. Jakarta: Departemen Kehutanan Indonesia.
- Silverstein , R., Webster, F., & Kiemle , D. (2005). *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. USA: John Wiley & Sons.
- Siswandi, Hadi, S., Saragih, G., & Rianawati, H. (2013). *The Potency of Faloak's (Sterculia quadrifida R. Br.) Active Compound as Natural Remedy*. Kupang: Kupang Forest Research Institute.