

See discussions, stats, and author profiles for this publication at: <https://www.researchgate.net/publication/316470929>

# Isolasi dan Identifikasi Alkaloid Pada Ekstrak Daun Sirsak (Annona Muricata L.)

Article · June 2013

CITATION

1

READS

4,723

3 authors, including:



Ani Iryani

Universitas Pakuan

21 PUBLICATIONS 144 CITATIONS

SEE PROFILE

Some of the authors of this publication are also working on these related projects:



Converte Hydrophilic to Hydrophobic materials [View project](#)



synthesis ZSM-5 meso pore from kaolin use as catalyst fragrance [View project](#)

## **Isolasi dan Identifikasi Alkaloid Pada Ekstrak Daun Sirsak (*Annona Muricata L.*)**

\*Topan Sopian, Husain Nashrianto, Ani Iryani  
Fakultas Matematika  
dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Pakuan, Bogor

### **ABSTRAK**

Sirsak dapat dimanfaatkan sebagai tanaman obat karena didalamnya terkandung senyawa alkaloid. Sirsak merupakan salah satu tanaman yang memiliki kandungan alkaloid yaitu aziridine, metilpirazol, pirazol, pirimidin dan indolozin. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi senyawa Alkaloid fenolik dan non fenolik dari ekstrak daun sirsak. Daun sirsak yang sudah dikeringkan dan dihaluskan, dimaserasi dengan menggunakan heksan dan metanol dan dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator*. Lalu didapatkan ekstrak kental kemudian ditambahkan asam sitrat dan eter, fraksi asamnya ditambahkan amoniak dan kloroform. Fraksi kloroform dan fraksi basanya digabungkan lalu dicuci dengan aquades, dikeringkan dengan  $MgSO_4$  menghasilkan alkaloid total. Alkaloid total dilarutkan dalam kloroform kemudian diekstraksi dengan larutan NaOH. Fraksi kloroform adalah fraksi alkaloid non fenolik. Fraksi basanya diasamkan dengan  $NH_4Cl$  sampai pH 8-9. Endapan yang terbentuk dilarutkan dalam kloroform, kedua fraksi digabungkan, lalu dicuci dengan air sampai air cucian bersifat netral terhadap kertas lakmus, kemudian dikeringkan dengan  $MgSO_4$  selanjutnya diuapkan pada tekanan rendah menghasilkan fraksi alkaloid fenolik. Ekstrak serbuk alkaloid fenolik dan non fenolik digunakan untuk identifikasi senyawa organik dengan menggunakan LC-MS dan FTIR.

Hasil isolasi alkaloid dari ekstrak daun sirsak setelah dianalisis dengan menggunakan Spektrofotometer FTIR memiliki alkaloid fenolik dan non fenolik. Alkaloid fenolik setelah diidentifikasi dengan menggunakan LC-MS diduga mengandung senyawa 2-amino-2-heksadesilpropana-1,3-diol dan 2-[2-(4-Hidrosifenil)-4-fenil-1H-imidazol-5-il]-9H-fluoren-9-one. Dan alkaloid non fenolik setelah diidentifikasi dengan menggunakan LC-MS diduga mengandung 3-Etil-N-(2-piridinilmetil)-3H-[1,2,3]triazolo[4,5-d]pirimidin-7-amina dan N-Heksadecil-1-oktadekanamina.

Keywords : Soursop, Alkaloid, Ekstraktion, isolation, phenolic, FTIR and LC-MS

### **Pendahuluan**

Manusia seringkali menggunakan ekstrak akar, kulit kayu, daun, buah, bunga dan biji-bijian sebagai obat. Penggunaan tumbuhan dengan maksud pengobatan tidak mesti berdasarkan ketakhayulan atau khayalan. Banyak tumbuhan mengandung

senyawa yang berdampak faali yang nyata. Zat-zat aktif dalam banyak bahan tumbuhan ini diisolasi dan diketahui berupa senyawa nitrogen heterosiklik. Salah satu tanaman itu adalah sirsak (*Annona muricata L.*).

Banyak senyawa nitrogen dalam tumbuhan mengandung atom nitrogen basa dan karena itu dapat diekstrak dari dalam bahan tumbuhan itu dengan asam encer. Senyawa ini disebut alkaloid yang artinya “mirip sekali.” Alkaloid ialah senyawa yang mengandung nitrogen yang bersifat basa dari tumbuhan atau hewan, umumnya

memiliki struktur yang rumit dan bersifat farmakologi (*Faali*) yang nyata (Harold, 2003)

Pada saat ini banyak penyakit sulit disembuhkan dengan obat modern dan memerlukan biaya yang cukup tinggi, pengobatan dengan bahan-bahan alami bisa menjadi alternatif penyembuhan yang tidak kalah manjur. Apalagi saat ini banyak tumbuhan obat tradisional sudah diuji secara klinik untuk mengetahui komposisi, kandungan, dan efek farmakologinya. Dibandingkan obat-obatan dokter, pengobatan dengan bahan tumbuhan ini relatif aman dan tidak berefek samping yang membahayakan (Jaka Sulaksana, 2004).

Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan mengidentifikasi berbagai senyawa alkaloid dari ekstrak daun sirsak (*Annona muricata L.*) dengan menggunakan LC- MS dan FT-IR.

### **Metode Penelitian**

Penelitian ini dilakukan dengan mengekstraksi daun sirsak dengan menggunakan heksan, metanol, Asam sitrat, Eter, Amoniak, NaOH, NH<sub>4</sub>Cl, Kloroform dan Magnesium sulfat. Ekstrak alkaloid fenolik dan non fenoliknya dianalisis menggunakan spektrofotometer FTIR dan LC-MS.

#### *Pembuatan Simplisia*

Daun sirsak yang digunakan diperoleh dari daerah Kecamatan Cibeber Kabupaten Cianjur. Daun sirsak yang digunakan adalah daun yang tidak terlalu tua dan juga tidak terlalu muda. Daun sirsak segar dibersihkan dari kotoran-kotoran yang menempel (sortasi basah), dicuci dengan air mengalir sampai bersih, kemudian ditiriskan untuk membebaskan daun dari sisa air cucian. Daun yang telah bersih dan bebas dari air cucian dikeringkan dalam udara tanpa terkena sinar matahari selama tiga hari, setelah kering lalu dihaluskan dan disimpan dalam wadah bersih dan ditutup rapat.

#### *Pembuatan Ekstrak Alkaloid Total*

500 gram Serbuk daun sirsak dimaserasi dengan n-heksan 1 liter selama 3x24 jam, residu yang diperoleh dimaserasi kembali dengan metanol dengan perbandingan pelarut 1:10 (b/v). Selanjutnya ekstrak metanol dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator*. Didapatkan hasil residu ekstrak metanol. Ekstrak metanol ditambahkan dengan larutan asam sitrat 5%. Didapat Fraksi asam, lalu di cuci dengan eter sampai lapisan itu menjadi tidak berwarna. Lapisan asam dibasakan dengan amoniak sampai pH 8-9. Endapan yang terbentuk disaring lalu ditambahkan kloroform. Didapat fraksi kloroform, kemudian dicuci dengan air. Selanjutnya larutan kloroform dikeringkan dengan MgSO<sub>4</sub> anhidrat dan diuapkan sampai tekanan rendah hingga kering. Akhirnya diperoleh alkaloid total.

#### *Pemisahan Alkaloid Fenolik dan Non Fenolik*

Alkaloid total dilarutkan dalam kloroform kemudian ditambahkan dengan larutan NaOH 5%. Fraksi basanya diasamkan dengan NH<sub>4</sub>Cl sampai pH 8-9. Endapan yang terbentuk dilarutkan dengan kloroform, kedua fraksi digabungkan, lalu dicuci dengan

air sampai air cucian bersifat netral terhadap kertas lakmus, kemudian dikeringkan dengan  $\text{MgSO}_4$  anhidrat, selanjutnya diuapkan pada tekanan rendah menghasilkan fraksi alkaloid fenolik, fraksi kloroform adalah fraksi alkaloid non fenolik.

#### *Uji Fitokimia*

Ke dalam tabung reaksi dimasukkan 2 mL pereaksi Dragendorff lalu dimasukkan 1 mL ekstrak kloroform. Diamati endapan yang terbentuk. Hal serupa juga dilakukan dengan menggantikan jenis pereaksi Mayer dan Wagner, Jika terdapat endapan putih dengan pereaksi mayer, endapan merah dengan jingga dengan pereaksi Dragendorf dan endapan coklat dengan pereaksi Wagner, maka terdapat alkaloid dalam ekstrak tersebut.

#### *Penetapan Kadar Air Simplisia*

Penetapan kadar air simplisia dilakukan dengan metode gravimetri. Ditimbang 1 g simplisia ke dalam kotak timbang yang sebelumnya sudah diketahui bobot kosongnya. Dipanaskan di dalam oven bersuhu  $105^\circ\text{C}$  selama 2 jam, didinginkan dalam eksikator dan ditimbang hingga mencapai bobot tetap. (Penentuan dilakukan triplo).

Kadar air (%) =

$$\frac{\text{Bobot awal} - \text{Bobot akhir}}{\text{Bobot awal}} \times 100\%$$

#### *Penghitungan Kadar Rendemen Ekstrak*

Kadar rendemen ekstrak dihitung untuk mengetahui seberapa besar ekstrak yang dihasilkan dari proses ekstraksi dari masing masing pelarut.

Kadar rendemen ekstrak (%)

$$= \frac{\text{Bobot hasil ekstrak}}{\text{Bobot simplisia}} \times 100\%$$

#### *Uji Pendahuluan*

Uji pendahuluan dilakukan untuk menentukan massa molekul alkaloid fenolik dan non fenolik. Disiapkan larutan standar 1 ppm. Masing-masing standar disuntikkan ke dalam sistem *LC-MS*. Ditentukan parameter standar pada sistem diantaranya *ionization mode ES +*, *desolvation temp*  $300^\circ\text{C}$ , *source temp*  $110^\circ\text{C}$ , *cone* 38 volt. Peak dengan puncak paling tinggi menunjukkan zat yang dimaksud dan dapat diketahui massa (*MS Scan*) dan massa pecahan (*Daughter Scan*).

#### *Metode Analisis LC-MS*

Masing - masing 10 mg Sampel alkaloid fenolik dan non fenolik dilarutkan 100  $\mu\text{L}$  kloroform kemudian disentrifus lalu ditambahkan 900  $\mu\text{L}$  metanol dan dipisahkan dengan sentrifus lalu diambil cairannya. kemudian diuapkan pada suhu  $40^\circ\text{C}$  dibawah aliran gas nitrogen. kemudian disuntikkan sebanyak 5  $\mu\text{L}$  ke dalam sistem *LC-MS/MS*.

Kondisi HPLC meliputi kecepatan alir 0,3 mL/min, fase gerak asam format 0,1 % dalam air dan asetonitril, *guard* kolom Acquity UPLC BEH C18 1.7 $\mu$ L, 2.1x50 mm. Kondisi MS disesuaikan dengan kondisi yang diperoleh pada saat uji pendahuluan.

#### *Analisis Spektrofotometri Infra Merah ( FTIR )*

Sampel sebagai lempeng dalam Kalium Bromida kering, lempeng tersebut dibuat dengan jalan menggerus cuplikan kira-kira 1% KBr dan ditekan sekitar 8 ton sehingga diperoleh sebuah lempeng transparan. Sinar inframerah yang melalui lempeng tersebut menunjukkan harga - harga bilangan gelombang yang tercatat dalam spektrumnya. Untuk sampel cairan dioleskan pada plat KBr dan untuk sampel padatan atau serbuk digerus kan pada plat KBr. Bila sampel mengandung pelarut organik maka setelah sampel dioleskan pada plat KBr diletakan dibawah lampu pijar untuk menghilangkan pelarut organik, sehingga yang tertinggal hanya pelarut organiknya saja. Plat yang mengandung sampel ditempatkan pada alat FTIR dan tunggu sampai spektrum IR muncul.

## **Hasil Dan Pembahasan**

### *Hasil Ekstraksi*

Penetapan kadar air dilakukan terlebih dahulu pada daun sirsak yang sudah kering sebelum dilakukan ekstraksi. Kadar air daun sirsak tidak boleh lebih dari 10% untuk menghindari tumbuhnya mikroba dan jamur. Kadar air serbuk simplisia daun sirsak diperoleh 4,54%. Kadar air didapatkan dengan menghitung selisih bobot sebelum dan sesudah pemanasan sampel daun sirsak dapat.

Pada proses ekstraksi menggunakan metode maserasi, hasil ekstraksi daun sirsak dipekatkan dengan menggunakan *rotary evaporator*. Penentuan rendemen bertujuan untuk mengetahui perbandingan hasil ekstrak terhadap simplisia. Berdasarkan nilai rendemen dapat diketahui jumlah ekstrak dari simplisia pada berat tertentu. Dari hasil ekstraksi daun sirsak diperoleh ekstrak alkaloid total sebesar 10,59 gram dan hasil rendemennya sebesar 2,12 %.

### *Hasil Uji Fitokimia*

Uji fitokimia bertujuan untuk mengetahui jenis senyawa yang ada dalam ekstrak daun sirsak. Uji ini dilakukan terhadap ekstrak metanol daun sirsak, diantaranya adalah senyawa alkaloid. Hasil uji senyawa alkaloid dapat dilihat Tabel 4. Hasil Uji Fitokimia Alkaloid Ekstrak Daun Sirsak.

Tabel 1. Hasil Uji Fitokimia Alkaloid Ekstrak Daun Sirsak.

No	Uji Fitokimia	Indikasi Adanya Senyawa Uji	Hasil Pengamatan
1	Pereaksi Dragendroft	Terbentuk endapan warna orange	+
2	Pereaksi Mayers	Terbentuk endapan warna putih	+
3	Pereaksi Wagner	Terbentuk endapan warna coklat	+

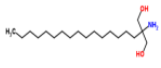
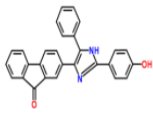
Dari hasil uji fitokimia dapat diketahui bahwa dalam ekstrak metanol daun sirsak terkandung senyawa alkaloid. Alkaloid merupakan suatu golongan senyawa organik

yang terbanyak ditemukan di alam dan memiliki banyak fungsi yang bersifat fisiologis sehingga digunakan secara luas dalam bidang pengobatan.

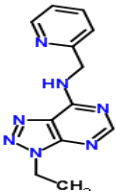
### ***Hasil Identifikasi Senyawa Alkaloid Menggunakan LC-MS***

Hasil identifikasi senyawa alkaloid menggunakan LC-MS terhadap ekstrak alkaloid Fenolik dan alkaloid non fenolik daun sirsak dapat dilihat pada Tabel 2. dan Tabel 3. Masing-masing standar disuntikkan ke dalam sistem *LC-MS/MS*. Ditentukan parameter standar pada sistem diantaranya *ionization mode ES +*, *desolvation temp 300 °C*, *source temp 110 °C*, *cone 38 volt*. Peak dengan puncak paling tinggi menunjukkan zat yang dimaksud dan dapat diketahui massa (*MS Scan*) dan massa pecahan (*Daughter Scan*).

Tabel 2. Hasil Identifikasi Senyawa Organik Ekstrak Alkaloid Fenolik

No	WR*(menit)	Senyawa Kimia	BM**	Rumus molekul	Rumus Molekul
1	4,626	<b>2-amino-2-heksadesilpropana-1,3-diol</b>	316,32		C <sub>19</sub> H <sub>42</sub> NO <sub>2</sub>
2	4,519	2-[2-(4-Hidrosikfenil)-4-fenil-1H-imidazol-5-il]-9H-fluoren-9-one	415,14		C <sub>28</sub> H <sub>19</sub> N <sub>2</sub> O

Tabel 3. Hasil Identifikasi Senyawa Organik Ekstrak Alkaloid Non Fenolik

No	WR*(menit)	Senyawa Kimia	BM**	Rumus molekul	Rumus Molekul
1	4,887	3-Etil-N-(2-piridinilmetil)-3H-[1,2,3]triazolo[4,5-d]pirimidin-7-amina	256,13		C <sub>12</sub> H <sub>14</sub> N <sub>7</sub>

2	6,297	N-Heksadecil- 1- oktadekanamin a	494,56	$\text{H}_3\text{C} \text{ --- } \text{NH} \text{ --- } \text{CH}_3$	$\text{C}_{34}\text{H}_{72}$ $\text{N}$
---	-------	---	--------	--	---

Hasil analisis identifikasi senyawa organik dengan LC-MS diketahui bahwa dalam ekstrak alkaloid fenolik mengandung beberapa senyawaan diantaranya adalah: 2-amino-2-heksadesilpropana-1,3-diol dan 2-[2-(4-Hidrosikfenil)-4-fenil-1H-imidazol-5-yl]- 9H-fluoren-9-on. Alkaloidnya adalah alkaloid imidazol dan amina.

Hasil analisis identifikasi senyawa organik dengan LC-MS diketahui bahwa dalam ekstrak alkaloid non fenolik mengandung beberapa senyawaan diantaranya adalah: 3-Etil-N-(2-piridinilmetil)-3H-[1,2,3]triazolo[4,5-d]pirimidin-7-amina dan N-Heksadecil-1-oktadekanamina. Alkaloidnya adalah alkaloid pirimidin dan amina.

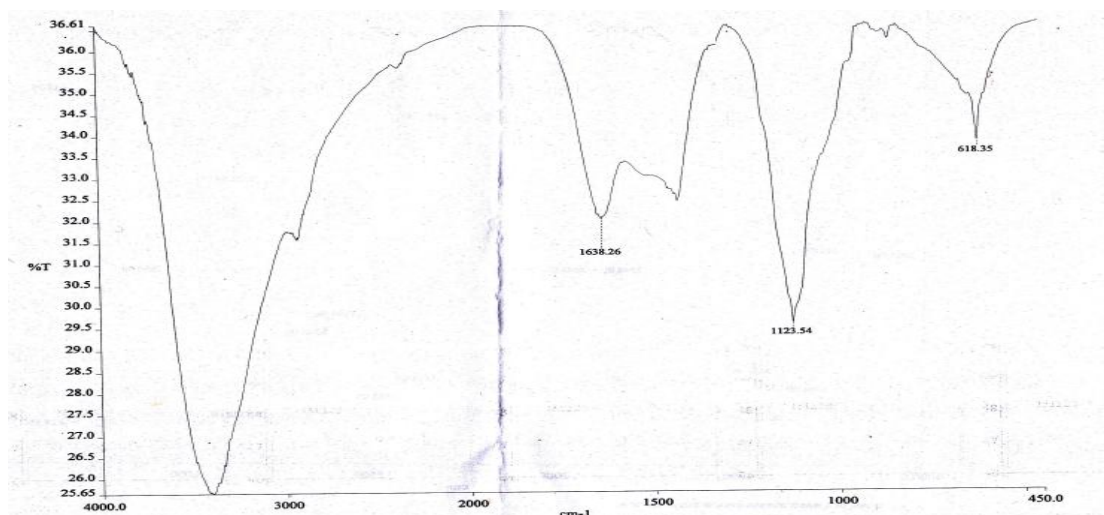
Pada hasil identifikasi alkaloid fenolik dan non fenolik dengan menggunakan LC-MS didapat persentasi yang cukup besar antara 99,9 – 100% senyawa tersebut terdapat dalam sampel alkaloid fenolik dan non fenolik.

#### **Analisis FTIR Alkaloid Fenolik**

Pada gambar 9 menunjukkan hasil analisis FTIR alkaloid fenolik. Adanya sebuah serapan dalam daerah gugus fungsi sebuah spektrum infra merah merupakan petunjuk bahwa beberapa gugus fungsi tertentu terdapat dalam cuplikan. Frekuensi rentang O-H alkohol, fenol ( ikatan H ) menghasilkan puncak serapan besar di daerah 2000 sampai dengan 3600  $\text{cm}^{-1}$ .

Sebuah gugus hidroksi bebas menggambarkan puncak tajam disekitar 3600  $\text{cm}^{-1}$  dan puncak lebar yang massanya terlihat adalah akibat interaksi

ikatan hidrogen antara gugus hidroksi dari beberapa molekul alkohol. Pada panjang gelombang 1123,54  $\text{cm}^{-1}$  terdapat ikatan N-H stretching untuk senyawa Alkil Amina, pada panjang gelombang 1400  $\text{cm}^{-1}$  terdapat ikatan C-N stretching untuk senyawa aril sekunder amina dan pada panjang gelombang 2500  $\text{cm}^{-1}$  gugus terdapat ikatan C-H untuk senyawa aromatik.

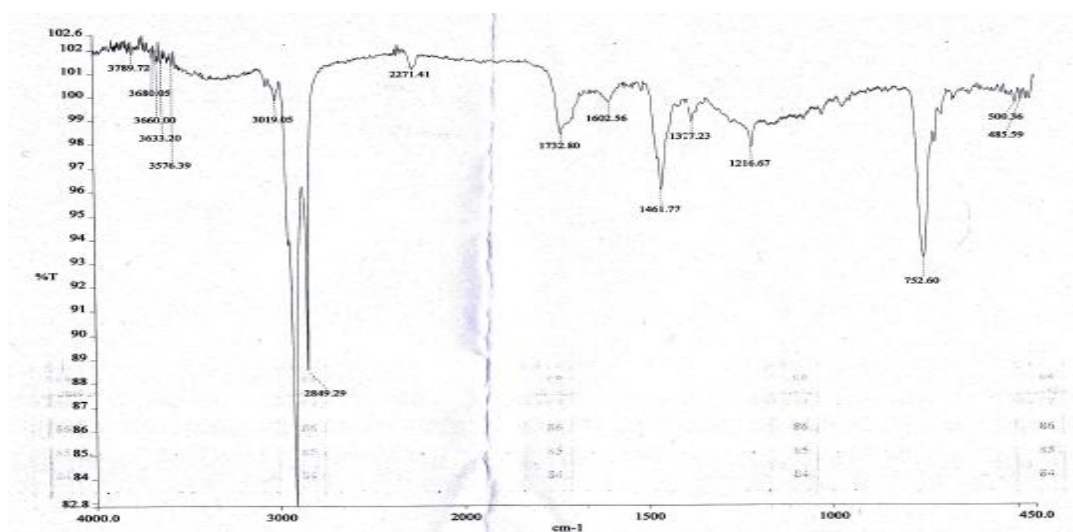


Gambar 1. Spektrum FTIR Alkaloid Fenolik

#### ***Analisis FTIR Alkaloid Non Fenolik***

Pada gambar 2. Menunjukkan hasil analisis FTIR alkaloid non fenolik. Adanya sebuah serapan dalam daerah gugus fungsi sebuah spektrum infra merah merupakan petunjuk bahwa beberapa gugus fungsi tertentu terdapat dalam cuplikan. Frekuensi rentang C-H untuk ikatan alkana menghasilkan puncak serapan besar di daerah 2850 - 2960 cm<sup>-1</sup>. Sebuah ikatan N-H stretching terdapat pada puncak serapan sekitar 3200 - 3600 cm<sup>-1</sup>. Ini menunjukkan didalam sampel alkaloid non fenolik terdapat senyawa alkaloid, karena senyawa alkaloid mengandung ikatan N-H.

Pada daerah resapan 2271,41 cm<sup>-1</sup> terdapat ikatan senyawa overtone C-H aromatik, daerah resapan 1377,23 cm<sup>-1</sup> terdapat ikatan C-N stretching untuk senyawa Amina tersier dan pada daerah resapan 752,60 cm<sup>-1</sup> terdapat ikatan C-H untuk senyawa Piridin.



Gambar 2. Spektrum FTIR Alkaloid Non Fenolik



## **Kesimpulan dan Saran**

### *Kesimpulan*

Berdasarkan dari hasil penelitian maka diperoleh kesimpulan sebagai berikut

1. Pada sampel alkaloid fenolik diduga terdapat senyawa; 2-amino-2-heksadesilpropana-1,3-diol dan 2-[2-(4-Hidrosifenil)-4-fenil-1H-imidazol-5-il]-9H-fluoren-9-on.
2. Pada sampel alkaloid non fenolik diduga terdapat senyawa; 3-Etil-N-(2-piridinilmetil)-3H-[1,2,3]triazolo[4,5-d]pirimidin-7-amina dan N-Heksadecil-1-oktadekanamina.

### *Saran*

1. Penelitian ini harus dilakukan pemurnian kembali agar diperoleh hasil alkaloid fenolik dan non fenolik yang lebih murni dan diidentifikasi dengan menggunakan KLT, NMR, UV dan MS.
2. Perlu diuji secara klinik untuk mengetahui efek farmakologinya bagi kesehatan.

## **Daftar Pustaka**

- Ansel, H. C.1989. *Pengantar bentuk Sediaan Farmasi Edisi keempat*. UI press, Jakarta. Hal 605-607
- Day, R.A dan Underwood. 1994. *Analisis Kimia Kuantitatif*. Edisi 6. Jakarta: Erlangga.
- Department Kesehatan Republik Indonesia. 1995. *Farmakope Indonesia Edisi IV*. Direktorat Jendral Pengawasan Obat dan Makanan. Jakarta. Hal 7-39
- Harborne, J.B. (1987). *Metode Fitokimia, Penuntun Cara Modern Menganalisa Tumbuhan*. Terjemahan K.Padmawinata. Edisi II. ITB Press. Bandung: Halaman 76
- Hart, Harold. 2003. *Kimia Organik : suatu kuliah singkat*. Edisi 11. Jakarta: Erlangga
- Hendayana, S,. 1994. *Kimia Analitik Instrumen*. Jakarta : UI Press
- Khopkar, S.M. 2007. Konsep Dasar kimia Analitik. Diterjemahkan oleh A. Saptorahardjo. Jakarta : Penerbit Universitas Indonesia
- Mulja, Muhammad dan Suharman. 1995. *Analisis Instrumental*. Surabaya : Airlangga University Press
- Rohman, A. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Pustaka Pelajar, Yogyakarta.
- Ronny. 2007. *Penentuan Kandungan Minyak Mineral Dalam Sampel Minyak*. Semarang : Universitas Diponegoro
- Sovia Lenny. 2006. *Senyawa Flavonoida, Fenil Propanoida, Alkaloida*. USU Repository
- Stuart, Barbara. 2004. *Infrared Spectroscopy : Fundamentals and Applications*. John Wiley and Sons, Ltd
- Suhanda. 2001. *Spektroskopi Massa*. Bandung : UPI Bandun