



SEMINAR NASIONAL KIMIA DAN PENDIDIKAN KIMIA VI

"Pemantapan Riset Kimia dan Asesmen Dalam Pembelajaran
Berbasis Pendekatan Saintifik"

Program Studi Pendidikan Kimia Jurusan PMIPA FKIP UNS
Surakarta, 21 Juni 2014



MAKALAH
PENDAMPING

KIMIA ORGANIK
BAHAN ALAM

ISBN : 979363174-0

SKRINING FITOKIMIA DAN IDENTIFIKASI KOMPONEN UTAMA EKSTRAK METANOL KULIT DURIAN (*Durio zibethinus* Murr.) VARIETAS PETRUK

**Widiastuti Agustina Eko Setyowati^{1,*}, Sri Retno Dwi Ariani¹, Ashadi¹, Bakti
Mulyani¹, Cici Putri Rahmawati¹**

¹ Prodi Pendidikan Kimia, Fakultas Keguruan dan Ilmu Pendidikan, Universitas Sebelas Maret,
Surakarta, Indonesia

* Keperluan korespondensi, tel/fax : 085741934731, email: widi_greco@yahoo.com

ABSTRAK

Penelitian mengenai skrining fitokimia terhadap ekstrak metanol kulit buah durian (*Durio zibethinus* Murr.) varietas Petruk dan identifikasi komponen utamanya telah dilakukan. Ekstraksi kulit buah Durian (*Durio zibethinus* Murr.) varietas Petruk dilakukan dengan cara maserasi menggunakan pelarut metanol, skrining fitokimia dilakukan dengan uji warna menggunakan berbagai pereaksi, sedangkan identifikasi komponen utama dilakukan dengan analisis menggunakan kromatografi gas-spektrometer massa (GC-MS). Teknik analisis data dilakukan secara kualitatif. Hasil penelitian menyimpulkan bahwa ekstrak metanol kulit buah Durian (*Durio zibethinus* Murr) varietas Petruk positif mengandung alkaloid, flavonoid, tannin, saponin, steroid dan terpenoid sedangkan analisis dengan GC-MS menunjukkan bahwa dua komponen utama ekstrak metanol kulit Durian (*Durio zibethinus* Murr) varietas Petruk adalah metil-heksadekanoat dan metil-11-oktadekanoat.

Kata kunci : kulit durian petruk, skrining fitokimia, metabolit sekunder, identifikasi komponen utama, GC-MS

PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang memiliki keanekaragaman hayati sangat tinggi. Berbagai spesies dari berbagai famili tumbuhan

banyak ditemukan di seluruh wilayah Indonesia, salah satunya adalah tanaman dari famili *Bombaceae*. Durian (*Durio zibethinus* Murr.) merupakan salah satu spesies *Bombaceae* yang



sangat populer di daerah tropis dan sering disebut sebagai *King of Fruit*. Durian petruk merupakan salah satu varietas durian yang berasal dari daerah Jepara, Jawa Tengah. Durian ini telah mendapat sertifikat dari Departemen pertanian sebagai buah durian varietas unggul karena rasa buahnya yang manis dan lezat.

Konsumsi buah durian menyisakan residu berupa kulit buah. Dalam satu buah durian hanya 22% bagian yang bisa dikonsumsi, sisanya adalah 40-60% kulit buah dan 10-20% biji buah. Kulit Durian telah banyak dimanfaatkan oleh masyarakat tradisional sebagai obat sebagaimana pengetahuan mereka secara turun menurun. Kulit durian dipercaya dapat digunakan sebagai obat pelancar haid, obat penggugur (abortivum), serta lumatannya digunakan sebagai obat luar terhadap semacam ruam, kurap rawit, dan memudahkan buang air besar ketika sembelit^[2]. Namun, pemanfaatan kulit Durian sebagai bahan obat tradisional belum dilengkapi data yang meyakinkan secara ilmiah mengenai kandungan senyawa aktif yang menjadikannya berkhasiat obat, karena penelitian tentang kulit Durian belum pernah dilakukan. Agar pemanfaatan bagian dari tumbuhan sebagai obat secara tradisional dapat dipertanggungjawabkan maka diperlukan penelitian ilmiah seperti penelitian di bidang farmakologi, toksikologi, identifikasi dan isolasi zat kimia aktif yang terdapat dalam tumbuhan^[3].

Tanaman dapat dimanfaatkan sebagai obat tradisional apabila tanaman tersebut mengandung senyawa kimia yang mempunyai aktifitas biologis (zat bioaktif). Senyawa aktif biologis itu merupakan metabolit sekunder yang meliputi alkaloid, flavonoid, terpenoid, tannin dan saponin.

Kandungan senyawa metabolit sekunder dalam suatu tanaman dapat diketahui dengan suatu metode pendekatan yang dapat memberikan informasi adanya senyawa metabolit sekunder. Salah satu metode yang dapat digunakan adalah metode skrining fitokimia^[1]. Pemanfaatan kulit Durian sebagai obat dapat diperkirakan dalam kulit Durian mengandung senyawa metabolit sekunder yang perlu dibuktikan kebenarannya. Selain itu mengidentifikasi komponen utama menggunakan alat kromatografi gas-spektroskopi massa (GC-MS) pada kulit durian berguna menunjang data empiris dan ilmiah dalam pemanfaatan kulit durian.

METODE PENELITIAN

Alat dan Bahan

Gelas beker (pyrex), Gelas ukur (pyrex), Labu ukur, Corong kaca, Blender, Corong Buncher, Pengaduk kaca, Rotary vacuum evaporator B.u.chi waterbath 6-480, Tabung reaksi (pyrex) dan rak tabung reaksi, Pipet tetes, Kertas Saring, Ember beserta tutupnya, Seperangkat alat Kromatografi Gas-spektroskopi Massa (GC-MS) Shimadzu QP2010S. Kulit Buah Durian Petruk, Metanol, CH₃COOH anhidrat, Kloroform, Akuades, Serbuk Mg, HCl pekat, H₂SO₄ pekat, FeCl₃, Bi(NO₃)₃, KI, Iodine, HgCl₂.

Cara Kerja

Persiapan dan Ekstraksi sampel Kulit Durian

Kulit durian dikeringkan di udara terbuka dengan sinar matahari tidak langsung. Setelah kering dijadikan serbuk dengan cara diblender sampai halus dan disaring sehingga diperoleh serbuk yang homogen. Serbuk kulit durian diekstrak dengan metanol. Filtrat dipekatkan dengan *rotary evaporator*,

kemudian diidentifikasi komponen fitokimianya dan komponen utamanya.

Analisis Skrining Fitokimia

Identifikasi alkaloid. Identifikasi Alkaloid dilakukan dengan metode Mayer, Wagner dan Dragendorff. 0,5 gram ekstrak pekat kulit Durian petruk ditambah dengan 1 mL HCl 2M dan 9mL akuades dipanaskan selama 2 menit, didinginkan dan kemudian disaring. Filtrat dibagi menjadi 3 bagian, masing-masing ditambah dengan pereaksi Mayer, Wagner, dan Dragendorff.

Identifikasi Flavonoid. Identifikasi Flavonoid dilakukan dengan melarutkan ekstrak pekat kulit Durian petruk dalam methanol panas dan menambahkan 0,1 gram serbuk Mg dan 5 tetes HCl pekat.

Identifikasi Terpenoid dan Steroid. Identifikasi Terpenoid dan Steroid dilakukan dengan melarutkan ekstrak pekat kulit Durian petruk dalam 0,5 mL kloroform, kemudian menambahkan 0,5 mL anhidrida asetat dan meneteskan campuran dengan 2 mL H₂SO₄ pekat melalui dinding tabung.

Identifikasi Tanin. Identifikasi Tanin dilakukan dengan melarutkan ekstrak pekat kulit Durian petruk dalam 10 mL akuades kemudian disaring dan filtrat ditambah dengan 3 tetes FeCl₃ 1%.

Identifikasi Saponin. Identifikasi saponin dilakukan dengan melarutkan ekstrak pekat kulit Durian petruk dalam 10 mL air panas kemudian dikocok kuat-kuat selama 10 detik.

Identifikasi komponen utama. Identifikasi komponen utama kulit Durian Petruk menggunakan Kromatografi Gas-Spektrometri Massa (GC-MS) yaitu dengan membandingkan spektra massa sampel dengan spektra literatur senyawa yang sejenis (*WILLEY Library*).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Persiapan dan Ekstraksi Sampel Kulit Durian

Persiapan sampel dilakukan dengan menggunakan jaringan tumbuhan berupa kulit Durian petruk yang masih segar sebanyak 3 kg, dibersihkan, dikuliti dan dikeringkan ditempat terbuka tanpa terkena sinar matahari secara langsung. Hal ini dilakukan untuk mengurangi resiko rusaknya komponen kimia dalam kulit Durian akibat terkena suhu tinggi dari sinar matahari. Kulit Durian yang sudah dikeringkan kemudian diblender hingga menjadi serbuk kulit Durian seberat 500 gr, lalu di ekstraksi dengan metode maserasi menggunakan pelarut metanol selama 2 x 24 jam dengan pengadukan sesekali. Pelarut yang digunakan dalam penelitian ini adalah metanol. Secara umum, pelarut metanol merupakan pelarut yang paling banyak digunakan dalam proses isolasi senyawa organik bahan alam karena dapat melarutkan golongan metabolit sekunder^[5].

Setelah maserasi dan penyaringan ekstrak, selanjutnya adalah pemekatan hasil ekstrak dengan *rotary evaporator*. Hasil yang diperoleh berupa ekstrak kental berwarna coklat pekat sebanyak 12,7 gr dengan rendemen sebesar 2,54 %. Ekstrak inilah yang akan digunakan untuk skrining fitokimia, dan identifikasi komponen utama.

Analisis Skrining Fitokimia

Komponen yang terdapat dalam ekstrak metanol kulit durian dianalisis golongan senyawanya dengan tes uji warna dengan beberapa pereaksi untuk golongan senyawa alkaloid, flavonoid, terpenoid, steroid, tanin dan saponin. Hasil skrining

fitokimia ekstrak metanol kulit Durian Petruk disajikan pada Tabel 1.

Identifikasi Alkaloid

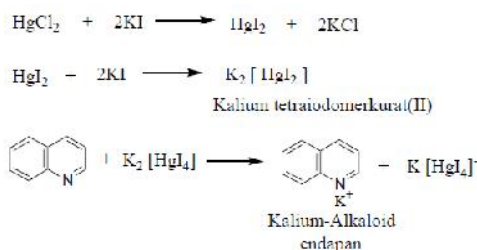
Terbentuknya endapan pada uji Mayer, Wagner dan Dragendorff berarti

dalam ekstrak metanol kulit durian terdapat alkaloid. Tujuan penambahan HCl adalah karena alkaloid bersifat basa sehingga biasanya diekstrak dengan pelarut yang mengandung asam^[1].

Table 1 : Hasil Skrining Fitokimia Kulit Durian varietas Petruk

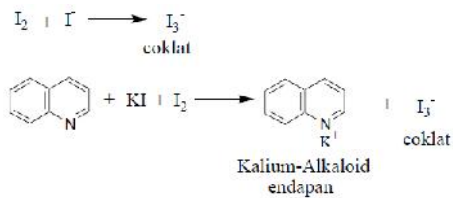
Uji Fitokimia	Pereaksi	Hasil	Kesimpulan
Alkaloid	Mayer	Terbentuk endapan putih	Positif
	Wagner	Terbentuk warna coklat kemerahan	Positif
	Dragendorff	Terbentuk warna jingga	Positif
Flavonoid	Mg + HCl pekat	Terbentuk warna jingga	Positif
Saponin	Air + HCl	Terbentuk Busa stabil	Positif
Steroid	Liebermann-burchard	Terbentuk warna Hijau	Positif
Triterpenoid	Liebermann-burchard	Terbentuk warna coklat kemerahan	Positif
Tanin	FeCl ₃ 1%	Terbentuk warna hijau kehitaman	Positif

Hasil positif alkaloid pada uji Mayer ditandai dengan terbentuknya endapan putih. Diperkirakan endapan tersebut adalah kompleks kalium-alkaloid. Pada pembuatan pereaksi Mayer, larutan merkuri(II) klorida ditambah kalium iodida akan bereaksi membentuk endapan merah merkuri(II) iodida. Jika kalium iodida yang ditambahkan berlebih maka akan terbentuk kalium tetraiodomerkurat(II)^[7]. Alkaloid mengandung atom nitrogen yang mempunyai pasangan elektron bebas sehingga dapat digunakan untuk membentuk ikatan kovalen koordinat dengan ion logam^[4]. Pada uji alkaloid dengan pereaksi Mayer, diperkirakan nitrogen pada alkaloid akan bereaksi dengan ion logam K⁺ dari kalium tetraiodomerkurat(II) membentuk kompleks kalium-alkaloid yang mengendap^[4]. Perkiraan reaksi yang terjadi pada uji Mayer ditunjukkan pada Gambar 1.



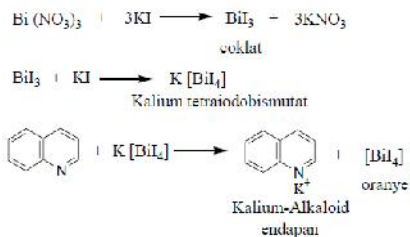
Gambar 1 : Reaksi Alkaloid dengan Reagen Mayer

Hasil positif alkaloid pada uji Wagner ditandai dengan terbentuknya endapan coklat muda sampai kuning. Diperkirakan endapan tersebut adalah kalium-alkaloid. Pada pembuatan pereaksi Wagner, iodin bereaksi dengan ion I⁻ dari kalium iodide menghasilkan ion I³⁻ yang berwarna coklat. Pada uji Wagner, ion logam K⁺ akan membentuk ikatan kovalen koordinat dengan nitrogen pada alkaloid membentuk kompleks kalium-alkaloid yang mengendap. Reaksi yang terjadi pada uji Wagner ditunjukkan pada Gambar 2.



Gambar 2 : Reaksi Alkaloid dengan reagen Wagner

Hasil positif alkaloid pada uji Dragendorff ditandai dengan terbentuknya endapan coklat muda sampai kuning. Endapan tersebut adalah kalium-alkaloid. Pada pembuatan pereaksi Dragendorff, bismut nitrat dilarutkan dalam HCl agar tidak terjadi reaksi hidrolisis karena garam-garam bismut mudah terhidrolisis membentuk ion bismutil (BiO^+). Agar ion Bi^{3+} tetap berada dalam larutan, maka larutan itu ditambah asam sehingga kesetimbangan akan bergeser ke arah kiri. Selanjutnya ion Bi^{3+} dari bismut nitrat bereaksi dengan kalium iodide membentuk endapan hitam Bismut(III) iodida yang kemudian melarut dalam kalium iodida berlebih membentuk kalium tetraiodobismutat^[7]. Pada uji alkaloid dengan pereaksi Dragendorff, nitrogen digunakan untuk membentuk ikatan kovalen koordinat dengan K^+ yang merupakan ion logam. Reaksi pada uji Dragendorff ditunjukkan pada Gambar 3.



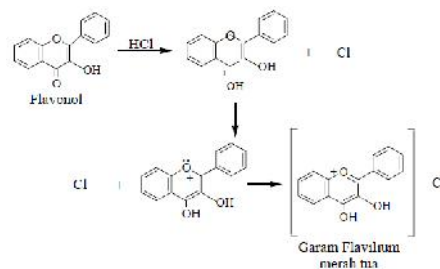
Gambar 3 : reaksi Alkaloid dengan Reagen Dragendorff

Pada uji Dragendorf, Wagner dan Mayer masing-masing dilakukan 2 kali pengulangan. Hasil yang diperoleh adalah

semua positif alkaloid, maka dapat disimpulkan bahwa dalam ekstrak metanol kulit durian mengandung alkaloid.

Identifikasi Flavonoid

Pada identifikasi flavonoid menggunakan uji Wilstater menunjukkan warna jingga yang berarti positif adanya flavonoid. Magnesium dan asam klorida pada uji Wilstater bereaksi membentuk gelembung-gelembung yang merupakan gas H_2 , sedangkan Logam Mg dan HCl pekat pada uji ini berfungsi untuk mereduksi inti benzopiron yang terdapat pada struktur flavonoid sehingga terbentuk perubahan warna menjadi merah atau jingga^[5]. Jika dalam suatu ekstrak tumbuhan terdapat senyawa flavonoid akan terbentuk garam flavilium saat penambahan Mg dan HCl yang berwarna merah atau jingga dengan reaksi seperti pada Gambar 4.

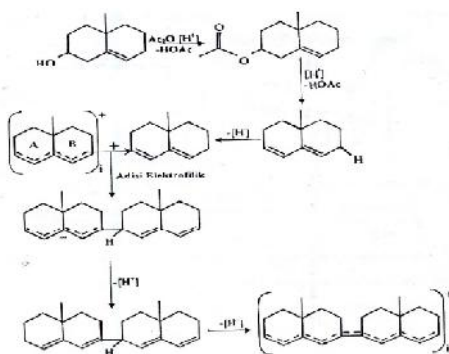


Gambar 4 : Mekanisme reaksi pembentukan garam flavilium

Identifikasi Terpenoid dan Steroid

Identifikasi terpenoid dan steroid dalam percobaan ini menggunakan uji Liebermann-Burchard (anhidrida asetat- H_2SO_4 pekat) yang memberikan warna hijau-biru^[1]. Identifikasi terpenoid dan steroid pada ekstrak methanol kulit durian memberikan hasil positif baik pada terpenoid atau steroid yaitu terbentuknya cincin coklat pada batas

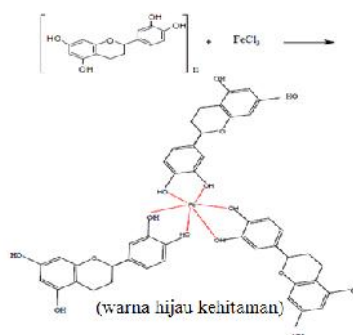
larutan saat ditambah dengan H_2SO_4 serta terlihat warna hijau saat larutan diteteskan pada plat tetes. Perubahan warna seperti disebutkan diatas dikarenakan terjadinya oksidasi pada golongan senyawa terpenoid/steroid melalui pembentukan ikatan rangkap terkonjugasi. Prinsip reaksi dalam mekanisme reaksi uji terpenoid yang disajikan dalam Gambar 5 adalah kondensasi atau pelepasan H_2O dan penggabungan karbokation. Reaksi ini diawali dengan proses asetilasi gugus hidroksil menggunakan asam asetat anhidrida. Gugus asetil yang merupakan gugus pergi yang baik akan lepas, sehingga terbentuk ikatan rangkap. Selanjutnya terjadi pelepasan gugus hidrogen beserta elektronnya, mengakibatkan ikatan rangkap berpindah. Senyawa ini mengalami resonansi yang bertindak sebagai elektrofil atau karbokation. Serangan karbokation menyebabkan adisi elektrofilik, diikuti dengan pelepasan hidrogen. Kemudian gugus hidrogen beserta elektronnya dilepas akibatnya senyawa mengalami perpanjangan konjugasi yang memperlihatkan munculnya cincin coklat^[8].



Gambar 5 : Reaksi terpenoid dengan pereaksi Liebermann-burchard

Identifikasi Tanin

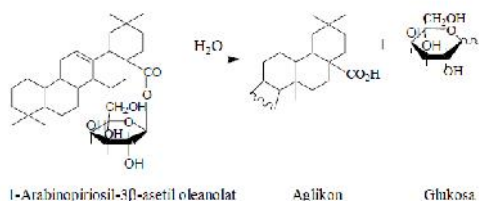
Pada percobaan identifikasi tanin menggunakan pereaksi besi(III)klorida. Hasil yang diperoleh pada ekstrak kulit durian adalah positif mengandung tanin dengan memberikan warna hijau kehitaman. Penambahan ekstrak dengan $FeCl_3$ 1% dalam air menimbulkan warna hijau, merah, ungu atau hitam yang kuat. Terbentuknya warna hijau kehitaman pada ekstrak setelah ditambahkan $FeCl_3$ 1% karena tanin akan beraksi dengan ion Fe^{3+} membentuk senyawa kompleks^[1]. Reaksi tanin dengan $FeCl_3$ ditunjukkan pada Gambar 6.



Gambar 6 : Reaksi antara Tanin dan $FeCl_3$

Identifikasi Saponin

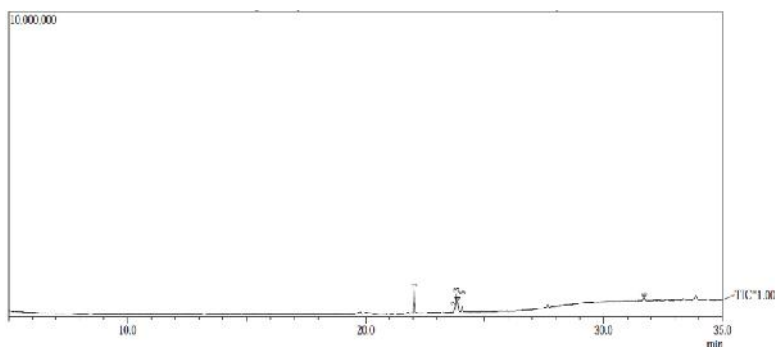
Identifikasi adanya saponin menggunakan uji Forth menunjukkan pada ekstrak methanol kulit durian positif saponin dibuktikan dengan terbentuknya busa dan dapat bertahan tidak kurang dari 10 menit serta tidak hilang setelah penambahan HCl 2M. Timbulnya busa pada uji Forth menunjukkan adanya glikosida yang mempunyai kemampuan membentuk buih dalam air yang terhidrolisis menjadi glukosa dan senyawa lainnya dengan reaksi seperti pada Gambar 7^[4].



Gambar 7 : Reaksi hidrolisis saponin dalam air

Analisis Spektroskopi GC-MS

Identifikasi komponen utama kulit Durian (*Durio zibethinus Murr*) varietas Petruk dilakukan dengan pemisahan



Gambar 8 : Gambar analisis kromatogram GC-MS komponen kulit Durian Petruk.

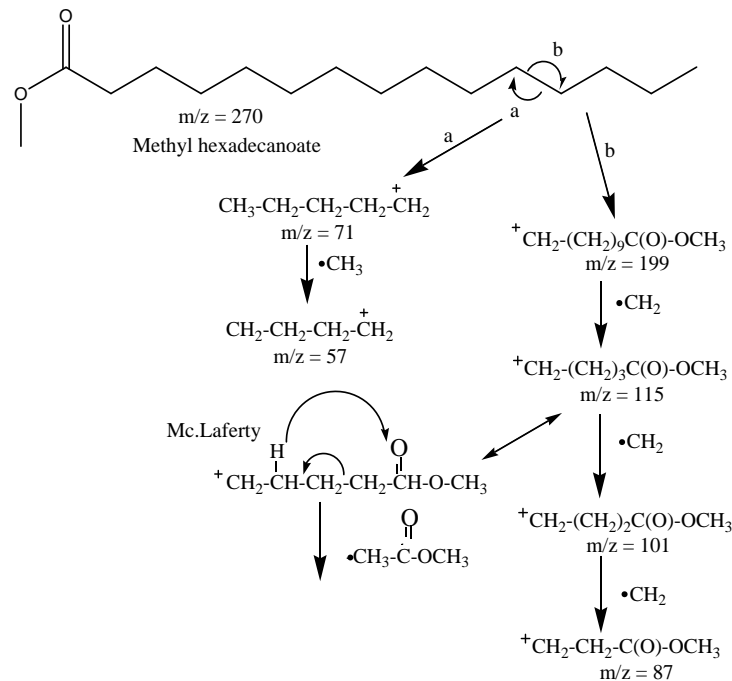
Tabel 2 : Keterangan Gambar Analisis Kromatogram Kulit Durian Petruk

Peak#	R.Time	I.Time	F.Time	Area	Area%	Height Name
1	22.041	21.983	22.125	2137454	35.21	811016
2	23.734	23.683	23.767	451039	7.43	154427
3	23.816	23.767	23.850	1917221	31.59	615725
4	23.867	23.850	23.942	792793	13.06	329427
5	24.072	24.025	24.133	413788	6.82	157119
6	31.701	31.065	31.775	357456	5.89	101345
				6069751	100.00	2169059

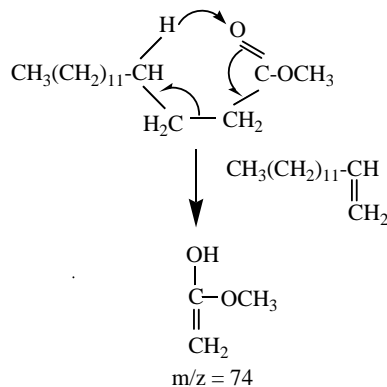
Senyawa puncak I muncul pada waktu retensi 22.041 menit dengan kelimpahan 35.21 %, dengan spektra fragmentasi muncul pada $m/z = 41, 57, 74, 87, 101, 115, 157, 171, 185, 199, 227, 239,$

menggunakan kromatografi gas. Kemudian menggunakan spectrometer massa, didapat spektrum puncak-puncak suatu sampel yang telah dianalisis dengan menggunakan kromatografi gas. Analisis dengan kromatografi gas pada Kulit Durian Petruk menghasilkan 6 puncak seperti pada Gambar.8 dengan 2 puncak mempunyai luas area yang lebih tinggi, yaitu puncak ke I dan ke III.

279 dimana memiliki banyak kemiripan dengan pola fragmentasi senyawa metilheksadekanoat (WILLEY Library) seperti Gambar 9



penataan ulang McLafferty :



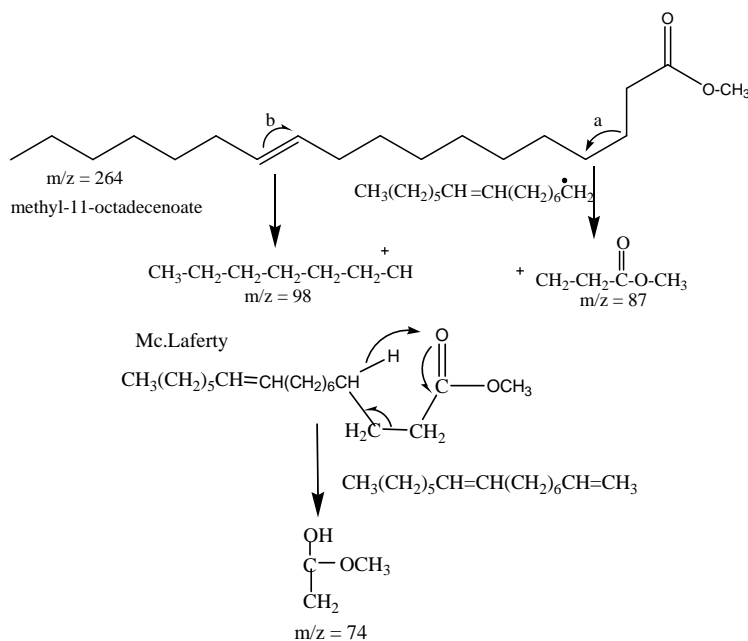
Gambar 9 : Fragmentasi senyawa metil-heksadekanoat

Fragmentasi senyawa metil heksadekanoat dengan $m/z = 270$ terjadi pemutusan ikatan pada $\text{C}_5\text{-C}_6$ menghasilkan senyawa dengan $m/z = 71$ dan senyawa dengan $m/z = 199$. Selanjutnya terjadi pelepasan M-CH_2 berkali kali menghasilkan senyawa $m/z = 115$. Pada senyawa $m/z = 115$ sudah mengalami penataan ulang McLafferty menghasilkan senyawa $m/z = 41$.

Senyawa metil heksadekanoat sendiri dapat mengalami penataan ulang McLafferty dari $m/z = 270$ menghasilkan senyawa yang stabil pada $m/z = 74$ yang merupakan base peak dari spektrum tersebut.

Sedangkan puncak ke-III muncul pada waktu retensi 23.816 menit dengan kelimpahan 31.59 %, dengan spectra fragmentasi muncul pada $m/z = 41, 55, 69$,

74, 84, 97, 123, 13, 180, 222, 264 dimana fragmentasi senyawa metil 11 oktadekenoat memiliki banyak kemiripan dengan pola (WILLEY Library) seperti Gambar 10.



Gambar 10 : Fragmentasi senyawa 11-metil heksadekenoat

Fragmentasi senyawa 11-metil heksadekenoat dengan $m/z = 264$ terjadi pemutusan pada ikatan diena menghasilkan senyawa dengan $m/z = 98$. Hasil pemutusan tersebut dapat menghasilkan penataan ulang McLafferty menghasilkan senyawa dengan $m/z = 41$. Dari ujung lain senyawa tersebut dapat terjadi fragmentasi menghasilkan senyawa etil metanoat dengan $m/z = 87$. Dari senyawa 11-metil heksadekenoat sendiri mampu menghasilkan penataan ulang McLafferty yang dapat menghasilkan senyawa dengan $m/z = 74$ yang khas.

kromatografi gas menunjukkan bahwa 2 senyawa komponen utama penyusunnya adalah metil heksadekenoat dan metil 11 oktadekenoat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terimakasih dan penghargaan disampaikan kepada Direktorat Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat, Direktorat Jenderal Pendidikan Tinggi (DIKTI) atas dana penelitian yang telah diberikan.

DAFTAR RUJUKAN

- [1] ^[1]Harborne, J.B.1987.*Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*, diterjemahkan oleh Padmawinata, K. Bandung : ITB

- [2] ^[2]Heyne K.1987. *Tumbuhan Berguna Indonesia Jilid III*. diterjemahkan oleh Badan Litbang Kehutanan Jakarta . Jakarta : Yayasan Sarana Wana Jaya.
- [3] ^[3]Lenny, S., 2006. *Isolasi dan Uji Bioaktivitas Kandungan Kimia Utama Puding Merah (Gruptophyllum pictum L.Griff)*, USU Respiratory. Medan
- [4] ^[4]Marliana dkk. 2005. Skrinning Fitokimia dan Analisis Kromatografi Lapis Tipis Komponen Kimia Buah Labu Siam (*Sechium Edule Jacq. Swartz.*) dalam Ekstrak Etanol. *Biofarmasi* 3(1): 26-31
- [5] ^[5]Prashant,et.al.2011.Phytochemical Screening and Extraction. *Internationale Pharmaceutica Scientia*. 1(1): 1-9.
- [6] ^[6]Robinnson, T.1991. *Kandungan Organik Tumbuhan Tingkat Tinggi*. Bandung : ITB
- [7] ^[7]Svehla.1990. *Vogel Buku Teks Analisis Anorganik Kualitatif Makro dan Semimikro*. Jakarta : PT. Kalman Media Pustaka.
- [8] ^[8]Siadi. K. 2012. Ekstrak Bungkil Biji Jarak Pagar (*Jatropha curcas*) Sebagai Biopestisida Yang Efektif Dengan Penambahan Larutan NaCl. *Jurnal Mipa* 35(2): 77-83