Isolasi Senyawa Alkaloid dari Fraksi Ekstrak Kloroform Usnea sp.

[1]Tita Marlina, [2]Iwan Dini, [3] Maryono
Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan ilmu Pengetahuan Alam Universitas Negeri Makassar
iwandiniunm@gmail.com

Abstrak - *Penelitian ini adalah penelitian eksplorasi yang bertujuan untuk mengisolasi senyawa metabolit sekunder dalam ekstrak Kloroform Tumbuhan tai anging (Usnea sp). Sampel diambil dari Kecematan Sinjai Borong, Kabupaten Sinjai, Sulawesi Selatan. Isolasi dilakukan dengan beberapa tahap yaitu: maserasi, fraksinasi, pemurnian dan identifikasi. Hasil isolasi diperoleh isolat murni berupa serbuk berwarna putih. Hasil uji dengan pereaksi Wagner dan Dragendroff diperoleh positif alkaloid. Hasil analisis spektrofotometer IR menunjukkan adanya serapan pada untuk gugus fungsi -NH, Alkil (C-H dari CH2 dan CH_3), C=O ester, C=C Alkena, N-H Amin sekunder, C-N Amin, C-O Ester. Berdasarkan uji pereaksi dan identifikasi spektrofotometer inframerah disimpulkan bahwa senyawa tersebut termasuk dalam golongan alkaloid*.

Kata kunci : *Tai anging, Usnea sp, alkaloid.*

1. PENDAHULUAN

Lichen sebagai tumbuhan lumut yang keberadaannya di alam terdapat sekitar 29.000 spesies, sekitar 17.000 spesies telah dimanfaatkan sebagai pewarna, kontrol polusi, parfum, makanan dan sebagai bahan obat. Di India beberapa spesis lichen telah dimanfaatkan sebagai obat ashma, bronchitis, sakit perut, alergi, kelainan hati dan darah. Hingga saat ini, penggunaan lichen masih banyak dimanfaatkan di beberapa negara untuk pengobatan radang sendi, kemoterapi dan luka luar. Hal ini dikarenakan adanya senyawa kimia aktif dalam lichen yang mempunyai aktivitas sebagai antibakteri, antijamur, antivirus, antitumor dan antikanker (Septiana, 2011).

Lichen, di Indonesia dikenal sebagai lumut kerak. Umumnya hidup di berbagai habitat yaitu pada batang, cabang dan ranting pohon, kayu yang membusuk, batu-batuan, cadas dan tanah. Lichen hidup sebagai epifit pada pohon, seperti tanaman anggrek, artinya hidup hanya menempel pada pohon inangnya, tidak mengambil makanan dari pohon inangnya dan dapat ditemukan dari tepi pantai hingga gunung yang tinggi (Tjitrosoepomo, 1989).Lichen (lumut kerak) merupakan suatu bentuk kehidupan bersama yang sangat erat (simbiosis) antara dua organisme yang berbeda melalui kehidupan bersama yang saling menguntungkan (simbiosis mutualistik) yaitu antara ganggang (algae) dan fungi (jamur). Simbiosis mutualistik terjadi karena ganggang memproduksi gula/karbohidrat melalui proses fotosintesis, sedangkan fungi sebagai penyedia air dan mineral yang dibutuhkan untuk kehidupan .

Hutan hujan tropis daerah pegunungan Lompobattang Malino terdapat keanekaragaman spesies tumbuhan, ditemukan banyak spesies lichen yang dimanfaatkan oleh masyarakat setempat sebagai sumber makanan dan obat-obatan. Salah satu contohnya adalah Usnea blepharea Motyka digunakan sebagai obat kusta, obat batuk dan obat untuk menghilangkan daging kecil yang tumbuh di kulit (Maulidiyah, 2011).

Umumnya fungi tertentu bersimbiosis dengan ganggang tertentu dan lichen baru dapat berbentuk jika fungi tertentu bertemu dengan ganggang yang tepat. Jenis ganggang yang berbeda akan menghasilkan jenis lichen yang berbeda. Jadi jenis lichen tergantung pada tipe cara hidup bersama antara kedua macam organisme yang menyusunnya. Simbiosis antara fungi dan ganggang ada yang menafsirkan sebagai *mutualisme* bila kedua organisme tersebut dapat memperoleh keuntungan dari hidup bersama. Akan tetapi dapat juga hubungan antara fungi dan ganggang tersebut dianggap sebagai *helotisme*, apabila hubungan timbal balik hanya bersifat sementara, dan pada akhirnya ganggang diperalat oleh fungi (Maulidiyah, 2011).

Usnea sp merupakan salah satu spesis lichen yang termasuk dalam suku usneaceae. *Usnea sp* terdapat di daerah pegunungan di Indonesia, Malaysia, India, China, Jepang, Eropa, Amerika, Afrika, Amerika Tengah, Australia, dan Selandia Baru, Inggris. Di Indonesia, *Usnea sp* dapat ditemukan hampir semua pegunungan dengan ketinggian mulai 1000 m dari permukaan laut. Di Jawa *Usnea sp* ditemukan di pegunungan antara lain di Cibodas, Jawa Barat, dan pegunungan Jawa Timur. Di Sumatera ditemukan dikaki gunung Kerinci (Maulidiyah, 2011).

Potensi Usnea sebagai bahan obat dan kandungan kimia lainnya bergantung pada tumbuhan inang serta lingkungan yang menjadi tempat tumbuhnya. Berbagai riset juga telah dilaporkan tentang peranan usneaceae seperti usnea misaminensis yang memiliki potensi untuk menghentikan batuk darah pada penderita TB karena mengandung senyawa aktif seperti Flavonoid, terpen dan golongan antrakuinon, asam usnat, asam barbatolat, asam barbatat, yang diduga bersifat antibakteri terhadap Mycobacterium Tubercolosis

(Sutiningsih dan Sulistyani, 2005). Hal yang sama dikemukakan Bergner (1990) bahwa usnea juga memiliki potensi sebagai antibakteri karena mengandung asam usnat, dapat menghambat staphylococcus, streprococcus dan pneumonococcus dan mycobacterium tubercolosis. Hal ini juga didukung oleh Dharmananda (2003) yang menyatakan bahwa usnea dapat digunakan sebagai antibiotik, inhibitor garam positif termauk positif TB, staphylococcus, streprococcus dan pneumonococcus.Selain itu, juga dapat digunakan sebagai anti-inflamasi, analgesik, antikanker karena mengandung asam usnat. Ekstrak metanol dari *Usnea rubrotincta* memiliki aktivitas antioksidan dan antibakteri terhadap *S. aureus* dan *B. subtilis*. Ekstrak aseton dari *Usnea rubrotincta* memiliki aktivitas antioksidan dan antibakteri terhadap *S. aureus* dan *B. subtilis* karena mengandung senyawa asam usnat dan antranorin (Gunasekarn, 2016).

Berdasarkan uraian diatas maka masih sangat perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap Lichen usnea sp, khususnya mengisolasi dan mengidentifikasi senyawa metabolit sekunder yang potensial sebagai senyawa

II. METODE PENELITIAN

Penelitian ini adalah penelitian eksplorasi yang meliputi penyiapan sampel, preparasi sampel, ekstraksi (maserasi), fraksinasi, uji kemurnian, dan identifikasi senyawa metabolit sekunder tumbuhan tai anging (*Usnea sp)*. Penelitian ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia FMIPA UNM, pengukuran spektroskopi infrah merah (IR) dilakukan di laboratorium MIPA UNHAS. Objek penelitian adalah tumbuhan tai anging (*Usnea sp*) yang diambil di daerah Kecamatan Sinjai Borong Kabupaten Sinjai Provinsi Sulawesi Selatan. Penelitian ini meliputi beberapa tahap pengerjaan yaitu preparasi sampel, ekstraksi, fraksinasi, uji kemurnian, dan identifikasi.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

1. Persiapan Sampel dan Ekstraksi

Sampel *Usnea sp* yang telah dibersihkan kemudian dikeringkan pada suhu ruangan, kemudian dihaluskan hingga diperoleh sampel serbuk. Sampel sebanyak 700 gram kemudian diekstraksi dengan teknik maserasi menggunakan berturut-turut n-heksan, kloroform, etil asetat, dan methanol masing-masing selama 3 x 24 jam. Ekstrak yang diperoleh dipekatkan menggunakan evaporator sampai kira-kira tinggal seperempat dari volume awal (ekstrak kental).

2. Fraksinasi

Ekstrak kloroform difraksinasi dengan kromatografi kolom cair vakum dengan eluen *n*-heksana, etilasetat dan metanol. Hasil fraksinasi diperoleh 24 fraksi seperti pada Tabel 1. Fraksi 1 sampai 24 diuji KLT dengan eluen kloroform:etilasetat (9:1) dan diperoleh kromatogram sebagaimana pada Gambar 1. Kemudian berdasarkan kromatogram Gambar 1. Diperoleh tujuh fraksi gabungan (fraksi A, B, C, D, E, F, dan G) seperti pada Tabel 2.

Tabel 1. Hasil Fraksinasi dengan KKCV

Fraksi	Eluen	Perbandingan
1-3	*n*-heksana:etil asetat	9:1
4-6	*n*-heksana:etil asetat	8:2
7	*n*-heksana:etil asetat	7:3
8-10	*n*-heksana:etil asetat	6:4
11-12	*n*-heksana:etil asetat	5:5
13-15	*n*-heksana:etil asetat	4:6
16-18	*n*-heksana:etil asetat	2:8
19-20	*n*-heksana:etil asetat	1:9
21-23	etil asetat:aseton	4:6
24	etil asetat:methanol	8:2

Gambar 1. Kromatogram fraksi 1-24, kloroform:etilasetat (9:1)

Tabel 2. Hasil Penggabungan Fraksi hasil KKCV

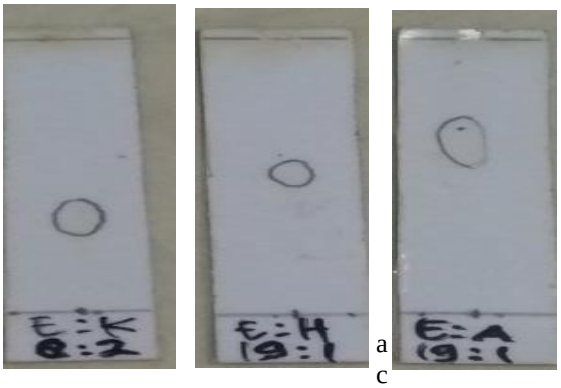
Fraksi	Fraksi Gabungan	Berat (g)
1-2	A	0,7474
3-5	B	1,8478
6-8	C	2,0054
9-12	D	2,5474
13-15	E	1,9009
16-19	F	1,8976
20-24	G	1,6809

Fraksi gabungan D setelah diuapkan diperoleh padatan berwarna coklat kemudian difraksinasi lebih lanjut dengan kromatografi kolom tekan. Berdasarkan hasil uji KLT fraksi D dapat dipisahkan dan difraksinasi lebih lanjut dengan eluen *n*-heksana:kloroform:etil asetat perbandingan 2:7:1. Hasil fraksinasi diperoleh 166 fraksi kemudian di KLT dan dari analisis kromatogram didapatkan tiga fraksi gabungan (D_1, D_2, dan D_3.). Fraksi D_3 berupa padatan berwarna coklat kekuningan dengan dengan berat 159.9 mg difraksinasi lebih lanjut dengan

kromatografi kolom tekan dengan eluen kloroform : etil asetat (2:8) dan eluen n-heksan : kloroform : etil asetat (8:1:1) diperoleh 23 kemudian di analisis KLT sehingga diperoleh fraksi tiga fraksi gabungan (D_{31}; D_{32}; dan D_{33})

3. Pemurnian

pada fraksi $D3_1$ terbentuk padatan berwarna coklat dengan berat 0,1520 g dari hasil uji KLT diketahui belum murni kemudian dilakukan rekristalisasi dengan aseton sampai diperoleh isolat berbentuk serbuk berwarna putih dengan berat 1,46 mg. Hasil analisis KLT menunjukkan satu noda pada tiga macam eluen. Kromatogramnya dapat dilihat pada Gambar 2.



a c

Gambar 2. Kromatogram Isolat D_{31} (a) elue kloroform:etilasetat 2:8; (b) eluen etilasetat:n-heksan 19:1; (c) eluen etilasetat:aseton 19:1.

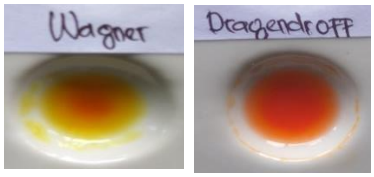
4. Identifikasi

Terhadap Isolat D_{31} dilakukan uji titik leleh dengan menggunakan Melting Point SMP 11. Memperlihatkan bahwa isolat yang diperoleh telah murni, karena memiliki trayek titik leleh yang tajam. Uji titik leleh yang dilakukan menunjukkan bahwa isolat mulai melelh pada suhu 162^0C dan meleh secara keseluruhan pada suhu 164^0C. Identifikasi selanjutnya dilakukan dengan pengukuran menggunakan spektroskopi IR Shimadzu Prestige-21. Hasil pengukuran dan interpretasi spektrum infra merah dari isolate $D3_1$ dapat dilihat pada Tabel 3.

Tabel 3. Interpretasi Spektrum Inframerah dari Isolat Fraksi $D3_1$

Serapan dalam (cm^{-1})	Gugus Fungsi
3439,08 dan 3608,81	N – H
2858,51 dan 2931	CH2 dan CH3
1737,86	C = O Aldehid
1602,85	C = C Alkena
1577,77 dan 1602,85	N – H
1323,17	C – N Amin
1263,37	C – O Ester

Hasil analisis spektroskopi IR terhadap isolat $D3_1$ menunjukkan serapan pada daerah 3439,08 dan 3608,81 cm^{-1} yang diidentifikasi sebagai gugus fungsi amina (N-H). Hal ini diperkuat dengan adanya gugus fungsi C-N amin pada serapan 1323,17 cm^{-1} dan gugus fungsi N-H amin dan amida pada serapan 1577,77 dan 1602,85 cm^{-1}. Serapan pada 2858,51 dan 2931cm^{-1} yang diidentifikasi adanya gugus alkana (-CH dalam CH_3). Hal ini diperkuat dengan teori yang menjelaskan bahwa gugus fungsi alkana berada pada serapan 2850-300 cm^{-1}.Serapan pada daerah 1737,86 cm^{-1} dan 1263, 37 cm^{-1} menunjukkan bahwa adanya intenSsitas lemah vibrasi ulur pada gugus fungsi C=O karbonil yang berupa aldehid dan ester. Dari Hasil FTIR menunjukkan bahwa diduga adanya senyawa metabolit sekunder berupa alkaloid yang dilihat dari adanya gugus fungsi N-H dan C-N yang merupakan guguis amin, adanya gugus alkana dan alkena, serta gugus karboksilat yaitu aldehid dan keton (Sastrohamidjojo, 1992: 15-16). Identifikasi lebih lanjut terhadap isolate D31 dengan pereaksi identifikasi golongan senyawa menunjukkan bahwa isolate D31 adalah senyawa golongan alkaloid. Dengan adanya hasil reaksi positif terhadap pereaksi Wagner dan Dragendofr sebagai mana pada Gambar 3.



Gambar 3. Hasil uji Isolat D_{31}

IV. KESIMPULAN

Berdasarkan hasil yang diperoleh dari penelitian yang dilakukan maka dapat disimpulkan bahwa senyawa metabolit sekunder yang di isolasi dari ekstrak kloroform Tai Anging *(usnea sp)* adalah senyawa golongan alkaloid berbentuk serbuk berwarna putih dengan titik leleh 162^0C.

PUSTAKA

[1] Bergner. 1990.Usnea: The Herbal Antibiotic and Other Medicinal Liches. Capitola: Botanica Press

[2] Dharmananda, Subhuti. 2003. Usnea: an herb used in Western and Chinese medicine. Portland: Institute for Traditional Medicine.

[3] Gunasekaran, Saranyapiriya., Vinoshene. Pillai.Rajan., Surash. Ramanathan., Vikneswaran. Murugaiyah., Mohd. Wahid.Samsudin., Laily. B. Din. 2016. Antibacterial And Antioxidant Activity Of Lichens Usnea rubrotincta, Ramalina dumeticola, Cladonia verticillata And Their Chemical Constituents. Journal of Analytical Sciences.Vol. 20. No. 1

[4] Maulidiyah. 2011. Isolasi Dan PenetuanStuktur Serta Uji Bioaktivitas Senyawa Kimia Dari Ekstrak Aseton Lichen Usnea blepharea

Motykadan Usnea flexuosa Tayl. Disertasi Doktor Ilmu kimia. Universitas Indonesia: Jakarta.

[5] Septiana, Eris, 2011. Potensi Lichen Sebagai Sumber Bahan Obat: Suatu Kajian Pustaka. Bogor: Pusat Penelitian Bioteknologi LIPI. Diakses pada tanggal 26 Juli 2016.

[6] Sutiningsih, Dwi., Sulistyani. 2005. Aktivitas Antibakteri Fraksi Metanol Kayu Angin (Usnea misaminensis (Vain) Not) Terhadap Mycobacterium Tuberculosis H37Rv. Universitas Diponegoro: Semarang

[7] Tjitrosoepomo, G., 1989. Taksonomi Shizohyta, Thallopyta, Briophyta, Pteridophyta. Yogyakrta: Gajah Mada