

**OPTIMASI PEMISAHAN SENYAWA ASETOGENIN PADA DAUN
SIRSAK (*Annona muricata* Linn.) SECARA KROMATOGRAFI LAPIS
TIPIS BERDASARKAN JENIS PELARUT DAN LAMA EKSTRAKSI
ULTRASONIK**

SKRIPSI

Oleh :
WAHYUNINGTYAS AFIFA MANARIZKI
NIM. 15630036



**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**OPTIMASI PEMISAHAN SENYAWA ASETOGENIN PADA DAUN
SIRSAK (*Annona muricata* Linn.) SECARA KROMATOGRAFI LAPIS
TIPIS BERDASARKAN VARIASI JENIS PELARUT DAN LAMA
EKSTRAKSI ULTRASONIK**

SKRIPSI

Oleh:
WAHYUNINGTYAS AFIFA MANARIZKI
NIM. 15630036

Diajukan Kepada:
Fakultas Sains dan Teknologi
Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang
Untuk Memenuhi Salah Satu Persyaratan Dalam
Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2019**

**OPTIMASI PEMISAHAN SENYAWA ASETOGENIN PADA DAUN
SIRSAK (*Annona muricata* Linn.) SECARA KROMATOGRAFI LAPIS
TIPIS BERDASARKAN VARIASI JENIS PELARUT DAN LAMA
EKSTRAKSI ULTRASONIK**

SKRIPSI


Oleh:
WAHYUNINGTYAS AFIFA MANARIZKI
NIM. 15630036

Telah Diperiksa dan Disetujui untuk Diuji
Tanggal: 02 Desember 2019

Pembimbing I


Elok Kamilah Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

Pembimbing II


Ahmad Hanapi, M.Sc
NIDT. 19851225 20160801 1 069

**Mengetahui,
Ketua Jurusan**



Elok Kamilah Hayati M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

OPTIMASI PEMISAHAN SENYAWA ASETOGENIN PADA DAUN SIRSAK (*Annona muricata* Linn.) SECARA KROMATOGRAFI LAPIS TIPIS BERDASARKAN VARIASI JENIS PELARUT DAN LAMA EKSTRAKSI ULTRASONIK

SKRIPSI

Oleh:
WAHYUNINGTYAS AFIFA MANARIZKI
NIM. 15630036

Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 02 Desember 2019

Penguji Utama	: A. Ghanaim Fasya, M.Si NIP. 19820616 200604 1 002	(.....)
Ketua Penguji	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 2 010	(.....)
Sekretaris Penguji	: Elok Kamilah Hayati, M.Si NIP. 19790620 200604 2 002	(.....)
Anggota Penguji	: Ahmad Hanapi, M.Sc NIDT. 19851225 20160801 1 069	(.....)

Mengetahui,
Ketua Jurusan



Elok Kamilah Hayati M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Wahyuningtyas Afifa Manarizki
NIM : 15630036
Jurusan : Kimia
Fakultas : Sains dan Teknologi
Judul Penelitian : Optimasi Pemisahan Senyawa Asetogenin pada Daun
Sirsak (*Annona muricata Linn.*) Secara Kromatografi
Lapis Tipis Berdasarkan Variasi Jenis Pelarut dan Lama
Ekstraksi Ultrasonik

menyatakan dengan sebenar-benarnya bahwa skripsi ini merupakan hasil karya saya sendiri, bukan merupakan pengambilalihan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya, kecuali dengan mencantumkan sumber cuplikan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang, 20 Desember 2019
Yang membuat pernyataan



Wahyuningtyas Afifa Manarizki
NIM. 15630036

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahrobbil'aalamiin

Dengan senantiasa memanjatkan puja dan puji syukur ke hadirat Allah SWT atas rahmat, hidayah dan ridhonya sehingga bisa terselesaikan karya sederhana ini. Tak lupa sholawat serta salam tetap tucurahkan kepada junjungan nabi besar Muhammad SAW.

...

Saya persembahkan karya sederhana ini kepada segenap orang-orang yang kusayangi sebagai tanda bakti, hormat, dan rasa terimakasih.

Kepada kedua orang tua saya (Bapak Sugeng Ahmadiarto dan Mama Rohany Likwijaty) serta **nenek saya (Mbah Paitun)** yang selama ini telah memberikan segala bentuk dukungan, doa, motivasi, nasehat dan kasih sayang yang tidak tergantikan. Terima kasih untuk segalanya, mungkin kiranya tulisan ini hanya sebagian kecil hal yang bisa saya persembahkan untuk mereka, karena semua kebaikannya takkan bisa terbalas dengan apapun. Semoga Allah selalu melimpahkan kasih sayang-nya dan mengangkat derajat mereka disurga.... Aaamiiinnn....

...

Kepada Kakakku (Shofura Haifa Manarizki) dan Adikku (Muhammad Hanif Farhanabil) yang selalu menghibur dan menemani, memberikan dukungan dan semangat sehingga membuatku lebih tegar.

Serta **keluarga besar ayah dan ibu (Kakek, Nenek, Paman, Bibi)** yang selalu memberikan dukungan, nasehat dan doa untuk bisa menyelesaikan kuliah dan skripsi ini. Semoga Allah membalas kebaikan mereka dan mendapat kedudukan dan derajat yang tinggi disurga-Nya.... Aaamiiinnn....

...

Kepada seluruh dosen, staf laboran, dan administrasi jurusan kimia yang selalu memberikan bimbingan, nasehat, pengalaman dan banyak ilmu yang sangat berarti dan bermanfaat baik dalam proses pembelajaran S-1 maupun dalam proses penelitian sehingga saya bisa memahami ilmu kimia dan agama dengan baik, serta terselesaikannya penelitian dan penulisan naskah ini dengan baik dan lancar.

Terutama **kepada Bu Elok selaku pembimbing penelitian, Bu Rachma selaku konsultan penelitian dan Bu Akhyun selaku wali dosen.** Kiranya semoga kebaikan Bapak dan Ibu semuanya mendapat balasan yang lebih baik dari Allah SWT.... Aaamiiinnn....

...

Kepada sahabat terbaikku (Arya Galih Prasetyo dan Lutfi Indrawati), Teman Sepenelitian (Rani, Riza, Amila), Keluarga Golden Viera sekaligus Print Oke (Ida, Azah, Laila Kholi, Anggun), Penyelamat Sidang Skripsi Dadakanku (Fiya, Andy, Wahyu, Ridho), Seluruh teman-teman Kimia A '15 (Laila Khusna, Ain, Vivin, Ita, Novi, Nourma, Irfan, Fiddin, Rahma, Ajeng) dan Kimia Angkatan '15, Terimakasih Katingku (Mbak Roma dan Mbak Dina) yang telah menjadi bagian dalam hidup dan kesuksesanku.

Terima kasih sudah hadir dan mengajariku arti kebersamaan, yang mengajarkan bahwa tidak ada yang susah jika kita lalui bersama. Terima kasih atas segala doa dan semangat dari kalian. Seorang sahabat yang terukir dalam hatiku sampai kapanpun sebagai penyemangat yang luar biasa. Semoga cita-cita kita semua bisa terwujud dan kita semua sukses dunia sampai akhirat.... Aaamiiinnn...

..

MOTTO

هَذَا مَا تُوعَدُونَ لِكُلِّ أَوَّابٍ حَفِيظٍ ﴿٢١﴾

“(Kepada mereka dikatakan), “Inilah nikmat yang dijanjikan kepadamu, kepada setiap hamba yang senantiasa bertobat (kepada Allah) dan menjaga (segala peraturan-peraturan-Nya).”

[QS. Qaf: 32]

عند الله بن عباس -رضي الله عنهما- قال: كُنْتُ خَلْفَ النَّبِيِّ -صَلَّى اللهُ عَلَيْهِ وَسَلَّمَ- يَوْمًا، فَقَالَ: ((يَا غُلَامُ، إِنِّي أَعَلِمْتُكَ كَلِمَاتٍ؛ أَحْفَظِ اللهُ بِحِفْظِكَ، أَحْفَظِ اللهُ تَجِدُهُ مُجَاهَكَ، إِذَا سَأَلْتَ فَاسْأَلِ اللهُ، وَإِذَا اسْتَعَنْتَ فَاسْتَعِنْ بِاللهِ، وَأَعْلَمْ أَنَّ الأُمَّةَ لَوِ اجْتَمَعَتْ عَلَى أَنْ يَنْفَعُوكَ بِشَيْءٍ لَمْ يَنْفَعُوكَ إِلَّا بِشَيْءٍ قَدْ كَتَبَهُ اللهُ لَكَ، وَإِنْ اجْتَمَعُوا عَلَى أَنْ يَضُرُّوكَ بِشَيْءٍ لَمْ يَضُرُّوكَ إِلَّا بِشَيْءٍ قَدْ كَتَبَهُ اللهُ عَلَيْكَ، رُفِعَتِ الأَقْلَامُ وَجَفَّتِ الصُّحُفُ))

“Abdullah bin ‘Abbas –radhiyallahu ‘anhuma– menceritakan, suatu hari saya berada di belakang Nabi shallallahu ‘alaihi wasallam. Beliau bersabda, “Nak, aku ajarkan kepadamu beberapa untai kalimat: Jagalah Allah, niscaya Dia akan menjagamu. Jagalah Allah, niscaya kau dapati Dia di hadapanmu. Jika engkau hendak meminta, mintalah kepada Allah, dan jika engkau hendak memohon pertolongan, mohonlah kepada Allah. Ketahuilah, seandainya seluruh umat bersatu untuk memberimu suatu keuntungan, maka hal itu tidak akan kamu peroleh selain dari apa yang telah Allah tetapkan untukmu. Dan andaipun mereka bersatu untuk melakukan sesuatu yang membahayakanmu, maka hal itu tidak akan membahayakanmu kecuali apa yang telah Allah tetapkan untuk dirimu. Pena telah diangkat dan lembaran-lembaran telah kering.”

[HR. Imam Tirmidzi]

وَلَنَبْلُوَنَّكُمْ بِشَيْءٍ مِّنَ الْخَوْفِ وَالْجُوعِ وَنَقْصٍ مِّنَ الأَمْوَالِ والأَنْفُسِ وَالثَّمَرَاتِ وَبَشِّرِ الصَّابِرِينَ ﴿١٥٥﴾ الَّذِينَ إِذَا أَصَابَتْهُمُ مُصِيبَةٌ قَالُوا إِنَّا لِلَّهِ وَإِنَّا إِلَيْهِ رَاجِعُونَ ﴿١٥٦﴾

“Dan sungguh Kami akan menguji kalian dengan sedikit rasa takut dan rasa lapar, kekurangan harta, jiwa dan buah-buahan. Dan berikan kabar gembira untuk orang-orang yang bersabar. Yaitu orang-orang yang apabila ditimpa musibah mereka mengucapkan innalillahi wa inna ilaihi rojiun (sesungguhnya kami itu milik Allah dan sesungguhnya kami akan kembali kepada Allah SWT)”

[QS. Al-Baqarah: 155-156]

خير الناس أنفعهم للناس

“Sebaik-baik manusia adalah yang paling bermanfaat bagi manusia lain”

قدر الله خير مما نريد

Takdir Allah lebih baik dari yang kita inginkan.

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum wa Rahmatullahi wa Barakatuh

Alhamdulillah, puji syukur atas kehadiran Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, taufik dan hidayah-Nya kepada penulis atas terselesainya laporan hasil ini. Sholawat serta salam semoga tetap tercurahkan kepada junjungan kita Nabi Besar Muhammad SAW yang n beliau telah membimbing kita dari jalan yang salah menuju ke jalan yang benar. Penyusun mengucapkan syukur Alhamdulillah atas terselesaikannya laporan hasil penelitian dengan **“Optimasi Pemisahan Senyawa Asetogenin Pada Daun Sirsak (*Annona muricata* Linn.) Secara Kromatografi Lapis Tipis Berdasarkan Jenis Pelarut Dan Lama Ekstraksi Ultrasonik.”** Laporan Hasil Penelitian ini dimaksudkan sebagai salah satu syarat untuk memenuhi kewajiban untuk jenjang S1 dalam tugas akhir.

Penulis pada kesempatan ini mengucapkan banyak terimakasih kepada pihak yang telah banyak membantu dalam penelitian ini, yaitu

1. Kedua Orang tua penulis beserta keluarga yang senantiasa memberikan do'a dan restunya kepada peulis dalam menuntut ilmu.
2. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si sebagai kepala jurusan Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang serta sekaligus pembimbing utama yang membimbing dalam proses penulisan laporan hasil penelitian.
3. Ibu Rachmawati Ningsih, M.Si selaku dosen pembimbing penelitian yang membimbing dalam penulisan laporan hasil penelitian.

4. Segenap Civitas Akademik Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah memberi bimbingan dan ilmunya yang bermanfaat.
5. Dr. Sri Harini, M.Si selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
6. Prof. H. Abdul Haris, M.Ag selaku Rektor Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
7. Teman satu kelompok penelitian Rani, Riza, dan Amila, teman berjualan Nurhamida, Azah dan Laila, juga teman satu angkatan yang tidak bisa saya sebut.

Penulis menyadari akan kekurangan dan keterbatasan dalam penyusunan laporan penelitian ini. Oleh karena itu, diperlukan kritik dan saran yang membantu dalam upaya memperbaiki tulisan dan isi laporan hasil penelitian sehingga menjadi lebih baik lagi. Semoga tugas pembuatan laporan hasil penelitian ini dapat menjadi acuan dalam pembelajaran dan bermanfaat bagi kita semuanya. Amin.

Wassalamualaikum wa Rahmatullahi wa Barakatuh

Malang, 20 November 2019

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PERSETUJUAN	ii
LEMBAR PENGESAHAN	iii
LEMBAR PERNYATAAN	iv
LEMBAR PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv
ABSTRACT	xv
المخلص	xvi
BAB I PENDAHULUAN	
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	4
1.3 Tujuan Penelitian	4
1.4 Batasan Masalah.....	4
1.5 Manfaat Penelitian	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	
2.1 Daun Sirsak (<i>Annona muricata</i> L.)	6
2.2 Ekstraksi Senyawa Asetogenin dengan Metode Ultrasonik.....	7
2.3 Pemisahan Senyawa Asetogenin Menggunakan KLT	11
2.4 Identifikasi dengan Spektrofotometer FTIR	14
BAB III METODOLOGI	
3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan	18
3.2 Alat dan Bahan	18
3.2.1 Alat	18
3.2.2 Bahan	18
3.3 Rancangan Penelitian	18
3.4 Tahapan Penelitian	20
3.5 Cara Kerja	20
3.5.1 Preparasi Sampel	20
3.5.2 Ekstraksi Senyawa Asetogenin dengan Ultrasonik.....	20
3.5.3 Preparasi Plat KLT sebelum digunakan.....	21
3.5.4 Penjenuhan Eluen.....	21
3.5.5 Pembuatan Reagen Vanilin – Asam Sulfat	21
3.5.6 Optimasi Pemisahan Senyawa Asetogenin Daun Sirsak dengan Kromatografi Lapis Tipis.....	21
3.5.7 Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Spektrofotometer FTIR. 22	22

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel	23
4.2 Ekstraksi Ultrasonik Daun Sirsak	23
4.3 Optimasi Pemisahan Senyawa Asetogenin Daun Sirsak dengan Kromatografi Lapis Tipis	27
4.3.1 Kromatografi Lapis Tipis pada Ekstrak Kasar Daun Sirsak dengan Pelarut Metanol	29
4.3.2 Kromatografi Lapis Tipis pada Ekstrak Kasar Daun Sirsak dengan Pelarut Etanol.....	32
4.3.3 Kromatografi Lapis Tipis pada Ekstrak Kasar Daun Sirsak dengan Pelarut Etil Asetat	35
4.3.4 Perbandingan Hasil Terbaik Antar Pelarut	37
4.4 Identifikasi Senyawa Asetogenin.....	38
4.4.1 Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Reagen Vanilin - Asam Sulfat.....	40
4.4.2 Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Spektrofotometer FTIR.....	41
4.5 Integrasi Hasil Penelitian dengan al-Qur'an	43
BAB V KESIMPULAN	45
DAFTAR PUSTAKA.....	46
LAMPIRAN	51

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Tumbuhan sirsak	6
Gambar 2.2 Struktur asetogenin.....	8
Gambar 2.3 Spektrogram FTIR asetogenin	15
Gambar 2.4 Spektrogram FTIR asetogenin	16
Gambar 2.5 Spektrogram isolat fraksi metanol.....	17
Gambar 4.1 Hasil KLT ekstrak kasar dengan pelarut metanol	29
Gambar 4.2 Hasil KLT ekstrak kasar dengan pelarut etanol	32
Gambar 4.3 Hasil KLT ekstrak kasar dengan pelarut etil asetat.....	35
Gambar 4.4 Dugaan reaksi asetogenin dan reagen vanilin asam sulfat	39
Gambar 4.5 Spektrogram hasil FTIR isolat dugaan asetogenin pada setiap pelarut	40



DAFTAR TABEL

Tabel 3.1 Variasi faktor pelarut dan lama ekstraksi ultrasonik.....	19
Tabel 4.1 Hasil rerata randemen ekstrak kasar daun sirsak	24
Tabel 4.2 Perbandingan intensitas warna ekstrak metanol dengan berbagai variasi lama ekstraksi dibawah lampu uv 366 nm	29
Tabel 4.3 Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut metanol dan eluen n-heksana: etil asetat (6:4).....	30
Tabel 4.4 Perbandingan intensitas warna ekstrak etanol dengan berbagai variasi lama ekstraksi.....	33
Tabel 4.5 Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut etanol dan eluen n-heksana : etil asetat (6:4).....	34
Tabel 4.6 Perbandingan intensitas warna ekstrak etil asetat dengan berbagai variasi lama ekstraksi.....	35
Tabel 4.7 Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut etil asetat dan eluen n-heksana : etil asetat (6:4).....	36
Tabel 4.8 Perbandingan parameter antar hasil terbaik berbagai	37
Tabel 4.9 Interpretasi isolat dugaan asetogenin	40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Rancangan Penelitian	51
Lampiran 2. Diagram Alir.....	52
Lampiran 3. Pembuatan Reagen	56
Lampiran 4. Perhitungan Berat Ekstrak	57
Lampiran 5. Perhitungan Rendemen.....	59
Lampiran 6. Perhitungan Rf.....	61
Lampiran 7. Perhitungan SD Antar Lama Ekstraksi.....	68
Lampiran 8. Perhitungan Resolusi	69
Lampiran 9. Dokumentasi.....	74



ABSTRAK

Manarizki, W. A. 2019. **Metode Optimasi Pemisahan Senyawa Asetogenin pada Sirsak Secara Kromatografi Lapis Tipis Berdasarkan Jenis Pelarut dan Lama Ekstraksi Ultrasonik**. Skripsi. Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi. Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang. Pembimbing I: Elok Kamilah Hayati, M.Si, Pembimbing II: Ahmad Hanapi, S.Si, M.Sc, Konsultan: Rachmawati Ningsih, M.Si

Kata Kunci : Daun Sirsak, asetogenin, ekstraksi ultrasonik, KLT, FTIR

Sirsak (*Annona muricata* Linn.) merupakan keluarga Annonaceae yang tumbuh di daerah tropis yang bermanfaat dalam bidang farmakologi sebagai antikanker. Daun sirsak mengandung senyawa asetogenin yang dapat menghambat pertumbuhan sel kanker. Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengetahui pola pemisahan senyawa asetogenin ekstrak daun sirsak secara kromatografi lapis tipis (KLT) berdasarkan jenis pelarut dan lama ekstraksi.

Ekstraksi senyawa asetogenin dilakukan secara ultrasonik dengan variasi pelarut antara lain metanol, etanol, dan etil asetat serta variasi waktu ekstraksi 10 menit, 20 menit, dan 30 menit. Pemisahan senyawa asetogenin menggunakan eluen etil asetat: n-heksana (4:6). Identifikasi gugus fungsi hasil KLT terbaik menggunakan FTIR.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa randemen terbesar diperoleh dari pelarut etanol. Hasil uji KLT diperoleh jumlah noda dugaan asetogenin sama yaitu satu noda pada masing-masing variasi pelarut. Selain itu uji KLT menunjukkan bahwa pemisahan terbaik dengan intensitas warna tertinggi dan resolusi terbesar adalah pada pelarut etanol dengan lama ekstraksi 10 menit. Hasil identifikasi isolat dugaan asetogenin dengan FTIR menunjukkan gugus fungsi berupa OH, C-H, C=O, C=C, dan C-O.

ABSTRACT

Manarizki, W. A. 2018. **Optimization Separation of Acetogenin Compounds in Soursop Leaves by Thin Layer Chromatography Based on Types of Solvents and Extraction Time of Ultrasonic**. Chemistry Department, Faculty of Science and Technology. Islamic State University Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I : Elok Kamilah Hayati, M.Si, Supervisor II: Ahmad Hanapi, S.Si, M.Sc, Consultant : Rachmawati Ningsih, M.Si

Keywords : Soursop leaves, acetogenin, ultrasonic extraction, TLC, FTIR

Soursop (*Annona muricata* Linn.) is a family of *Annonaceae* that grows in the tropics which is beneficial in pharmacology as an anticancer. Soursop leaves contain acetogenin compounds that can inhibit the growth of cancer cells. The purpose of this study was to determine the pattern of separation of acetogenin compounds in soursop leaf extract by thin layer chromatography (TLC) based on the type of solvent and extraction time of ultrasonic.

The extraction of acetogenin compounds by ultrasonic with various solvents including methanol, ethanol, and ethyl acetate as well as variations in extraction time of 10 minutes, 20 minutes and 30 minutes. Separation of the acetogenin compound using eluent are ethyl acetate: n-hexane eluent (4: 6). Identification of the functional groups of the best TLC results using FTIR.

The results showed that the biggest yield was obtained from ethanol solvents. TLC test results obtained the same number of suspected acetogenin spot, there was one spot on each variation of the solvent. In addition, the TLC test showed that the best separation with the highest color intensity and the greatest resolution was in ethanol solvent with extraction time of 10 minutes. The results of identification of suspected acetogenin isolates with FTIR showed functional groups in the form of OH, C-H, C = O, C = C, and C-O.

المستخلص

منى رزقي، ع. و. ٢٠١٩. طريقة التحسين لفصل مركبات الأستوجينين في سبرسك بواسطة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة الذي يعتمد على نوع الاختلاط بالمذيبات والموجات فوق الصوتية. أطروحة. قسم الكيمياء، كلية العلوم والتكنولوجيا. جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرفة الأولى: إيلوك كاملة حياتي الماجستير، المشرف الثاني: أحمد حنفي الماجستير المستشار: رحماتي نينج سيه، الماجستير

الكلمات الرئيسية: ورقة سبرسك، الأستوجينين، استخراج بالموجات فوق الصوتية، KLT، FTIR

سبرسك (*Annona muricata Linn.*) هو عائلة من *Annonaceae* الذي ينمو في المناطق الاستوائية وهو مفيد في علم الأدوية كمضاد للسرطان. تحتوي أوراق سبرسك على مركبات الأستوجينين التي تمنع نمو الخلايا السرطانية. أهداف البحث هي تحديد نمط الفصل بين مركبات الأستوجينين في مستخلص أوراق سبرسك بواسطة كروماتوجرافيا في الطبقة الرقيقة (KLT) الذي يعتمد على نوع المذيبات ووقت الاستخراج.

يجري استخراج مركبات الأستوجينين بالصوتية بمختلف المذيبات يعنى الميثانول والإيثانول وخلات الإيثيل و الاختلافات في وقت الاستخراج يعنى عشر دقائق وعشرين دقيقة و ثلاثين دقيقة. كان فصل مركب الأستوجينين باستخدام إيثيل أسيتات: ن-الهكسان (٤:٦) شاذ تحديد المجموعات الوظيفية لأفضل نتائج KLT باستخدام FTIR.

دلت النتائج على أن أكبر تعديل من مذيبات الإيثانول. حصلت نتائج اختبار KLT على نفس العدد من بقع الأستوجينين المشتبه فيها، وهي وصمة واحدة على كل شكل من أشكال المذيب. إضافة إلى ذلك، أظهر اختبار KLT أن أفضل فصل مع أعلى كثافة اللون وأكبر دقة كان في مذيب الإيثانول بزمان الاستخراج قدر عشر دقائق. أظهرت نتائج التعرف على عزلات الأستوجينين المشتبه بها مع FTIR مجموعات وظيفية في شك $C=O$ ، $C-H$ ، OH ، $C=O$ ، $C=O$ ، و $C=O$.

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Sirsak (*Annona muricata* Linn.) merupakan sumber senyawa asetogenin yang berperan sebagai antikanker (Alali, 1990; Katrin, 2010; Sumantri, 2014; Handayani, 2014; Nasifah, 2017). Senyawa tersebut memiliki aktivitas penghambat terhadap sel kanker T-47D dengan nilai IC₅₀ sebesar 67,343 µg/mL (Lilbaiq, 2017). Selain sebagai antikanker, asetogenin juga bermanfaat sebagai antibakteri, antioksidan (Ranisaharivony, 2016), dan antitumor (Alali, 1990). Berbagai manfaat tersebut membuktikan bahwa Allah SWT menciptakan tumbuhan dengan berbagai kebaikan atau manfaat di dalamnya sesuai dengan firman Allah SWT dalam al-Qur'an Surat Asy-Syuara' ayat 7:

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَمْ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ ﴿٧﴾

Artinya: “Dan apakah mereka tidak memperhatikan bumi, betapa banyak Kami tumbuhkan di bumi itu berbagai macam tumbuh-tumbuhan yang baik?”.

Asetogenin pada daun sirsak dapat diperoleh dengan metode ekstraksi konvensional atau penarikan senyawa dengan suatu pelarut dalam jangka waktu tertentu (Ranisaharivony, 2015; Vinothini dan Rani Growth, 2016 dan Katrin, dkk, 2014). Namun ekstraksi maserasi memiliki kekurangan karena waktu ekstraksi cukup lama, membutuhkan banyak pelarut serta hasil ekstrak kurang optimal (Handayani, 2016). Optimasi ekstraksi daun sirsak dapat dilakukan dengan metode ekstraksi ultrasonik.

Ekstraksi ultrasonik menggunakan gelombang akustik dengan frekuensi lebih besar dari 16-20 kHz. Kelebihan metode ultrasonik adalah dapat mengekstrak lebih cepat daripada metode konvensional (Zou, dkk, 2014; Handayani, 2016) dan memiliki efisiensi waktu ekstraksi hampir 50% daripada ekstraksi soxlet (Fuadi, 2012), menggunakan sedikit pelarut, dan meningkatkan jumlah randemen (Handayani, 2016). Oleh karena itu, metode ekstraksi ultrasonik dipilih sebagai metode untuk memisahkan asetogenin pada daun sirsak.

Faktor yang dapat mempengaruhi jumlah dan senyawa yang diekstrak adalah jenis pelarut (Williams, 1981). Berdasarkan penelitian terdahulu, Vinothini dan Rani Growth (2016) mengisolasi dan mengidentifikasi daun sirsak (*Annona muricata*) menunjukkan bahwa pelarut etanol dapat mengekstrak asetogenin dan Ranisaharivony (2015) mendapatkan ekstrak asetogenin dengan kadar sebesar 4,2%. Selain pelarut etanol, asetogenin juga dapat diekstrak dengan menggunakan pelarut metanol (Kadarani, 2015; Laboureur, 2017) dan etil asetat (Souza, 2007; Katrin, 2014).

Faktor lain yang dapat mempengaruhi hasil ekstraksi metode ultrasonik adalah lama ekstraksi. Menurut penelitian terdahulu tentang ekstraksi bahan alam diantaranya yaitu Rahayu, dkk (2013), Rahmawati dan Widya (2013), dan Adila (2012) dengan menggunakan ekstraksi ultrasonik didapatkan hasil randemen terbesar pada lama ekstraksi 10 menit. Selain itu, lama ekstraksi 20 menit (Handayani, 2016; Ardianti dan Joni, 2014) dan 30 menit (Rafsanjani, 2015; Sasongko, dkk., 2017; dan Yuswi, 2017) juga menghasilkan hasil terbaik pada proses ekstraksi.

Setelah proses ekstraksi, ekstrak yang didapat akan dilakukan pemisahan senyawa yang didapat dengan menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Kelebihan dari metode KLT yaitu dapat memisahkan senyawa dengan efisien dan efektif (Rajsekhar, 2016) serta hanya memerlukan pelarut dan cuplikan dalam jumlah sedikit (Septyaningsih, 2010). Salah satu faktor terpenting yaitu pemilihan dan komposisi eluen yang digunakan.

Komposisi eluen pemisahan senyawa asetogenin dengan KLT pada penelitian ini menggunakan komposisi eluen menurut Katrin (2013) n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 6 : 4. Noda yang terbentuk disemprot dengan reagen. Noda yang menghasilkan hasil positif asetogenin kemudian diidentifikasi menggunakan spektrofotometer FTIR. Hasil FTIR diperkirakan memiliki gugus fungsi dan untuk memperkirakan senyawa yang didapat merupakan asetogenin.

Berdasarkan pemaparan diatas, pada penelitian ini akan dilakukan optimasi pemisahan menggunakan ekstraksi dengan metode ultrasonik untuk mengekstrak senyawa asetogenin pada daun sirsak menggunakan pelarut berupa metanol, etanol, dan etil asetat serta variasi lama ekstraksi yaitu 10, 20 dan 30 menit. Identifikasi yang digunakan untuk mengetahui pemisahan senyawa asetogenin dari daun sirsak yaitu kromatografi lapis tipis (KLT) dengan eluen yang digunakan menurut Katrin (2013) yaitu n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 6 : 4. Identifikasi gugus fungsi asetogenin menggunakan spektrofotometer FTIR.

1.2 Rumusan Masalah

Rumusan masalah dari penelitian ini adalah sebagai berikut:

1. Bagaimana pola pemisahan kromatografi lapis tipis senyawa asetogenin ekstrak daun sirsak (*Annona muricata Linn*) berdasarkan jenis pelarut dan lama ekstraksi?
2. Bagaimana hasil identifikasi FTIR senyawa asetogenin ekstrak daun sirsak (*Annona muricata Linn.*)?

1.3 Tujuan

Tujuan dari penelitian yang akan dilaksanakan adalah:

1. Untuk mengetahui pola pemisahan kromatografi lapis tipis senyawa asetogenin ekstrak daun sirsak (*Annona muricata Linn*) berdasarkan jenis pelarut dan lama ekstraksi
2. Untuk mengetahui hasil identifikasi FTIR senyawa asetogenin daun sirsak (*Annona muricata Linn.*).

1.4 Batasan Masalah

Agar pembahasan tidak menyimpang, maka penulis menentukan batasan masalah sebagai berikut:

1. Sampel yang dilakukan penelitian adalah tumbuhan sirsak diambil bagian daun ke 3 sampai ke 6 yang diambil dari alam daerah Plaosan, Malang Jawa Timur.
2. Metode ekstraksi yang digunakan adalah metode ekstraksi ultrasonik dengan frekuensi 42 kHz pada suhu ruang (27°C).

3. Perbandingan rasio bahan : pelarut yaitu 1 : 10
4. Pelarut yang digunakan adalah metanol, etanol, dan etil asetat.
5. Variasi lama ekstraksi yang digunakan adalah 10, 20 dan 30 menit.
6. Optimasi pemisahan senyawa asetogenin pada daun sirsak dilakukan dengan metode kromatografi lapis tipis (KLT) dengan eluen n-heksana :etil asetat dengan perbandingan (6:4)
7. Reagen penyemprot yang digunakan yaitu reagen vanilin-asam sulfat.
8. Identifikasi senyawa asetogenin dengan menggunakan spektrofotometer FTIR.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat penelitian ini dapat memberikan informasi bahwa metode optimal mengekstrak senyawa aktif yang berpotensi sebagai antikanker pada daun sirsak yaitu asetogenin melalui metode ekstraksi ultrasonik. Selain itu, penelitian yang dilakukan ini dapat memberikan informasi bahwa daun sirsak (*Annona muricata* Linn.) dapat digunakan sebagai tanaman obat herbal dan membantu pengembangan penelitian selanjutnya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Daun Sirsak (*Annona muricata* Linn.)

Sirsak (*Annona muricata* Linn) merupakan keluarga *Annonaceae* yang tumbuh didaerah tropis (Handayani, 2016). Sirsak memiliki daun memanjang berbentuk bulat telur terbalik, ujung meruncing pendek dan permukaan daun mengkilap. Klasifikasi ilmiah atau taksonomi tanaman sirsak adalah sebagai berikut (Sunarjono, 2005) :

Kingdom	: Plantae (tumbuhan)
Subkingdom	: Tracheobionta (tumbuhan berpembuluh)
Divisi	: Spermatophyta (menghasilkan biji)
Sub divisi	: Angiospermae (tumbuhan berbunga)
Kelas	: Dicotyledonae (berkeping dua/dikotil)
Ordo	: Polycarpiceae
Familia	: Annonaceae
Genus	: <i>Annona</i>
Spesies	: <i>Annona muricata</i> Linn.



Gambar 2.1 Tumbuhan Sirsak (Mardiana dan Juwita, 2012)

Manusia diberikan akal untuk berfikir agar dapat menjalankan amanah untuk senantiasa beribadah kepada-Nya. Manusia hendaknya berfikir dan

menyadari bahwa Allah-lah yang menumbuhkan berbagai macam tumbuhan. Allah SWT berfirman dalam al-Qur'an surat Al-Waaqi'ah ayat 64 sebagai berikut.

أَأَنْتُمْ تَزْرَعُونَهُ أَمْ نَحْنُ الزَّارِعُونَ ﴿٦٤﴾

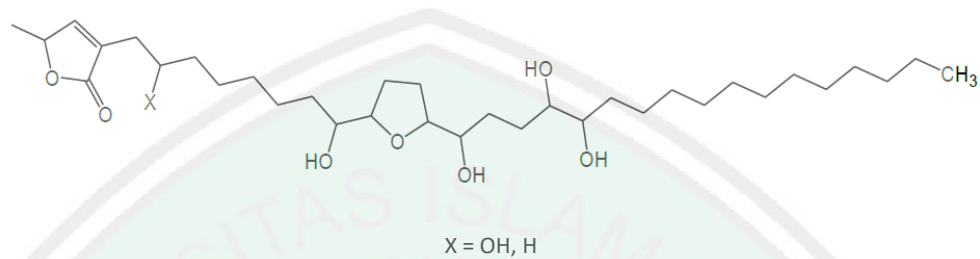
Artinya: “Kamukah yang menumbuhkan atau Kamikah yang menumbuhkannya?”

Tumbuhan yang Allah ciptakan mengandung senyawa tertentu, seperti daun sirsak mengandung senyawa bioaktif berupa asetogenin, tanin, flavonoid, kuinon, steroid, triterpenoid, dan saponin (Handayani, 2016; febriani, 2015) serta mengandung vitamin (A, B dan C) (Mangan, 2009). Senyawa aktif pada daun sirsak umumnya digunakan sebagai pertahanan diri dari lingkungan dan makhluk hidup disekelilingnya. Hal ini menjadikan senyawa aktif bersifat toksik bagi makhluk hidup lainnya (Salempa dan Muharram, 2010).

2.2 Ekstraksi Senyawa Asetogenin dengan Metode Ultrasonik

Asetogenin merupakan senyawa poliketida atau turunan dari asam lemak yang memiliki gugus hidroksil, asetil karbonil, dua rantai propanol, cincin 1-3 tetrahidrofuran (THF) dan memiliki struktur 35 hingga 37 rantai karbon tidak bercabang yang terikat pada gugus 5-metil-2-furanon. Menurut Alali (1990), jika terdapat struktur identik maka C-35 lebih polar daripada senyawa C-37. Senyawa asetogenin yang mengandung gugus hidroksil, dua mengapit cincin furan dan satu di dalam rantai hidrokarbon panjang memiliki sifat cenderung non polar yang memberikan aktivitas paling kuat. Sedangkan menurut Koul (2016) semakin banyak gugus hidroksil yang tersubstitusi pada molekul asetogenin akan meningkatkan kepolarannya dan sebaliknya. Molekul asetogenin yang memiliki

tiga gugus hidroksil akan memiliki tingkat kepolaran lebih rendah dengan aktivitas lebih kuat daripada molekul yang memiliki empat gugus hidroksil. Struktur umum asetogenin dapat dilihat pada **Gambar 2.2**



Gambar 2.2 Struktur asetogenin (Gorman, 2006)

Asetogenin memiliki manfaat penting dalam bidang farmakologi yaitu kemampuan sitotoksik terutama dapat menghambat pertumbuhan sel kanker (Mardiana, 2011; Handayani, 2016) misalnya sel kanker payudara T-47D. Penelitian yang telah dilakukan oleh Lilbaiq (2017) membuktikan bahwa ekstrak daun sirsak memiliki aktivitas penghambat sel kanker payudara T-47D dengan nilai IC_{50} sebesar 67,343 $\mu\text{g/mL}$. Asetogenin tidak menyerang sel-sel normal (Katrin, 2014). Asetogenin menyerang sel kanker dengan cara menghambat produksi ATPnya dengan masuk dan menempel pada dinding sel dan merusak ATPnya. Produksi ATP pada sel kanker terhambat dan lama kelamaan akan mati (Sumantri, 2014). Proses penyembuhan kanker tersebut karena Allah yang menyembuhkan, sesuai dengan ayat dalam al-Qur'an pada surat Asy-Syuara' ayat 80, Allah berfirman:

وَإِذَا مَرِضْتُ فَهُوَ يَشْفِينِ ﴿٨٠﴾

yang artinya : "dan apabila aku sakit, Dialah yang menyembuhkan aku,"

Salah satu metode untuk mendapatkan asetogenin yaitu dengan ekstraksi ultrasonik. Proses penarikan senyawa ke dalam pelarut tertentu dengan memanfaatkan getaran dari gelombang ultrasonik. Getaran yang terjadi akan membuat pengadukan yang intensif terhadap proses ekstraksi yaitu mempermudah proses lisis dinding sel pada daun sirsak sehingga dapat meningkatkan efektivitas proses ekstraksi dan senyawa kimia khususnya asetogenin pada daun akan mudah terlarut dalam pelarut (Ashley, dkk., 2001). Kelebihan menggunakan metode ultrasonik adalah proses ekstraksi akan berjalan lebih cepat, suhu dapat diatur sesuai kebutuhan dan meningkatkan jumlah randemen kasar (Handayani, 2016). Penelitian yang telah dilakukan oleh Safitri (2018) membuktikan bahwa ekstraksi ultrasonik dapat meningkatkan randemen kasar anting - anting yaitu 9,442% dalam waktu 20 menit menggunakan suhu ruang dibandingkan metode maserasi 24 jam yang dilakukan oleh Rosyidah (2016) yang menghasilkan randemen 4,012%. Terdapat beberapa faktor yang dapat mempengaruhi hasil ekstraksi ultrasonik yaitu jenis pelarut yang digunakan dan lama ekstraksi.

Jenis pelarut yang dipilih harus dapat mengekstrak komponen zat dalam sampel sebanyak – banyaknya. Pemilihan pelarut harus diperhatikan untuk ekstraksi yaitu ketersediaan, harga, toksisitas, bersifat tidak mudah terbakar, titik kritis dan tekanan kritis lebih rendah (Williams, 1981). Daya kelarutan suatu bahan terhadap pelarut tergantung pada tingkat kepolaran pelarut terhadap bahan tersebut. Pelarut polar sering digunakan dalam proses isolasi senyawa organik bahan alam karena dapat melarutkan seluruh senyawa metabolit sekunder (Lenny, 2006; Ranisaharivony, 2015) sehingga optimasi ekstraksi daun sirsak dapat

menggunakan pelarut polar. Variasi pelarut pada penelitian ini yaitu metanol, etanol dan etil asetat.

Berdasarkan hasil penelitian terdahulu tentang ekstraksi beberapa bagian tumbuhan anggota genus *Annona* dengan menggunakan metode maserasi bahwa metanol, etanol dan etil asetat dapat mengekstrak senyawa asetogenin pada buah, daun, dan biji sirsak yang dibuktikan dengan hasil positif fitokimia dengan menggunakan reagen kedde yang ditandai dengan warna merah muda setelah penyemprotan (Laboureur, 2017; Katrin, dkk., 2014; Vinothini dan Rani, 2016; Ranisaharivony, 2015; dan Souza, dkk., 2007). Didukung oleh penelitian yang telah dilakukan Kadarani (2015) yang membuktikan bahwa kadar asetogenin pada kulit buah srikaya dengan pelarut metanol sebesar 32158,97 ppm. Sedangkan Ranisaharivony (2015) membuktikan bahwa kadar asetogenin pada biji sirsak dengan pelarut etanol sebesar 4,2%.

Pada faktor pelarut, salah satu hal yang perlu diperhatikan yaitu komposisi sampel dibanding pelarut. Digunakan perbandingan berat sampel : volume pelarut (1:10) karena berdasarkan Ardianti dan Kusnadi (2014) yang melakukan ekstraksi dari daun berunuk menggunakan metode ultrasonik dengan variasi perbandingan bahan : pelarut (1:9, 1:10 dan 1:11) didapatkan perlakuan terbaik pada perbandingan 1:10. Dikuatkan oleh Handayani (2016) yang melakukan ekstraksi daun sirsak dengan variasi perbandingan bahan : pelarut (1:5, 1:10 dan 1:15) menunjukkan hasil terbaik pada perbandingan 1:10.

Selain pelarut, faktor lain yang dapat mempengaruhi hasil ekstraksi ultrasonik yaitu lama ekstraksi optimal. Lama ekstraksi yang optimal adalah ketika pelarut jenuh yaitu tidak mampu mengekstrak sampel kembali (Savova,

dkk, 2007; Indrayani, 2006). Optimasi lama ekstraksi dilakukan untuk mengetahui waktu ekstraksi optimum untuk menghasilkan ekstrak daun sirsak dengan randemen tertinggi. Menurut Diantika, dkk (2014), menyatakan bahwa semakin lama waktu ekstraksi meningkatkan waktu kontak pelarut bersentuhan dengan bahan sehingga hasilnya akan bertambah sampai titik jenuh sehingga jumlah randemen akan berbanding lurus dengan lama ekstraksi.

Lama ekstraksi yang digunakan pada penelitian ini yaitu 10, 20 dan 30 menit. Menit tersebut menghasilkan randemen tertinggi dalam beberapa penelitian tentang ekstraksi bahan alam menggunakan metode ultrasonik. Pada lama ekstraksi 10 menit dengan sampel kaktus pir menghasilkan randemen 78% (Ortega dan Nelly, 2017), sampel kulit jeruk bali menghasilkan randemen 17,854% (Rahmawati dan Widya, 2013), dan sampel porang menghasilkan randemen 96,1% (Rahayu, dkk., 2013). Sedangkan pada lama ekstraksi 20 menit dengan sampel daun berunuk menghasilkan randemen 26.24% (Ardianti dan joni, 2014), sampel kulit jeruk purut menghasilkan randemen 11.7303% (Susilo, dkk., 2016) dan sampel daun sirsak menghasilkan randemen 11,72% (Handayani, 2016). Lama ekstraksi 30 menit juga dapat menghasilkan randemen tertinggi sampel kulit jeruk bali dengan randemen 7,42% dan sampel bawang dayak dengan randemen 7,83% (Yuswi, 2017; Sasongko, dkk., 2017).

2.3 Pemisahan Senyawa Asetogenin Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis

Kromatografi lapis tipis (KLT) merupakan metode pemisahan yang menggunakan dua fasa yaitu fasa gerak atau eluen dan fasa diam atau plat silika yang memiliki polaritas yang berbeda (Sastrohamidjojo, 1996). Fasa diam

berfungsi sebagai pengadsorb, penyangga atau lapisan zat cair. Sedangkan fasa gerak berupa eluen yang sesuai untuk memisahkan komponen senyawa yang diinginkan (Gritter, dkk, 1991).

Fase diam menggunakan plat F_{254} dan eluen yang digunakan untuk memisahkan senyawa asetogenin pada penelitian ini berdasarkan penelitian yang telah dilakukan Ranisaharivony (2015) pada daun sirsak yaitu menggunakan n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 6 : 4 menunjukkan bahwa senyawa asetogenin dapat terpisah dengan baik. Pemisahan dikatakan baik apabila menghasilkan noda yang tidak berekor dan pemisahan nodanya jelas (Rohman dan Gandjar, 2007).

Nilai R_f menunjukkan identitas masing-masing komponen atau bersifat karakteristik. Nilai R_f merupakan perbandingan jarak tempuh solut dengan jarak tempuh eluen. Nilai R_f ditunjukkan pada Persamaan 2.1 (Yazid, 2005).

$$\text{Nilai } R_f = \frac{\text{jarak tempuh komponen}}{\text{jarak tempuh pelarut}} \dots\dots\dots (2.1)$$

Komponen yang memiliki kepolaran mendekati fasa gerak dan lebih besar dari fasa diam akan bergerak lebih cepat dari komponen yang mempunyai sifat sebaliknya (Sastrohamidjojo, 1996). Eluen yang digunakan pada penelitian ini adalah non polar, dilihat dari komposisi n-heksana yang bersifat nonpolar lebih banyak daripada etil asetat. Oleh karena itu, sifat asetogenin yang semipolar hingga nonpolar cenderung berinteraksi dengan eluen dan sedikit berinteraksi dengan plat silika. Tingkat kemampuan pemisahan suatu komponen dapat diketahui berdasarkan nilai koefisien distribusi ($KD = C_s/C_m$) yang dipengaruhi oleh tingkat kepolaran fase diam, fase gerak dan kecepatan alir. Menurut Rupprecht (1990) asetogenin memiliki nilai R_f antara 0,2 hingga 0,7.

Pemisahan dengan kromatografi lapis tipis menggunakan pereaksi penyemprot atau indikator berfluoresensi untuk membantu menampakkan noda berpendar pada lapisan yang telah terelusi. Indikator fluoresensi merupakan senyawa memancarkan sinar tampak jika dikenai sinar yang memiliki panjang gelombang tertentu, seperti sinar UV. Beberapa senyawa organik dapat dengan mudah bersinar dan berfluoresensi pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm (Gritter, 1991). Penampakan warna tersebut disebabkan oleh interaksi antara sinar UV dengan gugus kromofor yang terikat pada auksokrom noda. Fluoresensi cahaya yang tampak merupakan emisi cahaya yang dipancarkan oleh noda akibat elektron tereksitasi dari keadaan dasar menuju keadaan tereksitasi kemudian kembali disertai pelepasan energi (Sudjaji, 1988). Penelitian ini menggunakan sinar UV dengan panjang gelombang 366 nm karena menurut penelitian sebelumnya yang dilakukan Mukharomah (2019), bahwa asetogenin dapat berpendar pada panjang gelombang tersebut dan mengalami pepadaman pada 254 nm.

Penampakan asetogenin dapat dilihat setelah disemprot reagen. Penelitian ini menggunakan reagen vanilin sulfat berdasarkan penelitian Ranisaharivony (2015), dimana reagen akan berinteraksi dengan gugus fenol pada senyawa asetogenin dan dengan pemanasan dalam waktu tertentu sehingga akan menghasilkan noda berwarna kuning. Suhu pemanasan yang digunakan adalah 70°C selama 10 menit karena didasarkan pada Picman, dkk., (1980) suhu dan waktu tersebut optimum untuk menampakkan bercak setelah penyemprotan reagen vanilin sulfat, bercak yang akan terbentuk berwarna kuning hingga ungu tua.

Noda yang terbentuk dari hasil pemisahan diamati menggunakan lampu UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm. Pada panjang gelombang 254 nm warna noda akan tampak bercak hitam karena pada panjang gelombang tersebut plat silika akan berfluorosensi, sedangkan pada panjang gelombang 366 nm plat silika mengalami pemadaman sedangkan noda yang terbentuk akan mengalami fluoresensi akibat adanya interaksi antara sinar UV dengan gugus kromofor yang terikat pada aksamokrom pada noda tersebut. Fluoresensi merupakan emisi cahaya yang terbentuk akibat elektron tereksitasi dari keadaan dasar ke keadaan tereksitasi. Elektron selanjutnya akan kembali lagi ke keadaan dasar dengan energi emisi yang berbeda, sehingga menyebabkan perbedaan warna noda yang dihasilkan (Zahro,2011).

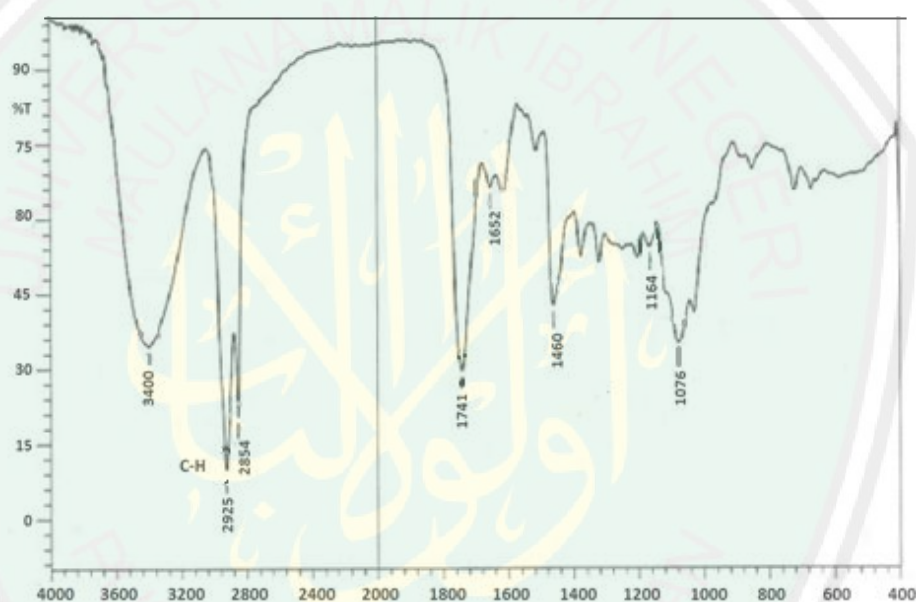
2.4 Identifikasi dengan Spektrofotometer FTIR

Fourier Transform Infra-Red (FTIR) memiliki daerah serapan pada daerah inframerah dan berkaitan dengan vibrasi molekul yang bersifat karakteristik (Panji, 2012). Senyawa asetogenin merupakan senyawa dengan rantai karbon 35-37 dan memiliki ciri khas yaitu gugus lakton pada salah satu ujung rantainya sehingga identifikasi menggunakan FTIR dapat membantu. Lakton memiliki serapan pada bilangan gelombang antara 1740- 1760 (Chang, dkk., 1998).

Berdasarkan penelitian Mulyawati, dkk., (2010) yang mengidentifikasi gugus pada biji sirsak menggunakan Spektrofotometer FTIR membuktikan adanya serapan pada bilangan gelombang $1732,1 \text{ cm}^{-1}$ yang dimungkinkan milik C=O dari gugus lakton. Sedangkan Mulia, dkk. (2013) menyatakan bahwa asetogenin dapat dikenali lewat absorbansi dari γ -lakton. Pada penelitiannya yaitu

mengidentifikasi asetogenin dari daun sirsak pada fraksi metanol dan isolat terakhir setelah difraksinasi sebanyak tiga kali, didapatkan serapan gugus C=O dari gugus lakton secara berturut-turut $1750,49\text{ cm}^{-1}$ dan $1750,6\text{ cm}^{-1}$.

Dikuatkan oleh Pradana, dkk. (2015) yang juga menyatakan bahwa asetogenin dapat diidentifikasi melalui gugus lakton yang dimiliki. Berdasarkan analisis spektrofotometer inframerah dari hasil isolat asetogenin murni didapatkan spektrogram sebagai berikut :

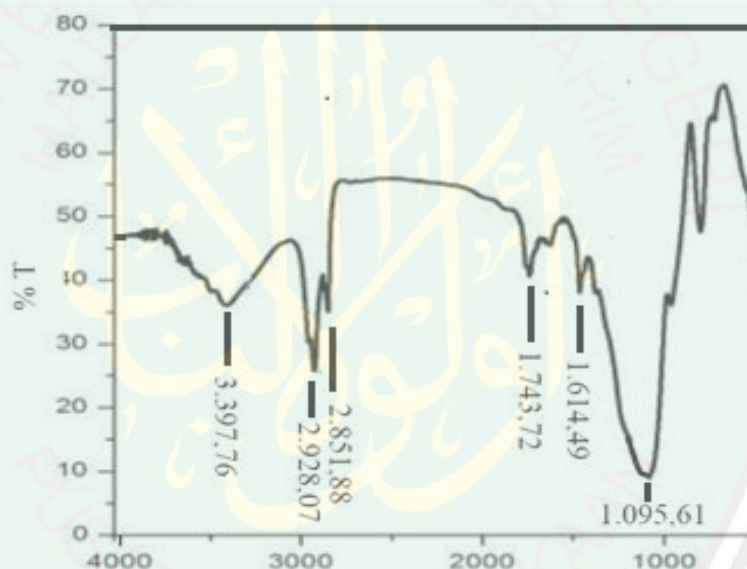


Gambar 2.3 Spektrogram FTIR asetogenin (Pradana, dkk., 2015)

Berdasarkan spektrogram FTIR yang ditunjukkan oleh Gambar 2.3 menunjukkan puncak- puncak vibrasi dengan serapan pada panjang gelombang 3400 cm^{-1} yang merupakan serapan dari vibrasi O-H Alkohol. Serapan C-H alifatik asimetri dan simetri ditunjukkan pada panjang gelombang 2925 cm^{-1} dan 2854 cm^{-1} . Pada serapan 1741 cm^{-1} merupakan serapan dari gugus lakton yang berasal dari gugus C=O yang dimungkinkan dari asetogenin dengan bentuk

serapan tajam dan intensitas kuat. Adanya gugus lakton diperkuat dengan adanya serapan pada 1076 cm^{-1} sebagai C-O dengan bentuk serapan tumpul dan intensitas sedang, dan ikatan rangkap dua C=C di tunjukkan pada serapan 1652 cm^{-1} dengan bentuk serapan tumpul dan intensitas rendah (Pradana, dkk., 2015).

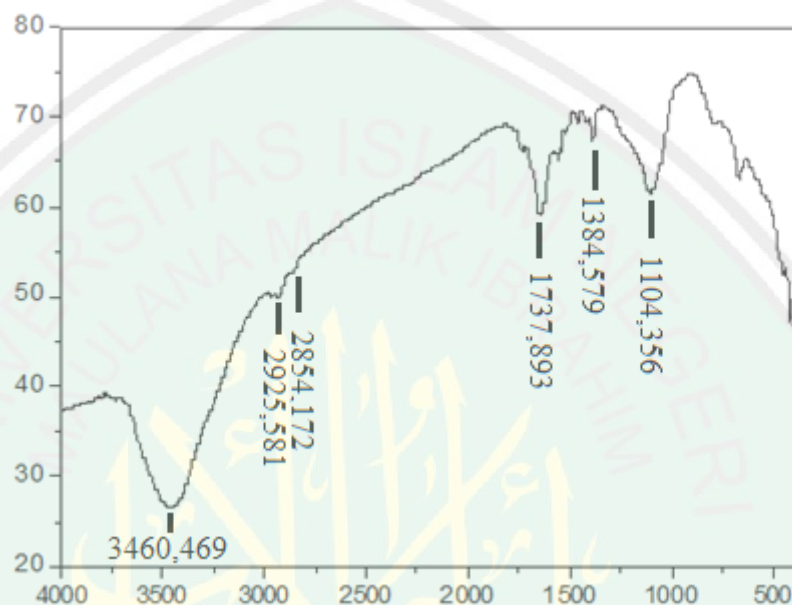
Astirin, dkk. (2015) juga melakukan identifikasi isolat aktif daun sirsak yang diduga sebagai asetogenin menunjukkan adanya serapan C=O lakton dengan bentuk serapan tajam dan intensitas sedang. Spektrogram ditampilkan pada Gambar 2.4.



Gambar 2.4 Spektrogram FTIR asetogenin (Astirin, dkk., 2015)

Berdasarkan spektrogram FTIR yang ditunjukkan oleh Gambar 2.4 menunjukkan puncak-puncak vibrasi dengan serapan pada panjang gelombang $3397,76\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan dari vibrasi O-H Alkohol. Serapan C-H alifatik asimetri dan simetri ditunjukkan pada panjang gelombang $2928,07\text{ cm}^{-1}$ dan $2851,88\text{ cm}^{-1}$. Pada serapan $1743,72\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan dari gugus lakton yang berasal dari gugus C=O yang dimungkinkan dari asetogenin dengan

bentuk serapan tajam dan intensitas kuat. Adanya gugus lakton diperkuat dengan adanya serapan pada $1375,30\text{ cm}^{-1}$ sebagai serapan karboksilat dengan bentuk serapan tumpul dan intensitas kuat, dan ikatan rangkap dua C=C di tunjukkan pada serapan $1614,49\text{ cm}^{-1}$ dengan bentuk serapan tumpul dan intensitas rendah (Astirin, dkk., 2015).



Gambar 2.5 Spektogram isolat fraksi metanol (Mukharomah, 2019)

Berdasarkan spektogram yang ditunjukkan oleh Gambar 2.5 merupakan hasil FTIR isolat asetogenin pada fraksi metanol menunjukkan puncak vibrasi dengan serapan pada panjang gelombang $3460,469\text{ cm}^{-1}$ dengan bentuk melebar merupakan serapan gugus -OH alkohol, $\text{Csp}^3\text{-H}$ tidak simetris pada panjang gelombang $2925,581\text{ cm}^{-1}$ dan $\text{Csp}^3\text{-H}$ simetris pada panjang gelombang $2854,172\text{ cm}^{-1}$. Serapan asetogenin ditunjukkan oleh gugus penyusun lakton. Pada serapan $1737,893\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan C=O lakton. Selain itu pada panjang gelombang $1384,579\text{ cm}^{-1}$ dan $1104,356\text{ cm}^{-1}$ berturut-turut merupakan serapan C=C dan C-O.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan

Percobaan ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analisis jurusan Kimia fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Adapun pelaksanaannya dimulai pada bulan Januari 2019 sampai Agustus 2019.

3.2 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat yang digunakan yaitu ayakan 80 mesh, neraca analitik, alat ekstraksi ultrasonik, seperangkat alat gelas, pipet ukur, bola hisap, kertas saring, corong gelas, bejana pengembang, loyang, oven, pipa kapiler, vortex, lampu UV 254 dan 366 nm dan spektrofotometer FT-IR.

3.2.2 Bahan

Bahan untuk ekstraksi meliputi daun sirsak yang diperoleh dari alam daerah Arjosari, Kota Malang, metanol, etanol, dan etil asetat, plat silika GF₂₅₄, diklorometana, vanilin, asam sulfat, dan asam asetat.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian dilaksanakan dengan metode deskriptif kualitatif. Pertama diambil daun sirsak dan dikeringanginkan kemudian dihaluskan. Selanjutnya diayak dengan ayakan 80 mesh. Serbuk kasar yang diperoleh diekstraksi menggunakan alat ultrasonik dengan variasi pelarut metanol, etanol, dan etil asetat

serta variasi lama ekstraksi 10, 20, dan 30 menit. Frekuensi alat ultrasonik yang digunakan yaitu 42 kHz pada suhu kamar. Hasil ekstraksi yang diperoleh disaring dan filtratnya merupakan ekstrak kasar daun sirsak. Ekstrak kasar daun sirsak dipisahkan menggunakan metode Kromatografi Lapis Tipis (KLT) sehingga diperoleh sejumlah noda dan nilai Rf dari setiap noda. Setelah plat silika dielusi, kemudian disemprot dengan reagen vanillin-asam sulfat serta dipanaskan plat selama 10 menit untuk menampilkan noda senyawa asetogenin. Selanjutnya diidentifikasi gugus fungsi senyawa asetogenin dengan menggunakan instrumen spektrofotometer FTIR dan dilakukan analisis data. Penelitian ini dilakukan dengan pengulangan sebanyak tiga kali.

Rancangan Acak Kelompok (RAK) yang dilakukan pada penelitian ini memiliki dua faktor, yaitu pelarut (S) terdiri dari metanol, etanol dan etil asetat dan lama ekstraksi (T) terdiri dari 10 menit, 20 menit dan 30 menit yang disajikan pada Tabel 3.1 berikut.

Tabel 3.1 Variasi faktor pelarut dan lama ekstraksi ultrasonik

S	T		
	T1	T2	T3
S1	S1T1	S1T2	S1T3
S2	S2T1	S2T2	S2T3
S3	S3T1	S3T2	S3T3

Keterangan :

- S1 : Pelarut metanol
- S2 : Pelarut etanol
- S3 : Pelarut etil asetat
- T1 : Lama ekstraksi 10 menit
- T2 : Lama ekstraksi 20 menit
- T3 : Lama ekstraksi 30 menit

3.4 Tahap Penelitian

Penelitian ini dirancang dengan tahap sebagai berikut

1. Preparasi sampel
2. Ekstraksi senyawa asetogenin dengan ultrasonik
3. Pemisahan senyawa asetogenin dengan kromatografi lapis tipis
4. Identifikasi senyawa asetogenin dengan spektrofotometer FTIR
5. Analisis data

3.5 Cara Kerja

3.5.1 Preparasi Sampel (Handayani, 2016)

Daun sirsak dipetik pada urutan daun ke 3 sampai ke 6 dari pucuk, sebanyak 1 kg dibersihkan dari kotoran dengan dicuci. Daun dipotong kecil-kecil dan dikeringanginkan. Setelah kering daun diblender hingga halus. Serbuk yang didapatkan diayak dengan ayakan 80 mesh. Disimpan dalam kantong plastik.

3.5.2 Ekstraksi Senyawa Asetogenin dengan Ultrasonik

Ekstraksi senyawa asetogenin dilakukan dengan memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan variasi pelarut yaitu metanol, etanol, dan etil asetat serta variasi lama ekstraksi selama 10, 20, dan 30 menit. Ekstraksi dilakukan 3 kali pengulangan setiap perlakuan. 1 gram serbuk dilarutkan ke dalam 10 ml masing-masing pelarut. Rasio bahan : pelarut yang digunakan 1 :10 (Handayani, 2015; Ardianti dan Joni, 2014). Ekstraksi dilakukan dengan ultrasonik frekuensi 42 kHz pada suhu kamar. Ekstrak disaring ke dalam vial bersih. Hasil ekstrak yang diperoleh diduga mengandung asetogenin, disebut ekstrak kasar asetogenin. Pada

tahap ini, dihasilkan 9 jenis ekstrak pada pelarut : lama ekstraksi yaitu metanol 10 menit, metanol 20 menit, metanol 30 menit, etanol 10 menit, etanol 20 menit, etanol 30 menit, etil asetat 10 menit, etil asetat 20 menit, dan etil asetat 30 menit.

3.5.3 Preparasi Plat KLT sebelum digunakan

Plat silika GF₂₅₄ 20 × 20 cm dipotong sesuai kebutuhan. Plat ditandai garis awal dan akhir menggunakan pensil dengan jarak 1 cm dari tepi plat. Plat diaktivasi dalam oven pada suhu 100°C selama 30 menit.

3.5.4 Penjenuhan Eluen

Eluen yang digunakan adalah n-heksana: etil asetat dengan perbandingan 6:4 (Katrin, 2013). 6 mL n-heksana dan 4 mL etil asetat dimasukkan bejana pengembang dan ditutup rapat untuk proses penjenuhan selama 1 jam. Penjenuhan dilakukan sebelum elusi untuk menyamakan tekanan uap pada lingkungan dalam bejana pengembang

3.5.5 Pembuatan Reagen Vanilin - Asam Sulfat

Vanilin 0,5 gram dilarutkan dalam 85 ml metanol, 10 ml asam asetat dan 5 ml asam sulfat. Saat pelarutan, larutan dikondisikan dalam suhu rendah dengan dimasukkan ke dalam *ice bath*.

3.5.6 Optimasi Pemisahan Senyawa Asetogenin Daun Sirsak Dengan Kromatografi Lapis Tipis

Ekstrak kasar asetogenin dengan perlakuan (pelarut dan lama ekstraksi) sama ditotolkan pada plat berukuran 3x10. Selanjutnya plat diletakkan pada bejana pengembang yang berisi eluen yang telah dijenuhkan. Ditutup rapat dan plat dikembangkan hingga eluen telah mencapai tanda batas atas plat dengan

tinggi 8 cm dari posisi toloan ekstrak. Plat didokumentasi sebelum dan sesudah diidentifikasi di bawah lampu UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm. Ditandai spot yang terbentuk dengan pensil. Nilai Rf pada masing-masing spot dihitung kemudian ditentukan rerata dan simpangan bakunya. Hasil dapat diterima jika dihasilkan spot identik pada warna, jumlah, dan perbedaan nilai Rf tidak lebih dari 0,05. Ditentukan pola pemisahan terbaik dari ekstrak kasar asetogenin.

3.5.7 Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Spektrofotometer FTIR (Hayati, dkk., 2010)

Plat 10x10 cm diberi garis dengan jarak 1 cm dari tepi atas dan bawah. Ekstrak hasil terbaik KLTA ditotolkan sepanjang 10 cm lalu dikembangkan dalam bejana pengembang sampai eluen mencapai tanda batas atas. Didokumentasi sebelum dan sesudah disemprot reagen. Dipotong plat hasil elusi 0,5:10 cm untuk mengidentifikasi keberadaan spot asetogenin. Potongan disemprot dengan reagen dan dipanaskan pada suhu 70° selama 5 menit. Spot asetogenin ditandai dengan perubahan warna spot pada UV₃₆₆ dari merah menjadi jingga.

Noda yang diduga senyawa asetogenin hasil pemisahan KLTP dikerok dan dilarutkan dalam pelarut terbaik hasil KLTA. Selanjutnya disentrifuge hingga semua senyawa terlarut ditandai dengan warna silika menjadi putih. Didiamkan hasil sentrifuge agar silika mengendap keseluruhan. Fitrat yang diperoleh diuapkan pelarutnya dengan gas N₂ sehingga terbentuk isolat kering. Isolat dibentuk menjadi pelet dengan mencampurkan isolat bersama KBr dan dianalisis dengan spektrofotometer FTIR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹. Diidentifikasi hasil FTIR senyawa dugaan asetogenin melalui gugus fungsi penyusun senyawa isolat.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu daun sirsak (*Annona muricata Linn.*) sebanyak 500 gram. Preparasi sampel bertujuan untuk mengubah sampel daun menjadi serbuk agar memperbesar luas permukaan. Semakin luas permukaan sampel akan memperbesar kontak antara pelarut dan sampel sehingga proses ekstraksi berlangsung lebih cepat dan maksimal. Pencucian sampel bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang menempel pada daun sirsak. Pengeringan dilakukan agar menghilangkan kadar air sehingga sampel terhindar dari mikroba, proses pengeringan menggunakan keringangin pada suhu ruang agar senyawa yang terkandung dalam daun sirsak tidak rusak. Hasil preparasi sampel didapatkan serbuk berwarna hijau kecoklatan sebanyak 50 gram.

4.2 Ekstraksi Ultrasonik Daun Sirsak

Metode ekstraksi yang digunakan pada penelitian ini yaitu ekstraksi ultrasonik. Perbedaan konsentrasi di dalam dan di luar sel menyebabkan terjadinya proses pelarutan. Pelarut akan menembus dinding sel dan memasuki rongga sel yang mengandung larutan pekat yaitu asetogenin dan senyawa aktif lainnya sehingga akan terdesak keluar sel dan larut dalam pelarut. Proses ini terjadi secara berkelanjutan sampai terjadi kesetimbangan konsentrasi antara larutan di dalam dan di luar sel. Sedangkan, energi gelombang ultrasonik merambat melalui media, yaitu air menyebabkan terbentuk gelembung yang

menghasilkan getaran. Getaran yang timbul akan membuat kontak antara sampel dan pelarut lebih intensif sehingga mempermudah proses pelarutan berlangsung. Hal ini menyebabkan senyawa aktif, khususnya asetogenin pada sampel akan mudah larut dalam pelarut (Ashley, dkk, 2001).

Pelarut yang digunakan pada penelitian ini yaitu metanol, etanol dan etil asetat. Metanol merupakan pelarut polar yang umum digunakan untuk mengekstrak senyawa aktif atau metabolit sekunder yang sebagian besar masih berikatan dengan gula yang bersifat polar. Penelitian terdahulu yang telah dilakukan Kadarani (2015) berhasil memperoleh kadar asetogenin pada buah srikaya dengan pelarut metanol sebesar 32158,9 ppm. Etanol dan etil asetat memiliki kepolaran mendekati asetogenin yaitu semipolar. Sehingga dimungkinkan asetogenin dapat terekstrak lebih dikeduanya. Selain itu Ranisaharivony (2015) melakukan penelitian pada biji sirsak dengan pelarut etanol menghasilkan kadar asetogenin sebesar 4,2%. Serta ekstrak etil asetat menghasilkan hasil positif asetogenin pada uji fitokimia (Katrin, 2013). Sedangkan pengamatan pada lama ekstraksi 10 menit, 20 menit, dan 30 menit bertujuan untuk mengetahui lama ekstraksi yang mampu menghasilkan rendemen terbanyak. Pada tahap ini, dihasilkan 9 jenis ekstrak dengan masing-masing ekstrak terdiri dari tiga pengulangan. Hasil rerata rendemen yang diperoleh ditampilkan pada Tabel 4.1 (perhitungan dapat dilihat pada lampiran 4).

Tabel 4.1 Hasil rerata rendemen ekstrak kasar daun sirsak

Pelarut	Lama Ekstraksi			Rerata
	10 menit	20 menit	30 menit	
Metanol	2,70 %	2,96 %	3,19 %	2,95 %
Etanol	3,03 %	3,39 %	3,09 %	3,17 %
Etil Asetat	1,51 %	1,41 %	1,04 %	1,32 %

Ekstraksi ultrasonik pada penelitian ini dilakukan dengan melarutkan 0,5 gram sampel ke dalam 5 mL masing-masing pelarut dan diekstraksi sesuai variasi lama ekstraksi. Berdasarkan Tabel 4.1, hasil rendemen terbesar berada pada pelarut etanol dengan lama ekstraksi 20 menit yaitu 3,39 %. Hasil rendemen yang diperoleh berbeda dengan penelitian sebelumnya yang dilakukan oleh Mukharomah (2019) yang melakukan ekstraksi maserasi 60 gram sampel ke dalam 400 mL pelarut etanol selama 24 jam dengan pengulangan sebanyak tiga kali yaitu 15,22 %. Perbedaan ini disebabkan penggunaan jumlah pelarut dan lama ekstraksi yang berbeda. Volume pelarut dan lamanya perendaman berbanding lurus dengan rendemen yang diperoleh (Hermawan dan Leksono, 2013). Handayani, dkk. (2014) menyatakan bahwa volume pelarut yang besar akan membuat kontak sampel dan pelarut lebih besar sehingga memudahkan proses pecahnya dinding sel. Senyawa terekstrak lebih banyak dan dihasilkan rendemen yang maksimal. Sedangkan lama waktu ekstraksi menandakan lama waktu kontak antara pelarut dan bahan, semakin lama waktu kontak maka rendemen yang dihasilkan akan bertambah sampai titik jenuh (Diantika, 2014).

Daya melarutkan yang tinggi juga berhubungan dengan kepolaran pelarut dan senyawa yang diekstrak. Hasil rendemen pada Tabel 4.1 menunjukkan bahwa metanol dan etanol memiliki rendemen yang lebih besar dibanding etil asetat. Hal ini disebabkan karena metanol dan etanol memiliki gugus hidroksil yang bersifat polar. Senyawa asetogenin yang mengandung gugus hidroksil akan berikatan hidrogen dengan kedua pelarut tersebut. Selain itu, banyaknya metabolit sekunder pada daun sirsak yang berikatan dengan gugus gula (glikosida) yang bersifat polar juga akan terlarut pada metanol dan etanol. Beberapa aglikon yang ditemukan

dalam daun sirsak yaitu asam fenolat dan asam ferulat dengan glikon berupa glukosa, saponin dengan glikon sapogenin serta flavonoid dengan glikon O-glikosil (Puspitasari, dkk., 2016). Selain itu keduanya juga memiliki gugus alifatik yang dapat melarutkan senyawa non polar sehingga didapatkan rendemen lebih besar. Sedangkan pada pelarut etil asetat memiliki rendemen terendah karena sifat etil asetat semipolar, maka hanya senyawa yang memiliki kepolaran sama yang akan terekstrak ke dalam pelarut ini sesuai prinsip *like dissolve like*, rendahnya rendemen menunjukkan jumlah senyawa yang bersifat semipolar pada daun sirsak memiliki komposisi yang lebih sedikit daripada senyawa yang bersifat polar.

Faktor lain yang mempengaruhi hasil ekstraksi yaitu lama ekstraksi. Hasil rendemen pada pelarut metanol meningkat hingga menit ke-30. Lama waktu ekstraksi berbanding lurus dengan intensitas kontak antara sampel dan pelarut sehingga hasil akan bertambah sampai titik kesetimbangan larutan di dalam dan di luar sel terjadi. Sedangkan pada pelarut etanol rendemen meningkat hingga menit ke-20 dan mengalami penurunan rendemen pada menit ke-30. Diduga pada pelarut etanol, menit ke-20 merupakan lama ekstraksi optimum untuk proses pecahnya dinding sel dan untuk terjadinya kesetimbangan larutan di dalam dan di luar sel sehingga pada menit ke-30 mulai ada kerusakan senyawa yang mempengaruhi turunnya rendemen.

Serta pada pelarut etil asetat, rendemen semakin menurun seiring bertambahnya lama ekstraksi. Diduga penurunan rendemen disebabkan oleh pelarut yang menguap. Energi getaran atau energi gerak yang timbul dari rambatan energi ultrasonik melalui media air mengakibatkan gesekan antarsampel dan antara sampel dengan pelarut sehingga dimungkinkan energi tersebut berubah

menjadi energi panas dan menguapkan pelarut. Rendahnya titik didih etil asetat yaitu 77°C mempermudah penguapan ketika proses ekstraksi serta proses pemisahan ekstrak dengan residu daun sirsak.

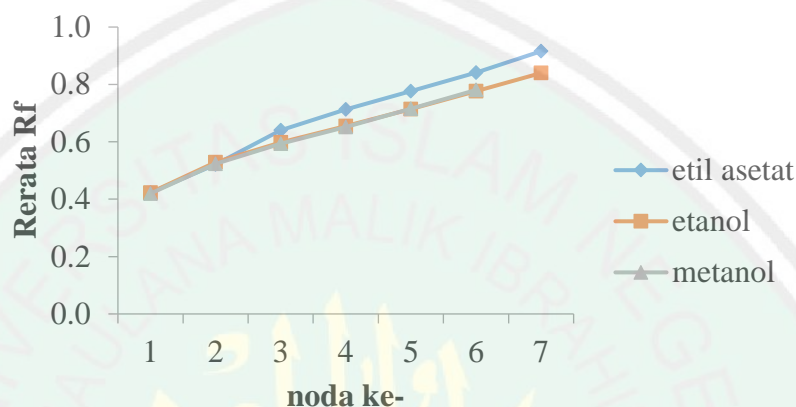
Selanjutnya kesembilan jenis ekstrak tersebut dilakukan optimasi pemisahan dengan menggunakan plat KLT untuk mengetahui ekstrak yang memiliki pola pemisahan terbaik.

4.3 Optimasi Pemisahan Senyawa Asetogenin Daun Sirsak dengan Kromatografi Lapis Tipis

Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui pola pemisahan terbaik dari senyawa yang terdapat dalam ekstrak daun sirsak dengan menggunakan Kromatografi Lapis Tipis (KLT). Parameter pemisahan dalam penelitian ini adalah jumlah noda, intensitas warna, presisi dan resolusi noda pada plat KLT yang diamati dengan lampu UV 366 nm.

Saat penyinaran lampu UV, diperoleh beberapa noda dengan nilai R_f yang berbeda. Noda dengan nilai R_f yang rendah bersifat lebih polar dibanding dengan nilai R_f tinggi sehingga senyawa yang memiliki nilai R_f rendah menandakan koefisien distribusinya besar akibat senyawa tertahan lebih kuat pada fase diam (polar) daripada fase geraknya (non polar). Jadi diasumsikan untuk $C_{stationer} > C_{mobile}$, dan sebaliknya. Komponen suatu senyawa akan terdistribusi dalam kesetimbangan dua fase. Masing-masing senyawa akan terpisah sesuai kemampuannya terhadap dua fase. Eluen atau fase gerak menggunakan campuran n-heksana : etil asetat dengan perbandingan (6:4). Berdasarkan komposisi, n-heksana yang merupakan pelarut nonpolar lebih banyak sehingga eluen cenderung

nonpolar. Asetogenin yang sifatnya semi polar akan berinteraksi dengan kedua fase yaitu fase diam dan fase geraknya, sehingga dimungkinkan senyawa asetogenin akan menghasilkan noda pada bagian tengah plat KLT. Perbandingan hasil pola pemisahan berdasarkan variasi pelarut dapat digambarkan pada Grafik 4.1 berikut



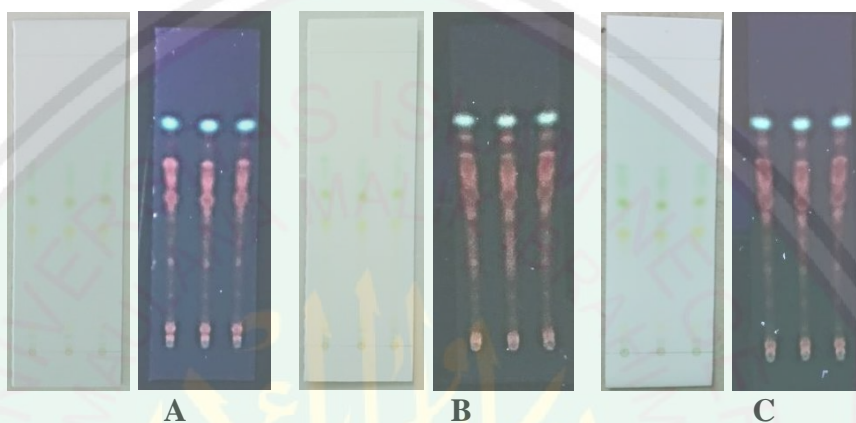
Grafik 4.1 Grafik pengaruh variasi pelarut terhadap nilai rerata Rf

Berdasarkan Grafik 4.1 dapat diketahui bahwa semakin rendah tingkat kepolaran suatu pelarut maka semakin banyak pemisahan yang terjadi dibuktikan dengan semakin banyak noda yang terbentuk. Ekstrak etanol dan etil asetat menghasilkan jumlah noda yang lebih banyak yaitu 7 noda dibanding metanol yaitu 6 noda. Hal ini menunjukkan bahwa banyak senyawa pada daun sirsak memiliki kepolaran mendekati kepolaran etanol dan etil asetat.

Besar nilai Rf sesuai dengan kedekatan kepolaran komponen terhadap kedua fase. Sastrohamidjojo (1996) menyatakan bahwa komponen yang memiliki kepolaran mendekati fasa gerak akan bergerak lebih cepat dari komponen yang memiliki kepolaran mendekati fasa diam. Dari ketiga ekstrak tersebut, ekstrak etil asetat memiliki nilai Rf paling tinggi. Hal ini disebabkan ekstrak etil asetat

memiliki tingkat kepolaran mendekati kepolaran eluen, ekstrak akan lebih terdistribusi pada fasa gerak daripada fasa diam ($C_{mobile} > C_{stationer}$) sehingga R_f yang dihasilkan akan lebih tinggi. Hasil pola pemisahan pada penelitian ini akan dijabarkan lebih lanjut sebagai berikut.

4.3.1 Kromatografi Lapis Tipis pada Ekstrak Kasar Daun Sirsak dengan Pelarut Metanol



Gambar 4.1 Perbandingan hasil pemisahan ekstrak daun sirsak (*Annona muricata* L.) pada sinar tampak dan di bawah lampu UV 366 nm menggunakan pelarut metanol dengan lama ekstraksi 10 menit (A), 20 menit (B), dan 30 menit (C)

Tabel 4.2 Perbandingan intensitas warna ekstrak metanol dengan berbagai variasi lama ekstraksi di bawah lampu UV 366 nm

Noda	Intensitas warna			Warna
	10 Menit	20 Menit	30 Menit	
1	+	+	+	Merah
2	+++	++	++	Merah
3	+++	++	++	Merah
4	+++	++	++	Merah
5	+	++	++	Merah
6	+++	+++	+++	Biru

Keterangan: + = rendah, ++ = sedang, +++ = tinggi

Diketahui berdasarkan Gambar 4.1 dan Tabel 4.2, dari ketiga macam ekstrak yang diuji yaitu ekstrak metanol 10 menit, ekstrak metanol 20 menit, dan ekstrak metanol 30 menit menghasilkan pola pemisahan dengan jumlah noda yang

sama yaitu enam noda (1, 2, 3, 4, 5, dan 6) sehingga diduga senyawa yang terpisah adalah sama. Intensitas noda 2, noda 3, dan 4 pada ekstrak metanol 10 menit tampak lebih tinggi dari kedua ekstrak lain, sedangkan noda 5 intensitasnya tampak lebih rendah. Perbedaan intensitas tersebut dimungkinkan karena perbedaan interaksi radiasi elektromagnetik terhadap materi. Cahaya inframerah yang mengenai molekul senyawa dalam noda akan diserap dan dipantulkan sesuai kemampuan masing-masing noda yang terbentuk sehingga dihasilkan intensitas warna yang berbeda (Wulandari, 2011).

Tabel 4.3 Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut metanol dan eluen n-heksana: etil asetat (6:4)

Lama Ekstraksi (menit)	nomor noda	Rf			Rerata Rf ± SD	Resolusi
		U1	U2	U3		
10 menit	1	0,425	0,412	0,425	0,421 ± 0,007	
	2	0,519	0,512	0,525	0,519 ± 0,006	0,958
	3	0,588	0,581	0,588	0,585 ± 0,004	0,627
	4	0,65	0,638	0,644	0,644 ± 0,006	0,511
	5	0,712	0,706	0,712	0,710 ± 0,004	0,628
	6	0,781	0,781	0,781	0,781 ± 0	0,668
20 menit	1	0,431	0,419	0,419	0,423 ± 0,007	
	2	0,531	0,525	0,531	0,529 ± 0,004	0,739
	3	0,606	0,594	0,600	0,600 ± 0,006	0,481
	4	0,669	0,662	0,662	0,665 ± 0,004	0,448
	5	0,731	0,719	0,725	0,725 ± 0,006	0,439
	6	0,788	0,788	0,788	0,788 ± 0	0,373
30 menit	1	0,412	0,412	0,419	0,415 ± 0,004	
	2	0,525	0,519	0,525	0,523 ± 0,004	0,836
	3	0,594	0,588	0,6	0,594 ± 0,006	0,524
	4	0,65	0,638	0,65	0,646 ± 0,007	0,395
	5	0,719	0,700	0,712	0,710 ± 0,009	0,478
	6	0,775	0,769	0,775	0,773 ± 0,004	0,368

Keterangan : U1=Ulangan 1, U2= Ulangan 2, U3= Ulangan 3,

Lama ekstraksi 10 menit dan 20 menit memiliki nilai rerata Rf pada noda pertama hingga keenam mengalami kenaikan dan penurunan pada menit ke-30.

Hal ini disebabkan proses penotolan masing-masing lama ekstraksi dilakukan pada hari yang berbeda sehingga menyebabkan gangguan yang dapat mempengaruhi sistem yang mengakibatkan Rf yang dihasilkan tidak stabil. Beberapa faktor lingkungan yang dapat mempengaruhi sistem misalnya perubahan suhu udara, cahaya, dan kelembababan (Sastrohamidjojo, 1996).

Presisi antar noda dapat diketahui melalui nilai SD (simpangan baku) Rf noda yang dihasilkan. Presisi semakin baik jika pola garis pita senyawa yang sama antar ekstrak yang terlihat mendekati garis lurus. Syarat dapat diterimanya SD Rf kurang dari 0,02 (Reich dan Schibli, 2006). Berdasarkan Tabel 4.3 diperoleh nilai SD Rf antar ulangan antara 0,004 – 0,009. Sedangkan nilai presisi antar lama ekstraksi didapatkan antara 0,004 – 0,011 (Lampiran 4). Dapat disimpulkan bahwa noda pemisahan yang dihasilkan telah memenuhi syarat presisi.

Selain nilai Rf, pola pemisahan terbaik juga bisa dilihat dari nilai resolusi. Berdasarkan Tabel 4.3, dapat diketahui bahwa ekstrak metanol 10 menit memiliki nilai resolusi lebih tinggi dibanding ekstrak metanol 20 menit dan 30 menit. Hal tersebut juga dibuktikan oleh rerata resolusi pola pemisahan hasil KLT pelarut metanol pada variasi lama ekstraksi 10 menit yaitu 0,678 yang lebih besar dari rerata resolusi ekstrak metanol 20 menit dan 30 menit secara berturut-turut sebesar 0,496 dan 0,520 (Lampiran 7).

Perbedaan nilai resolusi disebabkan faktor lingkungan karena setiap lama ekstraksi dilakukan pada hari yang berbeda dan faktor proses penotolan yang tidak sama karena diameter berbanding lurus dengan nilai resolusi. Semakin besar diameter maka semakin kecil nilai resolusi. Sehingga dapat disimpulkan bahwa

ekstrak pelarut metanol pada lama ekstraksi 10 menit menghasilkan pemisahan yang lebih baik dibanding ekstrak pelarut metanol 20 menit dan 30 menit. Secara teoritis pemisahan dua komponen senyawa dapat dijelaskan melalui resolusi antara noda pada kromatogram, yang dapat diperoleh dengan membandingkan jarak antar noda dengan lebar masing-masing noda. Jarak antar noda dihitung dari titik tengah masing-masing noda. Jika diilustrasikan sebagai berikut.



$$\text{Resolusi} = \frac{d}{(W_1+W_2)\sqrt{2}}$$

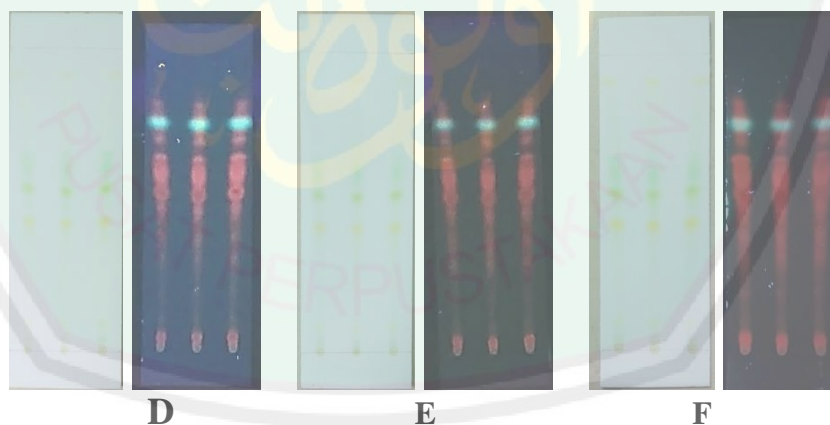
Keterangan :

d = jarak antar noda 1 dan 2

W1 = diameter noda 1

W2 = diameter noda 2

4.3.2 Kromatografi Lapis Tipis pada Ekstrak Kasar Daun Sirsak dengan Pelarut Etanol



Gambar 4.2 Perbandingan hasil pemisahan ekstrak daun sirsak (*Annona muricata* L.) pada sinar tampak dan di bawah lampu UV 366 nm menggunakan pelarut etanol dengan lama ekstraksi 10 menit (D), 20 menit (E), dan 30 menit (F)

Tabel 4.4 Perbandingan intensitas warna ekstrak etanol dengan berbagai variasi lama ekstraksi di bawah lampu UV 366 nm

Noda	Intensitas warna			Warna
	10 Menit	20 Menit	30 Menit	
1	+	+	+	Merah
2	+++	+++	+++	Merah
3	+++	+++	+++	Merah
4	+++	++	++	Merah
5	+++	++	++	Merah
6	+++	+++	+++	Biru
7	+++	+++	+++	Merah

Keterangan: + = rendah, ++ = sedang, +++ = tinggi

Hasil pemisahan KLT ekstrak kasar daun sirsak dengan pelarut etanol berupa gambar KLT, intensitas warna, nilai Rf dan resolusi disajikan dalam Gambar 4.2, Tabel 4.4, dan Tabel 4.5. Berdasarkan hasil penelitian pada ekstrak etanol 10 menit, ekstrak etanol 20 menit, dan ekstrak etanol 30 menit menghasilkan jumlah noda yang sama yaitu tujuh noda (1,2,3,4,5,6, dan 7), sehingga diduga senyawa yang berhasil terpisah adalah sama. Berdasarkan Tabel 4.4, intensitas warna noda 1,2,3,6, dan 7 tampak sama, namun kejelasan noda 2 dan 3 pada pelarut metanol 30 menit tampak lebih rendah. Intensitas dan kejelasan noda 4, dan noda 5 pada ekstrak etanol 10 menit tampak lebih tinggi dari kedua ekstrak lain. Perbedaan kemampuan interaksi noda senyawa terhadap radiasi elektromagnetik (REM) dimungkinkan sebagai penyebab perbedaan intensitas noda. REM berupa sinar UV yang dipancarkan mengenai molekul senyawa pada noda, sehingga cahaya akan diserap dan elektron akan tereksitasi dari keadaan dasar menuju keadaan tereksitasi kemudian kembali menuju keadaan dasar dengan memancarkan emisi energi yang berbeda-beda (Wulandari, 2011).

Tabel 4.5 Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut etanol dan eluen n-heksana : etil asetat (6:4)

Lama Ekstraksi	nomor noda	Rf			Rerata Rf \pm SD	Resolusi
		U1	U2	U3		

(menit)						
10 menit	1	0,425	0,425	0,425	0,425 ± 0	0,987
	2	0,538	0,531	0,538	0,535 ± 0,004	0,560
	3	0,606	0,606	0,606	0,606 ± 0	0,442
	4	0,662	0,656	0,656	0,658 ± 0,004	0,490
	5	0,719	0,712	0,712	0,715 ± 0,004	0,458
	6	0,775	0,775	0,775	0,775 ± 0	0,510
	7	0,844	0,838	0,838	0,840 ± 0,004	
20 menit	1	0,425	0,425	0,425	0,425 ± 0	0,808
	2	0,525	0,525	0,525	0,525 ± 0	0,606
	3	0,6	0,6	0,6	0,6 ± 0	0,471
	4	0,656	0,65	0,656	0,654 ± 0,004	0,589
	5	0,719	0,712	0,719	0,717 ± 0,004	0,487
	6	0,781	0,781	0,781	0,781 ± 0	0,442
	7	0,844	0,844	0,844	0,844 ± 0	
30 menit	1	0,419	0,419	0,419	0,419 ± 0	0,859
	2	0,525	0,525	0,525	0,525 ± 0	0,471
	3	0,588	0,588	0,588	0,588 ± 0	0,471
	4	0,65	0,65	0,65	0,65 ± 0	0,505
	5	0,712	0,712	0,712	0,712 ± 0	0,442
	6	0,775	0,775	0,775	0,775 ± 0	0,427
	7	0,838	0,831	0,838	0,835 ± 0,004	

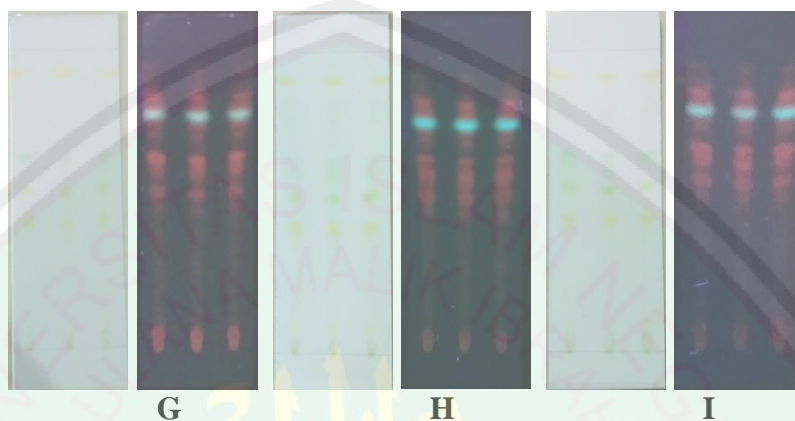
Keterangan : U1=Ulangan 1, U2= Ulangan 2, U3= Ulangan 3

Presisi noda dapat diketahui melalui SD nilai Rf noda yang dihasilkan. Berdasarkan Tabel 4.5 diperoleh nilai SD Rf antar ulangan adalah 0 – 0,004 dan antar lama ekstraksi antara 0,002 – 0,010 (Lampiran 4). Reich dan Schibli (2006) menyatakan apabila nilai SD kurang dari 0,02 maka kepresisian suatu noda dapat diterima, sehingga hasil presisi dari hasil penelitian dapat diterima.

Berdasarkan Tabel 4.5, nilai resolusi tertinggi diperoleh pada ekstrak etanol 10 menit. Sedangkan rerata resolusi pola pemisahan hasil KLT berdasarkan variasi lama ekstraksi ekstrak etanol 10 menit, 20 menit, dan 30 menit berturut-turut sebesar 0,574; 0,567; dan 0,529 (Lampiran 7). Perbedaan nilai resolusi disebabkan faktor lingkungan karena setiap variasi lama ekstraksi dilakukan pada hari yang berbeda dan faktor proses penotolan yang tidak sama. Semakin besar

nilai resolusi maka semakin baik pola pemisahannya. Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa ekstrak etanol pada lama ekstraksi 10 menit menghasilkan pemisahan yang lebih baik dibanding dari lama ekstraksi 20 menit dan 30 menit.

4.3.3 Kromatografi Lapis Tipis pada Ekstrak Kasar Daun Sirsak dengan Pelarut Etil Asetat



Gambar 4.3 Perbandingan hasil pemisahan ekstrak daun sirsak (*Annona muricata* L.) pada sinar tampak dan di bawah lampu UV 366 nm menggunakan pelarut etil asetat dengan lama ekstraksi 10 menit (G), 20 menit (H), dan 30 menit (I)

Tabel 4.6 Perbandingan intensitas warna ekstrak etil asetat dengan berbagai variasi lama ekstraksi di bawah lampu UV 366 nm

Noda	Intensitas warna			Warna
	10 Menit	20 Menit	30 Menit	
1	+	+	+	Merah
2	+++	+++	+++	Merah
3	++	+++	++	Merah
4	+++	++	+++	Merah
5	++	++	++	Merah
6	+++	+++	+++	Biru
7	+++	+++	+++	Merah

Keterangan: + = rendah, ++ = sedang, +++ = tinggi

Diketahui berdasarkan Gambar 4.3 dan Tabel 4.6, pola pemisahan dari ketiga macam ekstrak yang diuji yaitu ekstrak etil asetat 10 menit, ekstrak etil asetat 20 menit, dan ekstrak etil asetat 30 menit menghasilkan kromatogram

dengan jumlah noda yang sama yaitu tujuh noda sehingga diduga senyawa yang terpisah adalah sama. Intensitas warna 1,2,5,6, dan 7 tampak sama. Intensitas noda 3 ekstrak etil asetat 10 menit dan intensitas noda 4 ekstrak etil asetat 20 tampak lebih rendah dari ekstrak lain akibat perbedaan kemampuan interaksi noda senyawa terhadap REM (Wulandari, 2011).

Tabel 4.7 Hasil ekstraksi ultrasonik dengan pelarut etil asetat dan eluen n-heksana: etil asetat (6:4)

Lama Ekstraksi (menit)	nomor noda	Rf			Rerata Rf ± SD	Rerata
		U1	U2	U3		
10 menit	1	0,419	0,419	0,419	0,419± 0	
	2	0,519	0,519	0,519	0,519± 0	0,943
	3	0,631	0,631	0,638	0,633 ± 0,004	0,720
	4	0,712	0,712	0,712	0,712 ± 0	0,471
	5	0,775	0,775	0,775	0,775 ± 0	0,337
	6	0,838	0,844	0,844	0,842 ± 0,004	0,377
	7	0,919	0,919	0,919	0,919± 0	0,484
20 menit	1	0,419	0,411	0,411	0,414± 0,004	
	2	0,519	0,513	0,506	0,513 ± 0,006	0,836
	3	0,638	0,646	0,633	0,639 ± 0,006	0,801
	4	0,712	0,709	0,709	0,710 ± 0,002	0,464
	5	0,775	0,766	0,766	0,769 ± 0,005	0,336
	6	0,844	0,835	0,835	0,838 ± 0,005	0,365
	7	0,919	0,905	0,905	0,910 ± 0,008	0,416
30 menit	1	0,440	0,434	0,434	0,436 ± 0,004	
	2	0,528	0,528	0,534	0,530 ± 0,004	0,550
	3	0,654	0,648	0,648	0,650 ± 0,004	0,577
	4	0,717	0,717	0,717	0,717 ± 0	0,377
	5	0,786	0,780	0,786	0,784 ± 0,004	0,343
	6	0,843	0,843	0,843	0,843 ± 0	0,254
	7	0,918	0,918	0,918	0,918 ± 0	0,386

Keterangan : U1=Ulangan 1, U2= Ulangan 2, U3= Ulangan 3

Presisi noda dapat diketahui melalui SD nilai Rf noda yang dihasilkan.

Berdasarkan Tabel 4.7 dan Lampiran 4 diperoleh nilai SD Rf antar ulangan adalah

0 – 0,008 dan nilai SD Rf antar lama ekstraksi adalah 0,002 – 0,012. Reich dan Schibli (2006) menyatakan apabila nilai SD kurang dari 0,02 maka kepresisian suatu noda dapat diterima, sehingga hasil presisi dari hasil penelitian dapat diterima.

Berdasarkan Tabel 4.7, nilai resolusi tertinggi diperoleh pada ekstrak etanol 10 menit. Sedangkan rerata resolusi pola pemisahan hasil KLT berdasarkan variasi lama ekstraksi ekstrak etil asetat 10 menit, 20 menit, dan 30 menit berturut-turut sebesar 0,555; 0,525; dan 0,414 (Lampiran 7). Perbedaan nilai resolusi disebabkan faktor lingkungan karena setiap variasi lama ekstraksi dilakukan pada hari yang berbeda dan faktor proses penotolan yang tidak sama. Semakin besar nilai resolusi maka semakin baik pola pemisahannya. Sehingga dapat disimpulkan bahwa ekstrak pelarut etil asetat pada lama ekstraksi 10 menit menghasilkan pemisahan yang lebih baik dibanding ekstrak pelarut etanol 20 menit dan 30 menit.

4.3.4 Perbandingan Hasil Terbaik Antar Pelarut

Berdasarkan uraian pada sub bab 4.3.1, 4.3.2, dan 4.3.3, hasil terbaik pada masing-masing pelarut disajikan pada Tabel 4.8 berikut.

Tabel 4.8 Perbandingan parameter antar hasil terbaik berbagai pelarut

Parameter	Ekstrak		
	Metanol 10 menit	Etanol 10 menit	Etil Asetat 10 menit
Jumlah noda	6 Noda	7 Noda	7 Noda
SD Rf antar ulangan	0-0,007	0-0,004	0-0,004
Resolusi	0,678	0,574	0,555

Berdasarkan Tabel 4.8, jika dibandingkan hasil terbaik antar pelarut, ekstrak metanol 10 menit menghasilkan jumlah noda yang lebih sedikit

dibandingkan ekstrak etanol 10 menit dan ekstrak etil asetat 10 menit, sehingga dapat disimpulkan metanol kurang baik pola pemisahannya. Pemisahan yang baik yaitu pemisahan yang menghasilkan noda dengan jumlah banyak. Jumlah noda menunjukkan banyaknya senyawa yang berhasil diekstrak dan dipisahkan.

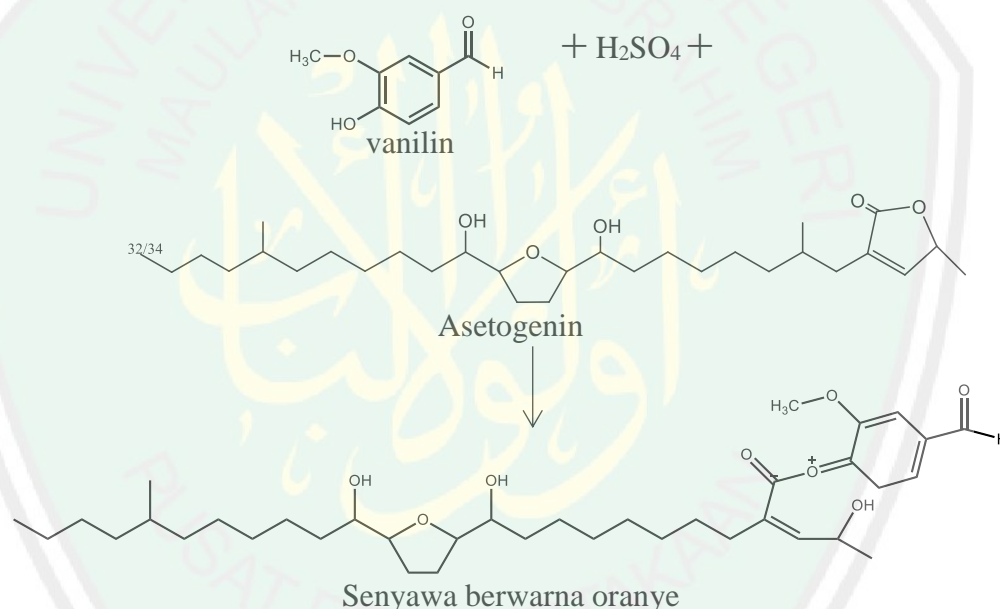
Rentang SD Rf metanol 10 menit, etanol 10 menit, dan etil asetat 10 menit secara berturut yaitu 0 – 0,007; 0 – 0,004; dan 0 – 0,004 (Lampiran 6). Rentang nilai SD Rf antar ulangan etanol dan etil asetat 10 menit lebih rendah dibandingkan ekstrak metanol dan etil asetat. Semakin rendah nilai SD maka presisi noda semakin baik karena pola garis senyawa yang terbentuk mendekati garis lurus. Sedangkan resolusi ekstrak metanol 10 menit, ekstrak etanol 10 menit, dan ekstrak etil asetat 10 menit secara berturut-turut 0,678; 0,574; dan 0,555. Resolusi ekstrak metanol lebih besar dibandingkan kedua ekstrak lainnya. Semakin besar resolusi yang dihasilkan maka semakin baik suatu pemisahan. Oleh karena perbandingan beberapa parameter tersebut, dapat disimpulkan ekstrak yang memiliki pemisahan terbaik yaitu ekstrak etanol 10 menit. Selanjutnya ketiga ekstrak tersebut diidentifikasi gugus penyusun asetogenin dengan menggunakan FTIR.

4.4 Identifikasi Senyawa Asetogenin

Proses identifikasi senyawa asetogenin dilakukan dalam dua tahap, identifikasi awal dengan reagen vanilin-asam sulfat. Noda yang mengindikasikan asetogenin ditandai dengan perubahan warna. Kemudian dilanjutkan pada uji kedua yaitu identifikasi menggunakan FTIR

4.4.1 Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Reagen Vanilin - Asam Sulfat

Masing-masing ekstrak hasil terbaik pada proses KLT berdasarkan variasi pelarut yaitu ekstrak metanol 10 menit, ekstrak etanol 10 menit, dan ekstrak etil asetat 10 menit yang telah dielusi, dilakukan penyemprotan reagen yang bertujuan untuk mengetahui gugus dugaan noda asetogenin. Saat reagen disemprotkan dan dipanaskan maka akan terjadi perubahan warna noda jika diamati di bawah lampu UV₃₆₆. Perubahan warna terjadi dari warna merah yang memiliki panjang gelombang lebih besar yaitu 470-500 nm menjadi warna oranye dengan panjang gelombang lebih kecil yaitu 440-470 nm atau mengalami pergeseran hipsokromik. Dugaan reaksinya ditunjukkan pada Gambar 4.4.

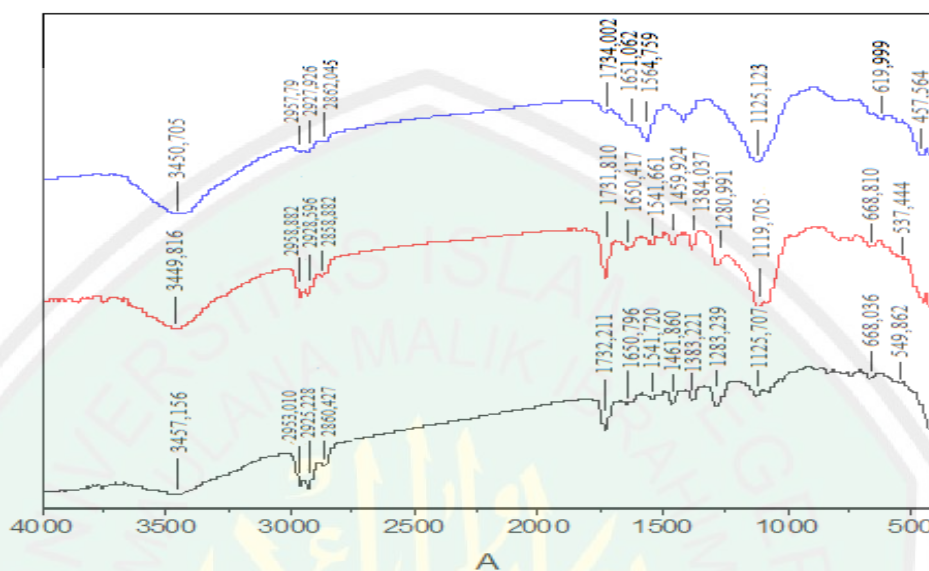


Gambar 4.4 Dugaan reaksi asetogenin dan reagen vanilin-asam sulfat

Diperoleh satu noda dugaan asetogenin yang telah diisolasi pada setiap ekstrak metanol, etanol dan etil asetat dengan nilai Rf secara berturut-turut 0,46; 0,56; dan 0,53 (Lampiran 8) yang disebut sebagai isolat. Isolat dikeringkan dan dideteksi lebih lanjut dengan menggunakan spektrofotometer FTIR.

4.4.2 Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Spektrofotometer FTIR

Asetogenin memiliki ciri khas berupa gugus lakton pada salah satu ujungnya sehingga identifikasi dengan spektrofotometer FTIR dapat membantu. Hasil spektrofotometer FTIR ditampilkan pada Gambar 4.5 berikut.



Gambar 4.5 Spektrogram hasil FTIR isolat dugaan asetogenin masing-masing pelarut

Tabel 4.9 Interpretasi isolat dugaan asetogenin

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹)					
Socrates (1994)	Intensitas Socrates (1994)	Isolat metanol 10 menit	Isolat etanol 10 menit	Isolat etil aasetat 10 menit	Jenis Vibrasi
4000-3200	s	3450,706	3449,816	3457,156	OH <i>stretching</i>
2975-2950	m-s	2957,79	2958,882	2953,01	CH ₃ <i>stretching asym</i>
2930-2920	m-s	2927,926	2928,596	2925,228	CH ₃ <i>stretching sym</i>
2870-2840	m	2862,045	2858,882	2860,427	CH ₂ <i>stretching sym acyclic</i>
1745-1730	s	1734,002	1731,81	1732,133	C=O <i>stretching lacton</i>
1680-1620	w	-	1650,417	1650,796	C=C <i>stretching</i>
1600-1450	w	1564,759	1541,661	1541,72	C=C <i>stretching</i>
1480-1440	m	-	1459,924	1461,86	CH ₂ <i>scissoring</i>
1370-1160	s	-	1384,037	1383,221	C-O <i>stretching lacton</i>
1325-1275	m	-	1280,991	1283,239	CH ₂ <i>twisting</i>
1125-1085	s	1125,123	1119,705	1125,707	C-O <i>stretching secondary alcohol</i>
760-400	w	619,999	668,81	668,036	C-O <i>rocking</i>
600-420	m	457,546	537,444	549,862	C-H <i>out of plane ring bending</i>

Keterangan: w, *weak*; m, *medium*; s, *strong*

Berdasarkan hasil spektra yang ditunjukkan oleh Gambar 4.5, isolat pada pelarut metanol dengan lama ekstraksi 10 menit menghasilkan serapan pada $3450,706\text{ cm}^{-1}$ dengan bentuk melebar menunjukkan serapan gugus O-H *stretching*, O-H alkohol memiliki ciri khas serapan melebar pada $3500\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$. Serapan khas lainnya terdapat pada $2957,790$ dan $2927,926\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya serapan C-H asimetris dan simetris yang merupakan vibrasi rantai C-H sp^3 . Serapan $1734,002\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan dari gugus lakton, serapan khas pada area tersebut berasal dari gugus C=O *stretching* lakton yang diduga berupa lakton dari asetogenin. Hal ini di perkuat dengan adanya serapan C=C pada $1564,759\text{ cm}^{-1}$ dimana lakton memiliki ikatan rangkap dua dengan serapan berada pada daerah $1600\text{-}1450\text{ cm}^{-1}$. Selain itu adanya alkohol sekunder pada struktur asetogenin ditandai adanya serapan C-O pada $1125,123\text{ cm}^{-1}$.

Sedangkan isolat pada pelarut etanol dengan lama ekstraksi 10 menit menghasilkan serapan pada $3449,816\text{ cm}^{-1}$ dengan bentuk melebar menunjukkan adanya serapan gugus O-H *stretching*. Serapan khas lainnya terdapat pada $2958,882\text{ cm}^{-1}$ dan $2928,596\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya serapan C-H asimetris dan simetris yang merupakan vibrasi rantai C-H sp^3 . Adanya serapan pada 2858 cm^{-1} merupakan serapan CH_2 simetris asiklik. Adanya senyawa lakton ditunjukkan oleh serapan pada $1731,810\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan serapan C=O *stretching* lakton asetogenin. Diperkuat dengan adanya serapan C=C pada $1650,417\text{ cm}^{-1}$ dan $1541,661\text{ cm}^{-1}$. Serapan $1459,924\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan CH_2 *scissoring*. Selain itu juga adanya serapan *stretching* ikatan C-O pada lakton berada pada serapan $1384,037\text{ cm}^{-1}$ dan serapan CH_2 *twisting* pada panjang

gelombang $1280,991\text{ cm}^{-1}$. Adanya alkohol sekunder ditandai dengan serapan C-O pada $1119,705$. Serapan $668,810\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan C-O *rocking*, sedangkan serapan pada $537,444$ merupakan serapan cincin C-H pada daerah *out of plane*.

Sedangkan isolat pada pelarut etil asetat dengan lama ekstraksi 10 menit menghasilkan serapan pada $3457,156\text{ cm}^{-1}$ dengan bentuk melebar menunjukkan adanya serapan gugus O-H *stretching*. Serapan khas lainnya terdapat pada $2953,010\text{ cm}^{-1}$ dan $2925,228\text{ cm}^{-1}$ yang menunjukkan adanya serapan C-H yaitu vibrasi rantai C-H sp^3 . Adanya serapan pada $2860,427\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan CH_2 simetris. Pada serapan $1732,211\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan serapan dari C=O *stretching* lakton, yang diperkuat dengan adanya serapan C=C pada $1650,796\text{ cm}^{-1}$ dan $1541,720\text{ cm}^{-1}$. Serapan $1461,860\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan CH_2 *scissoring*. Selain itu juga adanya serapan *stretching* ikatan C-O pada panjang gelombang $1383,221\text{ cm}^{-1}$ dan serapan CH_2 *twisting* pada $1283,239\text{ cm}^{-1}$. Adanya alkohol sekunder ditandai oleh serapan C-O pada $1125,707\text{ cm}^{-1}$. Serapan $668,036\text{ cm}^{-1}$ diduga merupakan serapan C-O *rocking*, sedangkan serapan pada $549,862\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan cincin C-H pada daerah *out of plane*. Hasil terbaik ditunjukkan oleh isolat pada pelarut etanol dengan lama ekstraksi 10 menit karena memiliki intensitas serapan pada spektrum IR lebih tajam daripada kedua isolat yang lain.

4.5 Integrasi Hasil Penelitian dengan al-Qur'an

Hasil penelitian pemisahan KLT ekstrak kasar daun sirsak dengan variasi pelarut metanol, etanol dan etil asetat serta lama ekstraksi 10 menit, 20 menit, dan 30 menit menghasilkan pola dan jumlah noda yang sama sehingga diduga senyawa yang berhasil terpisah adalah sama dan presisi. Presisi noda dapat diketahui melalui simpangan baku atau *Standart Deviation* (SD) nilai Rf noda yang dihasilkan. Didapatkan nilai SD Rf hasil penelitian adalah 0 - 0,011. Reich dan Schibli (2006) menyatakan apabila nilai SD kurang dari 0,02 maka kepresisian suatu noda dapat diterima, sehingga hasil presisi dari hasil penelitian dapat diterima.

Presisi merupakan derajat kepastian hasil suatu pengukuran yang dapat menunjukkan seberapa dekat hasil pengukuran satu dengan yang lain. Al-Qur'an telah menerangkan mengenai presisi suatu peristiwa pada QS. Yasiin ayat 40, Allah berfirman,

لَا الشَّمْسُ يَنْبَغِي لَهَا أَنْ تُدْرِكَ الْقَمَرَ وَلَا اللَّيْلُ سَابِقُ النَّهَارِ وَكُلٌّ فِي فَلَكٍ يَسْبَحُونَ ﴿٤٠﴾

Artinya : *“Tidaklah mungkin bagi matahari mendapatkan bulan dan malam pun tidak mendahului siang. Dan masing-masing beredar pada garis edarnya.”*

Menurut tafsir Ibnu Katsir pada kalimat yang artinya “dan masing-masing beredar pada garis edarnya” dijabarkan bahwa segala sesuatu tidak akan terjadi kecuali pada waktu (kondisi) yang telah Allah tentukan. Sedangkan menurut tafsir Quraisy Shihab, ayat tersebut menunjukkan bahwa betapa takdir Allah sangat presisi (teliti) dan konsisten. Berdasarkan kedua tafsir tersebut menandakan

bahwa segala sesuatu tidak akan mencapai kepresisiannya kecuali pada kondisi yang tepat sebagaimana matahari tidak akan berjalan pada orbital bulan. Demikian pula senyawa analit pada proses pemisahan yang dilakukan secara KLT dapat memperoleh kepresisian terbaik pada kondisi yang tepat.

Salah satu senyawa dari pemisahan KLT ekstrak daun sirsak sebagai fokus penelitian ini yaitu senyawa asetogenin. Asetogenin bermanfaat sebagai sebagai antikanker, antibakteri, antioksidan dan antitumor (Alali, 1990; Ranisaharivony, 2016). Penciptaan tumbuhan sirsak membuktikan bahwa Allah Maha Pemurah telah menciptakan obat atas sakit yang diderita manusia akibat perbuatannya sendiri. Dalam al-Qur'an surat Ali-'Imron ayat 191, Allah berfirman :

الَّذِينَ يَذْكُرُونَ اللَّهَ قِيَامًا وَقُعُودًا وَعَلَىٰ جُنُوبِهِمْ وَيَتَفَكَّرُونَ فِي خَلْقِ السَّمَاوَاتِ وَالْأَرْضِ رَبَّنَا مَا خَلَقْتَ هَذَا بَاطِلًا سُبْحَانَكَ فَقِنَا عَذَابَ النَّارِ ﴿١٩١﴾

Artinya: “(Ulul Albab yaitu) orang-orang yang mengingat Allah sambil berdiri dan duduk atau dalam keadaan berbaring dan mereka memikirkan tentang penciptaan langit dan bumi (seraya berkata): Ya Tuhan kami, tiadalah Engkau menciptakan ini dengan sia-sia, Maha Suci Engkau, maka pelihara kami dari siksa neraka.”

Berdasarkan ayat tersebut, sebagai generasi ulul albab hendaknya kita memupuk rasa ingin tahu atas kebesaran ilmu Allah. Menjadi hamba-Nya yang senantiasa berfikir bahwa segala sesuatu yang Allah ciptakan tidaklah sia-sia. Berfikir dengan melakukan penelitian dan pengembangan ilmu pengetahuan sehingga diperoleh pengetahuan baru seperti daun sirsak yang telah banyak diteliti memiliki peran penting dibidang kesehatan.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

1. Hasil pemisahan dengan kromatografi lapis tipis pada ekstrak daun sirsak (*Annona muricata Linn*) berdasarkan jenis pelarut dan lama ekstraksi menghasilkan pola pemisahan senyawa asetogenin terbaik pada pelarut etanol dengan lama ekstraksi 10 menit.
2. Hasil identifikasi FTIR isolat dari ekstrak daun sirsak (*Annona muricata Linn*) menghasilkan serapan gugus fungsi OH, CH₃, CH₂, C=O lakton, C=C dan C-O yang sesuai dengan serapan asetogenin.

5.2 Saran

1. Perlu dilakukan optimasi suhu ekstraksi agar diperoleh rendemen lebih maksimal.
2. Perlu dilakukan identifikasi intensitas warna dengan menggunakan KLT *scanner* agar memperoleh data 3D sehingga dihasilkan pembacaan warna lebih akurat.

DAFTAR PUSTAKA

- Adila, H.S. 2012. Pengaruh Jenis Kunyit dan Lama Waktu Ultrasonik Terhadap Aktivitas Antioksidan Dan Antibakteri Fraksi Larut Heksan Dalam Ekstrak Metanol Kunyit (*Curcuma*). *Skripsi*. Universitas Brawijaya. Malang)
- Alali, F. K. 1998. *Phytochemistry*. New York: vol 49, No.2, pp 565-571
- Ardianti, Anik dan Joni Kusnadi. 2014. Ekstraksi Antibakteri Dari Daun Berenuk (*Crescentia cujete* Linn.) Menggunakan Metode Ultrasonik. *Jurnal Pangan dan Agroindustri Vol.2 No.2* p.28-35
- Ashley, K, R. N. Andrews, L. Cavazos and M. Demange. 2001. Ultrasonic Extraction as a Sample Preparation Technique for Elemental Analysis by Atomic Spectrometry,” *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, Issue 12 Vol. 16, pp. 1147-1153.
- Astirin, Okid Parama, Mira Hartati, Inayah, Anif Nur Artanti, Adi Prayitno, dan Vector Dewangga. 2015. Uji Isolat Aktif Daun Sirsak (*Annona muricata* L.) Terhadap Sel Hela Dan Karakterisasinya. *Seminar Nasional Sains & Teknologi VI*. Lembaga Penelitian dan Pengabdian Universitas Lampung
- Chang, Raymond. 1998. *Chemistry Fifth Edition*. New York. McGraw-Hill
- Diantika, F, Sutan SM, Yulianingsih R. 2004. Pengaruh Lama Ekstraksi dan Konsentrasi Pelarut Etanol Terhadap Ekstraksi Antioksidan Biji Kakao (*Theobroma cacao* L.). *Jurnal Teknologi Pertanian*. Vol. 13, No. 3 : hal 159-164
- Febriani, Diana, Diana Mulyanti dan Endah Rismawati. 2015. Karakterisasi Simplisia dan Ekstrak Etanol Daun Sirsak (*Annona muricata* Linn). *Prosiding Penelitian SPeSIA Unisba*. ISSN 2460-6472
- Fuadi, A. 2012. Ultrasonik Sebagai Alat Bantu Ekstraksi Oleosin Jahe. Lhoksumawe: *Jurnal Teknologi*, Vol 12 No. 1
- Gorman, J.S.T. 2006. *Transition Metal-Mediated Cyclization and Synthesis of Annonaceous Acetogenins Analog*. Doctor of Philosophy, University of Texas
- Gritter, R. J., J. M. Bobbit, and A. E. Schwarting. 1991. *Pengantar Kromatografi. Terjemahan Kosasih Padmawinata*. Bandung: Penerbit ITB.
- Handayani, Hana, Feronika Heppy Sriherfyna dan Yunianta. 2016. Ekstraksi Antioksidan daun Sirsak Metode Ultrasonik Bath (Kajian Rasio Bahan : Pelarut dan Lama Ekstraksi). *Jurnal Pangan dan Agroindustri* Vol 4(1)

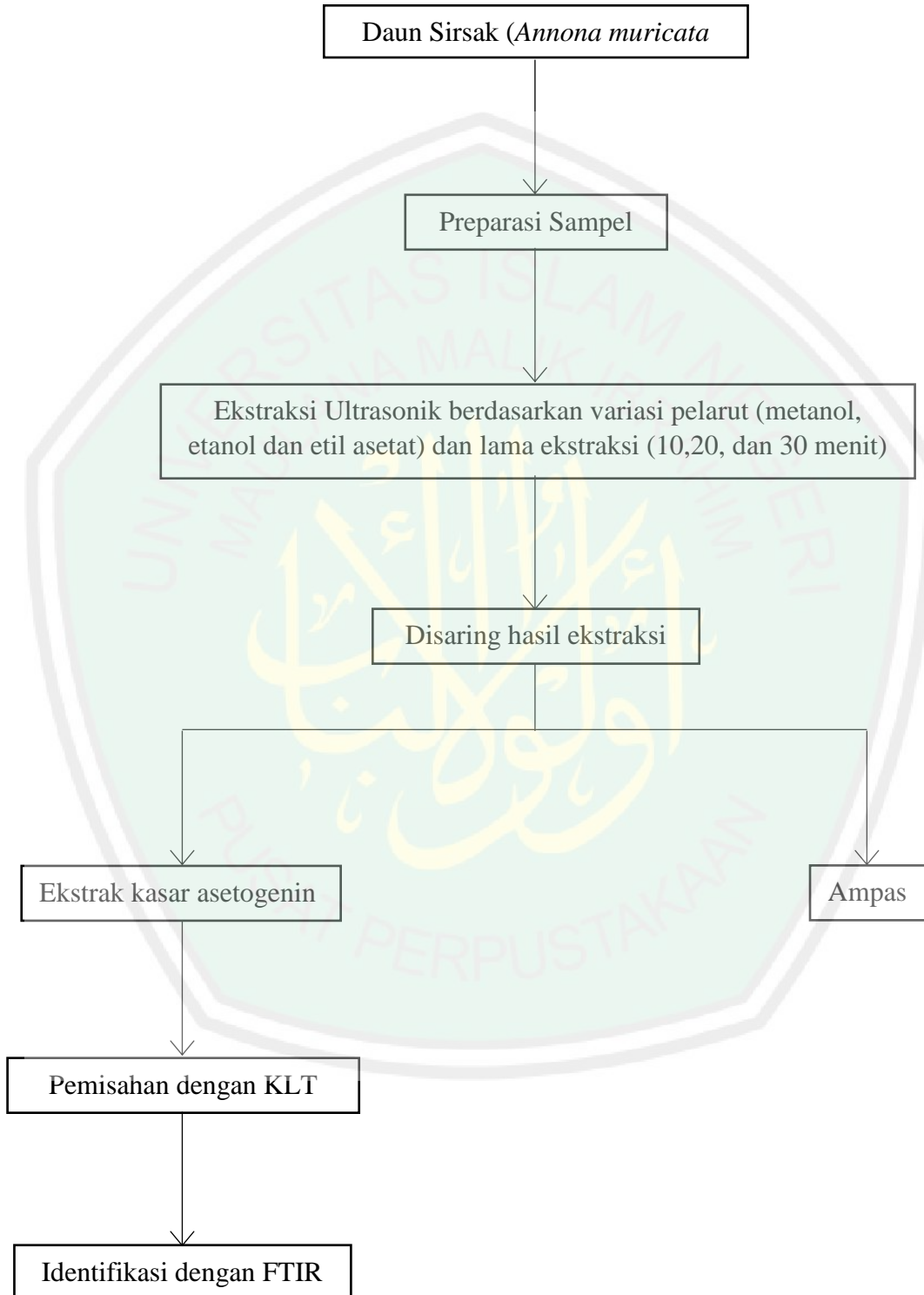
- Indrayani, L., Soedjipto, H., Sihasale, L. 2006. Skrining Fitokimia dan Uji Toksisitas Ekstrak Daun Pecut Kuda (*Scachytarpheta jamacensis* L. Vahl) Terhadap Larva Udang *Artemia Salina* Leach. *Journal Fakultas Sains dan Matematika Universitas Kristen Satya Wacana* Vol 12 : 57-61
- Katrin, Ermin, Rhila Amaliah, Zuhelmi Aziz, dan Hendig Winarno. 2014. Aktivitas Sitotoksik dan Profil Kromatogram Daun Sirsak (*Annona muricata* L.) yang Diirradiasi. *Jurnal Ilmu Kefarmasian Indonesia*. Vol. 11 No. 1
- Kadarani, Deva Krisna. 2015. Studi Asetogenin, Total Fenol, Dan Antioksidan Ekstrak Biji Dan Kulit Buah Srikaya (*Annona squamosa* L.) Sebagai Material Biopestisida. *Skripsi*. Bogor : Institut Pertanian Bogor
- Khopkar, 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Universitas Indonesia
- Koul, Opende. 2016. *The Handbook of Naturally Occuring Insecticidal Toxins*. UK: CPI Group. ISBN-13: 978 1 78064 270 3
- Laboureur, L., Bonneau N., Champy P., Brunelle A., and Touboul D. 2017. Structural Characterisatio of Acetogenins from *Annona muricata* by Supercritical Fluid Chromatography Coupled to High- Resolution Tandem Mass Spectrometry. *Phytochem Anal*. Vol 28 (6): 512-520
- Lenny, S dan Zuhra, C.F. 2005. Isolasi dan Uji Bioaktivitas Kandungan Kimia Utama Puding Merah (*Graptophillum pictum* L. Griff) dengan Metode Brine Shrimp. *Jurnal Komunikasi Penelitian*. Vol. 17 No. 5: 56-59
- Lilbaiq, Fifti Zuyyina. 2017. Uji Aktivitas Ekstrak Etanol Daun Sirsak (*Annona muricata* Linn.) yang Diimbangkan Pada Zeolit NaX Menggunakan Metode Impregnasi Kering Sebagai Antikanker Payudara T-47D. *Skripsi*. Malang: UIN Maliki Press.
- Mangan, Yellia. 2009. *Solusi Sehat Mencegah & Mengatasi Kanker*. Jakarta : PT. AgroMedia Pustaka
- Mardiana, L. (2011). *Kanker pada Wanita Pencegahan dan Pengobatan dengan Tanaman Obat*. Bogor: Penerbit Swadaya
- Mardiana, L dan Juwita Ratnasari. 2012. *Ramuan dan khasiat Sirsak*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Mulia, Kamarza, Silvester W. Winarcahyo, Elsa Krisanti, dan Dewi Kurniasuci. 2013. Practical Isolation Of Bullatacin From *Annona muricata* Leaves Extract Using An Open Column Chromatography Technique. *Advanced Materials Research* Vol. 789 (2013) pp 545-550

- Mulyawati, A.P., Elok Kamilah Hayati, Nashihuddin A, dan Tukimin. 2010. Uji Efektivitas dan Identifikasi Senyawa Ekstrak Biji Sirsak (*Annona muricata* Linn) yang Bersifat Bioaktif Insektisida Nabati Terhadap Hama Thrips. *ALCHEMY*. Vol 2 No.1 hal 104-157
- Nasifah, Imin, Susi Nurul Khalifah, dan Elok Kamilah Hayati. 2017. Synthesis and Characterization of Mesoporous NaX Zeolite from Kaolin Loading of Soursop Leaves Extract (*Annona muricata* Linn.). *ALCHEMY: Journal of Chemistry*, 5 :3 hal 100-106
- Ortega, Maria de los Angeles Ortega, Nelly del Socorro Cruz-Cansino, Ernesto Alanis-Garcia, Luis Delgado-Olivares, Jose Alberto Ariza-Ortega, Esther Ramirez-Moreno, and Jose de Jesus Manríquez-Torres. 2017. Optimization of Ultrasound Extraction of Cactus Pear (*Opuntia ficus indica*) Seed Oil Based on Antioxidant Activity and Evaluation of Its Antimicrobial Activity. *Journal of Food Quality*. Volume 2017, Article ID 9315360
- Panji, T. 2012. *Teknik Spektroskopi: Untuk Elusidasi Struktur Molekul*. Jakarta: Graha Ilmu
- Picman, A.K., Panfil L., Towers, G. H. N. 1981. *J. Chromatogr.* 212, 379-381.
- Pradana, Yudhariska Pulung, Suratmo, dan Rurini Retnowati. 2015. Isolasi dan Karakterisasi Senyawa Turunan Acetogenin dari Daun Sirsak serta Uji Toksisitas. *Kimia Student Journal*. Malang: Universitas Brawijaya
- Puspitasari, Mega Leny, Tara Viantya Wulansari, Tri Dewanti Widyaningsih, Jaya Mahar Maligan, dan Nur Ida Nugrahini. 2016. Aktivitas Antioksidan Suplemen Herbal Daun Sirsak (*Annona muricata* Linn.) dan Kulit Manggis (*Garcinia mangostana* L.): Kajian Pustaka. *Jurnal Pangan dan Agroindustri* Vol. 4 No. 1 p.283-290.
- Rafsanjani, Mukhamad Kabul dan Widya Dwi Rukmi Putri. 2015. Karakterisasi Ekstrak Kulit Jeruk Bali Menggunakan Metode *Ultrasonic Bath* (Kajian Perbedaan Pelarut Dan Lama Ekstraksi). *Jurnal Pangan dan Agroindustri* Vol. 3 No 4 p.1473-1480
- Rahayu, Lucia Hermawati, Dyah Hesti Wardhani dan Abdullah. 2013. Pengaruh Frekuensi Dan Waktu Pencucian Berbantu Ultrasonik Menggunakan Isopropanol Terhadap Kadar Glukomanan Dan Viskositas Tepung Porang (*Amorphophallus oncophyllus*). *METANA*. Vol. 9 No. 1
- Rahmawati, Ani dan Widya Dwi Rukmi Putri. Karakteristik Ekstrak Kulit Jeruk Bali Menggunakan Metode Ekstraksi Ultrasonik (Kajian Perbandingan Lama Blansing Dan Ekstraksi). *Jurnal Pangan dan Agroindustri* Vol. 1 No.1 p.26-35
- Ranisaharivony, Blanche Graziella, Voahangy Ramanandraibe, Léa Herilala Rasoanaivo, Marcelle Rakotovao, and Marc Lemaire. 2015. Separation and

Potential Valorization of Chemical Constituents of soursop seeds. *Journal of Pharmacognosy and Phytochemistry*. Vol 4 (2)

- Reich, Eike dan Anne Schibli. 2006. *High-Performance Thin-Layer Chromatography for the Analysis of Medical Plants*. New York: Thieme
- Rohman, A dan Gandjar, I.G. 2007. *Kimia Farmasi Analisis*. Yogyakarta: Pustaka Pelajar
- Rosyidah, H. 2016. Standardisasi Ekstrak Etil Asetat Anting-Anting (*Acalypha Indica* Linn.) Sebagai Herba Antimalaria. *Skripsi*. Malang : Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim Malang.
- Rupprecht, J. Kent, Yu-Hua Hui, and Jerry L. McLaughlin. 1990. Annonaceous Acetogenins: A Review. *Journal of Natural Product*. Vol. 53, No. 2, pp. 237-278
- Safitri, E.W., 2018, Optimasi variasi Pelarut dan Lama Ekstraksi Ultrasonik Senyawa Aktif Alkaloi Pada Tanaman Anting-anting (*Acalypha indica* L) Serta Identifikasi Menggunakan Kromatografi lapis Tipis, Skripsi, Malang : Jurusan Kimia Universitas Islam Negeri Maulana Malik Ibrahim
- Salempa, P., dan Muharram, 2016. Senyawa Steroid dalam Tumbuhan Bayur. Makassar: Badan Penerbit Universitas Negeri Makassar.
- Sasongko, Ashadi., R. W. Nugroho., C. E. Setiawan., I. W. Utami., dan M. D. Pusfitasari. 2017. Penentuan Total Fenol Umbi Bawang Dayak Hasil Ekstraksi dengan Metode Ultrasound Assisted Extraction (UAE) dan Ultrasonic Microwave Assisted Extraction (UMAE). *Jurnal Sains Terapan*. Vol. 3 (2)
- Sastrohamidjojo, H. 1996. *Sintesis Bahan Alam*. Yogyakarta: Liberty
- Savova, M. T., T. Kolusheva, A. Stourza, and I. Seikova. 2007. The Use of Group Contribution Method for Predicting The Solubility of Seed Polyphenol of *Vitis verivera* L. In Solvent Mixture. *Journal of the University of Chemical Technology and Metallurgy*. Vol. 42 (3): 295-300
- Septyaningsih, Dyah. 2010. Isolasi Dan Identifikasi Komponen Utama Ekstrak Biji Buah Merah (*Pandanus conoideus* Lamk.). *Thesis*. Surakarta: Universitas Sebelas Maret
- Socrates. 1994. *Infrared Characteristic Group Frequencies Tables and Charts Second Edition*. New York: John Wileyand Sons Inc.
- Souza, Marta M.C , Claudia M.L. Bevilaqua, Selene M. Morais, Cícero T.C. Costa, Ana R.A. Silva And Raimundo Braz-Filho. 2007. Athelmintic Acetogenin from *Annona squamosa* L. Seed. *Anais da Academia Brasileira de Ciencias*. Vol. 80(2): 271-277

- Sumantri, Indro, Galih Prihasetya Hermawan dan Hendrawan Laksono. 2014. *Momentum*. Vol. 10 No. 1
- Sunarjono, H. 2005. *Sirsak Srikaya*. Bogor: Penerbit Swadaya
- Susilo, Bambang., Sumardi Hadi Sumarlan, Yusuf Wibisono, Novantia Puspitasari. 2016. Pengaruh Pretreatment dan Lama Waktu Ekstraksi terhadap Karakteristik Ekstrak Kulit Jeruk Purut (*Citrus hystrix D.C*) Menggunakan Ultrasonic Assisted Extraction (UAE). *Jurnal Keteknikan Pertanian Tropis dan Biosistem* Vol. 4 No. 3
- Vinothini, R dan Lali Growther. 2016. Isolation and Identification of Acetogenin From *Annona muricata* Leaves. *International Journal of Applied Biology and Pharmaceutical Technology*. Vol. 7 Issue 4
- Williams,D.F. 1981. Extraction with supercritical gases. *Chem. Engineering Sci.* 36 (11): 1769 - 1788.
- Wulandari, Lestyo. 2011. *Kromatografi Lapis Tipis*. Jember: PT. Taman Kampus Presindo
- Yazid, E. 2005. *Kimia Fisika untuk Paramedis*. Yogyakarta: Penerbit Andi
- Yuswi, Nusa Claudea Riane. 2017. Ekstraksi Antioksidan Bawang Dayak (*Eleutherine palmifolia*) Dengan Metode Ultrasonic Bath (Kajian Jenis Pelarut Dan Lama Ekstraksi). *Jurnal Pangan dan Agroindustri* Vol.5 No.1:71-79
- Zou, TB, En-Qin Xia, Tai-Ping He, Ming-Yuan Huang, Qing Jia, and Hua-WenLi. 2014. Ultrasound –Assisted Extraction of Manganiferin from Mango Leaves Using Response Surface Methodology. *Molecules* 19 1411-1421.

LAMPIRAN**Lampiran 1. Rancangan Penelitian**

Lampiran 2. Diagram Alir

3.5.2 Preparasi Sampel

Daun sirsak

- dipetik daun urutan daun ke 3 sampai ke 6 dari pucuk
- ditimbang 1 kg
- dibersihkan dari kotoran dengan dicuci
- dipotong kecil- kecil
- dikeringanginkan
- diblender hingga halus

Serbuk

- diayak dengan ayakan 80 mesh
- disimpan dalam kantong plastik

Hasil

3.5.3 Ekstraksi Senyawa *Acetogenin* dengan Ultrasonik Variasi Lama

Ekstraksi dan Variasi Pelarut

Serbuk

- ditimbang 1 gram
- diletakkan dalam botol kaca
- ditambah pelarut 10 ml metanol
- diekstraksi dengan ultrasonik frekuensi 42 kHz pada suhu kamar dengan variasi lama ekstraksi 10, 20, dan 30 menit..
- disaring hasil ekstraksi sebagai ekstrak kasar senyawa asetogenin
- dilakukan pengulangan sebanyak tiga kali setiap perlakuan
- dilakukan perlakuan yang sama pada pelarut metanol dan etil asetat

Hasil

3.5.4 Identifikasi Ekstrak Kasar *Acetogenin* Daun Sirsak dengan Kromatografi Lapis Tipis Analitik (KLTA)

3.1 Persiapan Plat KLT

Plat silika GF₂₅₄

- Dipotong dengan ukuran 3x10 cm
- diberi batas atas dan bawah masing- masing 1 cm dengan pensil
- diaktivasi dengan dioven selama 30 menit pada suhu 100-105°C.

Hasil

3.2 Persiapan Fase Gerak (Eluen)

Bejana Pengembang

- Ditambahkan diklorometana 19,5 mL
- Ditambahkan metanol 0,5 mL
- Ditutup rapat untuk penjenuhan
- Dijenuhkan selama 1 jam

Hasil

3.3 Proses Elusi

Ekstrak kasar *Acetogenin*

- ditotolkan pada plat silika GF₂₅₄ sebanyak 7 kali
- dikeringanginkan
- dimasukkan plat ke dalam bejana pengembang yang berisi eluen
- ditutup rapat dan jangan dipindahkan hingga eluen telah mencapai batas
- Plat dikeringkan

Hasil

3.5.5 Identifikasi Ekstrak Kasar *Acetogenin* Daun Sirsak dengan Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (KLTP)

4.1 Persiapan Plat KLT

Plat silika GF₂₅₄

- Dipotong dengan ukuran 3x10 cm
- diberi batas atas dan bawah masing- masing 1 cm dengan pensil
- diaktivasi dengan dioven selama 30 menit pada suhu 100-105°C.

Hasil

4.2 Persiapan Fase Gerak (Eluen)

Bejana Pengembang

- Ditambahkan diklorometana 19,5 mL
- Ditambahkan metanol 0,5 mL
- Ditutup rapat untuk penjenuhan
- Dijenuhkan selama 1 jam

Hasil

4.3 Proses Elusi

Ekstrak kasar *Acetogenin*

- ditotolkan pada plat silika GF₂₅₄ sebanyak 7 kali
- dikeringanginkan
- dimasukkan plat ke dalam bejana pengembang yang berisi eluen
- ditutup rapat dan jangan dipindahkan hingga eluen telah mencapai batas
- Plat dikeringkan

Hasil

4.4 Identifikasi Noda

Plat hasil elusi

- Diidentifikasi spot pada plat silika dibawah lampu sinar UV dengan panjang gelombang 254 dan 366 nm
- Ditandai penampakan spot dengan pensil
- Disemprot plat dengan reagen vanilin sulfat
- dipanaskan pada suhu 70° selama 5 menit
- diukur Rf dari masing- masing spot
- diamati warna spot yang dihasilkan

Hasil

3.5.6 Identifikasi Senyawa *Acetogenin* dengan Spektrofotometer FTIR

Isolat hasil ekstraksi

- dibuat pelet KBr
- diteteskan pada pelet KBr
- dikeringkan pelet
- dianalisis dengan spektrofotometer inframerah pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm^{-1} .

Hasil

Lampiran 3. Pembuatan Reagen

Komposisi :

- Vanilin 0,5 gram
- Asam Sulfat 5 mL
- Asam Asetat 10 mL
- Metanol 85 mL

Cara Pembuatan :

Dicampurkan seluruh bahan dalam penangas dingin

Cara Penggunaan :

Setelah penyemprotan pada plat, dipanaskan pada oven dengan suhu 70°C selama 10 menit



Lampiran 4. Perhitungan Berat Ekstrak

Berat Ekstrak : Berat (Vial + Ekstrak) – Berat Vial Kosong

4.1 Hasil Berat Ekstrak Metanol pada Daun Sirsak

Perlakuan	Ulangan	Berat Vial + Ekstrak (gram)	Berat Vial Kosong (gram)	Berat Ekstrak (gram)
Metanol 10 menit	1	8,7039	8,6907	0,0132
	2	9,5264	9,5125	0,0139
	3	9,7477	9,7343	0,0134
Metanol 20 menit	1	9,9088	9,8942	0,0146
	2	9,7574	9,7422	0,0152
	3	9,9099	9,8952	0,0147
Metanol 30 menit	1	9,8422	9,8266	0,0156
	2	10,0218	10,0041	0,0177
	3	9,8109	9,7963	0,0146

4.2 Hasil Berat Ekstrak Etanol pada Daun Sirsak

Perlakuan	Ulangan	Berat Vial + Ekstrak (gram)	Berat Vial Kosong (gram)	Berat Ekstrak (gram)
Etanol 10 menit	1	9,5704	9,5545	0,0159
	2	11,7331	11,7173	0,0158
	3	8,7297	8,7159	0,0138
Etanol 20 menit	1	9,8086	9,7904	0,0182
	2	9,6585	9,6418	0,0167
	3	9,7418	9,7259	0,0159
Etanol 30 menit	1	8,8096	8,7923	0,0173
	2	8,7678	8,7518	0,016
	3	8,1336	8,1206	0,013

4.3 Hasil Berat Ekstrak Etil Asetat pada Daun Sirsak

Perlakuan	Ulangan	Berat Vial + Ekstrak (gram)	Berat Vial Kosong (gram)	Berat Ekstrak (gram)
Etil Asetat 10 menit	1	9,5909	9,583	0,0079
	2	10,2477	10,2398	0,0079
	3	10,041	10,0342	0,0068
Etil Asetat 20 menit	1	9,8953	9,89	0,0053
	2	9,4765	9,4691	0,0074
	3	9,5034	9,4949	0,0085
Etil Asetat 30 menit	1	7,7581	7,7526	0,0055
	2	10,0349	10,0287	0,0062
	3	9,8859	9,882	0,0039



Lampiran 5. Perhitungan Rendemen

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat Ekstrak}}{\text{Berat Sampel Serbuk}} \times 100\%$$

5.1 Hasil Rendemen Ekstrak Metanol pada Daun Sirsak

Perlakuan	Ulangan	Berat ekstrak (gram)	Rerata Berat ekstrak	Berat serbuk (gram)	Rendemen (%)	Rerata Rendemen
Metanol 10 menit	1	0,0132	0,0135	0,5	2,64	2,70
	2	0,0139		0,5	2,78	
	3	0,0134		0,5	2,68	
Metanol 20 menit	1	0,0146	0,0148	0,5	2,92	2,97
	2	0,0152		0,5	3,04	
	3	0,0147		0,5	2,94	
Metanol 30 menit	1	0,0156	0,016	0,5	3,12	3,19
	2	0,0177		0,5	3,54	
	3	0,0146		0,5	2,92	

5.2 Hasil Rendemen Ekstrak Etanol pada Daun Sirsak

Perlakuan	Ulangan	Berat ekstrak (gram)	Rerata Berat ekstrak	Berat serbuk (gram)	Rendemen (%)	Rerata Rendemen
Etanol 10 menit	1	0,0159	0,0151	0,5	3,18	3,03
	2	0,0158		0,5	3,16	
	3	0,0138		0,5	2,76	
Etanol 20 menit	1	0,0182	0,0169	0,5	3,64	3,39
	2	0,0167		0,5	3,34	
	3	0,0159		0,5	3,18	
Etanol 30 menit	1	0,0173	0,0154	0,5	3,46	3,09
	2	0,016		0,5	3,2	
	3	0,013		0,5	2,6	

5.3 Hasil Rendemen Ekstrak Etil Asetat pada Daun Sirsak

Perlakuan	Ulangan	Berat ekstrak (gram)	Rerata Berat ekstrak	Berat serbuk (gram)	Rendemen (%)	Rerata Rendemen
Etil Asetat 10 menit	1	0,0079	0,0075	0,5	1,58	1,51
	2	0,0079		0,5	1,58	
	3	0,0068		0,5	1,36	
Etil Asetat 20 menit	1	0,0053	0,0071	0,5	1,06	1,41
	2	0,0074		0,5	1,48	
	3	0,0085		0,5	1,7	
Etil Asetat 30 menit	1	0,0055	0,0052	0,5	1,1	1,04
	2	0,0062		0,5	1,24	
	3	0,0039		0,5	0,78	



Lampiran 6. Perhitungan Nilai Rf

$$\text{Nilai Rf} = \frac{\text{Jarak tempuh noda}}{\text{Jarak tempuh eluen}}$$

6.1 Hasil Nilai Rf pada Ekstrak Metanol

Perlakuan	Ulangan	Nomor Noda	Jarak Tempuh Noda (cm)	Jarak Tempuh Eluen (cm)	Rf
Metanol 10 Menit	1	1	3,4	8	0,425
		2	4,15	8	0,519
		3	4,7	8	0,588
		4	5,2	8	0,650
		5	5,7	8	0,713
		6	6,25	8	0,781
	2	1	3,3	8	0,413
		2	4,1	8	0,513
		3	4,65	8	0,581
		4	5,1	8	0,638
		5	5,65	8	0,706
		6	6,25	8	0,781
	3	1	3,4	8	0,425
		2	4,2	8	0,525
		3	4,7	8	0,588
		4	5,15	8	0,644
		5	5,7	8	0,713
		6	6,25	8	0,781
Metanol 20 Menit	1	1	3,45	8	0,431
		2	4,25	8	0,531
		3	4,85	8	0,606
		4	5,35	8	0,669
		5	5,85	8	0,731
		6	6,3	8	0,788
	2	1	3,35	8	0,419
		2	4,2	8	0,525
		3	4,75	8	0,594
		4	5,3	8	0,663
		5	5,75	8	0,719
		6	6,3	8	0,788
	3	1	3,35	8	0,419
		2	4,25	8	0,531
		3	4,8	8	0,600
		4	5,3	8	0,663
		5	5,8	8	0,725
		6	6,3	8	0,788

Metanol 30 Menit	1	1	3,3	8	0,413
		2	4,2	8	0,525
		3	4,75	8	0,594
		4	5,2	8	0,650
		5	5,75	8	0,719
		6	6,2	8	0,775
	2	1	3,3	8	0,413
		2	4,15	8	0,519
		3	4,7	8	0,588
		4	5,1	8	0,638
		5	5,6	8	0,700
		6	6,15	8	0,769
	3	1	3,35	8	0,419
		2	4,2	8	0,525
		3	4,8	8	0,600
		4	5,2	8	0,650
		5	5,7	8	0,713
		6	6,2	8	0,775

6.2 Hasil Nilai Rf pada Ekstrak Etanol

Perlakuan	Ulangan	Nomor Noda	Jarak Tempuh Noda	Jarak Tempuh Eluen	Rf
Etanol 10 menit	1	1	3,4	8	0,425
		2	4,3	8	0,538
		3	4,85	8	0,606
		4	5,3	8	0,663
		5	5,75	8	0,719
		6	6,2	8	0,775
		7	6,75	8	0,844
	2	1	3,4	8	0,425
		2	4,25	8	0,531
		3	4,85	8	0,606
		4	5,25	8	0,656
		5	5,7	8	0,713
		6	6,2	8	0,775
		7	6,7	8	0,838
	3	1	3,4	8	0,425
		2	4,3	8	0,538
		3	4,85	8	0,606
		4	5,25	8	0,656
5		5,7	8	0,713	
6		6,2	8	0,775	

		7	6,7	8	0,838
Etanol 20 menit	1	1	3,4	8	0,425
		2	4,2	8	0,525
		3	4,8	8	0,600
		4	5,25	8	0,656
		5	5,75	8	0,719
		6	6,25	8	0,781
		7	6,75	8	0,844
	2	1	3,4	8	0,425
		2	4,2	8	0,525
		3	4,8	8	0,600
		4	5,2	8	0,650
		5	5,7	8	0,713
		6	6,25	8	0,781
		7	6,75	8	0,844
	3	1	3,4	8	0,425
		2	4,2	8	0,525
		3	4,8	8	0,600
		4	5,25	8	0,656
		5	5,75	8	0,719
		6	6,25	8	0,781
		7	6,75	8	0,844
Etanol 30 menit	1	1	3,35	8	0,419
		2	4,2	8	0,525
		3	4,7	8	0,588
		4	5,2	8	0,650
		5	5,7	8	0,713
		6	6,2	8	0,775
		7	6,7	8	0,838
	2	1	3,35	8	0,419
		2	4,2	8	0,525
		3	4,7	8	0,588
		4	5,2	8	0,650
		5	5,7	8	0,713
		6	6,2	8	0,775
		7	6,65	8	0,831
	3	1	3,35	8	0,419
		2	4,2	8	0,525
		3	4,7	8	0,588
		4	5,2	8	0,650
		5	5,7	8	0,713
		6	6,2	8	0,775
		7	6,7	8	0,838

6.3 Hasil Nilai Rf pada Ekstrak Etil Asetat

Perlakuan	Ulangan	Nomor Noda	Jarak Tempuh Noda	Jarak Tempuh Eluen	Rf
Etil Asetat 10 menit	1	1	3,35	8	0,419
		2	4,15	8	0,519
		3	5,05	8	0,631
		4	5,7	8	0,713
		5	6,2	8	0,775
		6	6,7	8	0,838
		7	7,35	8	0,919
	2	1	3,35	8	0,419
		2	4,15	8	0,519
		3	5,05	8	0,631
		4	5,7	8	0,713
		5	6,2	8	0,775
		6	6,75	8	0,844
		7	7,35	8	0,919
	3	1	3,35	8	0,419
		2	4,15	8	0,519
		3	5,1	8	0,638
		4	5,7	8	0,713
		5	6,2	8	0,775
		6	6,75	8	0,844
		7	7,35	8	0,919
Etil Asetat 20 menit	1	1	3,25	7,9	0,411
		2	4,05	7,9	0,513
		3	5,1	7,9	0,646
		4	5,6	7,9	0,709
		5	6,05	7,9	0,766
		6	6,6	7,9	0,835
		7	7,15	7,9	0,905
	2	1	3,25	7,9	0,411
		2	4	7,9	0,506
		3	5	7,9	0,633
		4	5,6	7,9	0,709
		5	6,05	7,9	0,766
		6	6,6	7,9	0,835
		7	7,15	7,9	0,905
	3	1	3,25	7,9	0,411
		2	4,05	7,9	0,513
3		5,1	7,9	0,646	
4		5,55	7,9	0,703	

		5	6,05	7,9	0,766
		6	6,6	7,9	0,835
		7	7,15	7,9	0,905
Etil Asetat 30 menit	1	1	3,5	7,95	0,440
		2	4,2	7,95	0,528
		3	5,2	7,95	0,654
		4	5,7	7,95	0,717
		5	6,25	7,95	0,786
		6	6,7	7,95	0,843
		7	7,3	7,95	0,918
	2	1	3,45	7,95	0,434
		2	4,2	7,95	0,528
		3	5,15	7,95	0,648
		4	5,7	7,95	0,717
		5	6,2	7,95	0,780
		6	6,7	7,95	0,843
		7	7,3	7,95	0,918
	3	1	3,45	7,95	0,434
		2	4,25	7,95	0,535
		3	5,15	7,95	0,648
		4	5,7	7,95	0,717
		5	6,25	7,95	0,786
		6	6,7	7,95	0,843
		7	7,3	7,95	0,918

6.4 Hasil Nilai Rerata Rf dan SD Antarulangan Dalam Pelarut Metanol

Lama Ekstraksi (menit)	nomor noda	Rf			Rerata Rf	SD Rf	Rerata SD Rf
		U1	U2	U3			
Metanol 10 menit	1	0,425	0,4125	0,425	0,421	0,007	0,004
	2	0,51875	0,5125	0,525	0,519	0,006	
	3	0,5875	0,58125	0,5875	0,585	0,004	
	4	0,65	0,6375	0,64375	0,644	0,006	
	5	0,7125	0,70625	0,7125	0,710	0,004	
	6	0,78125	0,78125	0,78125	0,781	0,000	
Metanol 20 menit	1	0,43125	0,41875	0,41875	0,423	0,007	0,004
	2	0,53125	0,525	0,53125	0,529	0,004	
	3	0,60625	0,59375	0,6	0,600	0,006	
	4	0,66875	0,6625	0,6625	0,665	0,004	
	5	0,73125	0,71875	0,725	0,725	0,006	
	6	0,7875	0,7875	0,7875	0,788	0,000	

Metanol 30 menit	1	0,4125	0,4125	0,41875	0,415	0,004	0,006
	2	0,525	0,51875	0,525	0,523	0,004	
	3	0,59375	0,5875	0,6	0,594	0,006	
	4	0,65	0,6375	0,65	0,646	0,007	
	5	0,71875	0,7	0,7125	0,710	0,010	
	6	0,775	0,76875	0,775	0,773	0,004	

6.5 Hasil Nilai Rerata Rf dan SD Antarulangan Dalam Pelarut Etanol

Lama Ekstraksi (menit)	nomor noda	Rf			Rerata Rf	SD Rf	Rerata SD
		U1	U2	U3			
Etanol 10 Menit	1	0,425	0,425	0,425	0,425	0,000	0,002
	2	0,538	0,531	0,538	0,535	0,004	
	3	0,606	0,606	0,606	0,606	0,000	
	4	0,663	0,656	0,656	0,658	0,004	
	5	0,719	0,713	0,713	0,715	0,004	
	6	0,775	0,775	0,775	0,775	0,000	
	7	0,844	0,838	0,838	0,840	0,004	
Etanol 20 Menit	1	0,425	0,425	0,425	0,425	0,000	0,001
	2	0,525	0,525	0,525	0,525	0,000	
	3	0,600	0,600	0,600	0,600	0,000	
	4	0,656	0,650	0,656	0,654	0,004	
	5	0,719	0,713	0,719	0,717	0,004	
	6	0,781	0,781	0,781	0,781	0,000	
	7	0,844	0,844	0,844	0,844	0,000	
Etanol 30 Menit	1	0,419	0,419	0,419	0,419	0,000	0,001
	2	0,525	0,525	0,525	0,525	0,000	
	3	0,588	0,588	0,588	0,588	0,000	
	4	0,650	0,650	0,650	0,650	0,000	
	5	0,713	0,713	0,713	0,713	0,000	
	6	0,775	0,775	0,775	0,775	0,000	
	7	0,838	0,831	0,838	0,835	0,004	

6.6 Hasil Nilai Rerata Rf dan SD Antarulangan Dalam Pelarut Etil Asetat

Lama Ekstraksi (menit)	nomor noda	Rf			Rerata Rf	SD Rf	Rerata SD
		U1	U2	U3			
Etil Asetat 10 menit	1	0,419	0,419	0,419	0,419	0,000	0,001
	2	0,519	0,519	0,519	0,519	0,000	
	3	0,631	0,631	0,638	0,633	0,004	
	4	0,713	0,713	0,713	0,713	0,000	
	5	0,775	0,775	0,775	0,775	0,000	
	6	0,838	0,844	0,844	0,842	0,004	
	7	0,919	0,919	0,919	0,919	0,000	
Etil Asetat 20 menit	1	0,419	0,411	0,411	0,414	0,004	0,005
	2	0,519	0,513	0,506	0,513	0,006	
	3	0,638	0,646	0,633	0,639	0,006	
	4	0,713	0,709	0,709	0,710	0,002	
	5	0,775	0,766	0,766	0,769	0,005	
	6	0,844	0,835	0,835	0,838	0,005	
	7	0,919	0,905	0,905	0,910	0,008	
Etil Asetat 30 menit	1	0,440	0,434	0,434	0,436	0,004	0,002
	2	0,528	0,528	0,535	0,530	0,004	
	3	0,654	0,648	0,648	0,650	0,004	
	4	0,717	0,717	0,717	0,717	0,000	
	5	0,786	0,780	0,786	0,784	0,004	
	6	0,843	0,843	0,843	0,843	0,000	
	7	0,918	0,918	0,918	0,918	0,000	

Lampiran 7. Perhitungan SD Antar Lama Ekstraksi

Pelarut	Noda	Rerata Rf			SD Antar Lama Ekstraksi	Rerata SD Antar Lama Ekstraksi
		10 Menit	20 Menit	30 Menit		
Metanol	1	0,421	0,423	0,415	0,004	0,007
	2	0,519	0,529	0,523	0,005	
	3	0,585	0,600	0,594	0,007	
	4	0,644	0,665	0,646	0,011	
	5	0,710	0,725	0,710	0,008	
	6	0,781	0,788	0,773	0,007	
Etanol	1	0,425	0,425	0,419	0,004	0,005
	2	0,535	0,525	0,525	0,006	
	3	0,606	0,600	0,588	0,010	
	4	0,658	0,654	0,650	0,004	
	5	0,715	0,717	0,713	0,002	
	6	0,775	0,781	0,775	0,004	
	7	0,840	0,844	0,835	0,004	
Etil Asetat	1	0,419	0,414	0,436	0,012	0,007
	2	0,519	0,513	0,530	0,009	
	3	0,633	0,639	0,650	0,008	
	4	0,713	0,710	0,717	0,004	
	5	0,775	0,769	0,784	0,008	
	6	0,842	0,838	0,843	0,002	
	7	0,919	0,910	0,918	0,005	

Lampiran 8. Perhitungan Resolusi

$$\text{Resolusi} = \frac{d}{(W1 + W2)\sqrt{2}}$$

Keterangan :

d = jarak antar noda 1 dan lainnya

W1 = Lebar (diameter) noda 1

W2 = Lebar (diameter) noda 2

8.1 Perhitungan Resolusi Pelarut Metanol

Perlakuan	Ulangan	Resolusi	d	W1	W2	$\sqrt{2}$	$\frac{(W1/W2)}{\sqrt{2}}$	Hasil	Rerata Resolusi
Metanol 10 menit	1	1	0,75	0,2	0,3	1,414	0,707	1,061	0,678
		2	0,55	0,3	0,2	1,414	0,707	0,778	
		3	0,5	0,2	0,4	1,414	0,849	0,589	
		4	0,5	0,4	0,2	1,414	0,849	0,589	
		5	0,55	0,2	0,4	1,414	0,849	0,648	
	2	1	0,8	0,25	0,4	1,414	0,919	0,870	
		2	0,55	0,4	0,25	1,414	0,919	0,598	
		3	0,45	0,25	0,4	1,414	0,919	0,490	
		4	0,55	0,4	0,2	1,414	0,849	0,648	
		5	0,6	0,2	0,4	1,414	0,849	0,707	
	3	1	0,8	0,2	0,4	1,414	0,849	0,943	
		2	0,5	0,4	0,3	1,414	0,990	0,505	
		3	0,45	0,3	0,4	1,414	0,990	0,455	
		4	0,55	0,4	0,2	1,414	0,849	0,648	
		5	0,55	0,2	0,4	1,414	0,849	0,648	
Metanol 20 menit	1	1	0,8	0,4	0,45	1,414	1,202	0,666	0,496
		2	0,6	0,45	0,4	1,414	1,202	0,499	
		3	0,5	0,4	0,4	1,414	1,131	0,442	
		4	0,5	0,4	0,34	1,414	1,047	0,478	
		5	0,45	0,34	0,6	1,414	1,329	0,339	
	2	1	0,85	0,35	0,4	1,414	1,061	0,801	
		2	0,55	0,4	0,4	1,414	1,131	0,486	
		3	0,55	0,4	0,4	1,414	1,131	0,486	

Metanol 30 Menit	3	4	0,45	0,4	0,4	1,414	1,131	0,398	0,520			
		5	0,55	0,4	0,6	1,414	1,414	0,389				
		1	0,9	0,4	0,45	1,414	1,202	0,749				
		2	0,55	0,45	0,4	1,414	1,202	0,458				
		3	0,5	0,4	0,45	1,414	1,202	0,416				
		4	0,5	0,45	0,35	1,414	1,131	0,442				
	5	0,5	0,35	0,55	1,414	1,273	0,393					
	Metanol 30 Menit	1	1	0,9	0,35	0,4	1,414	1,061		0,849	0,520	
			2	0,55	0,4	0,4	1,414	1,131		0,486		
			3	0,45	0,4	0,4	1,414	1,131		0,398		
			4	0,55	0,4	0,4	1,414	1,131		0,486		
			5	0,45	0,4	0,6	1,414	1,414		0,318		
		2	1	0,85	0,3	0,4	1,414	0,990		0,859		0,520
			2	0,55	0,4	0,3	1,414	0,990		0,556		
			3	0,4	0,3	0,35	1,414	0,919		0,435		
4			0,5	0,35	0,35	1,414	0,990	0,505				
5			0,55	0,35	0,55	1,414	1,273	0,432				
3		1	0,85	0,35	0,4	1,414	1,061	0,801	0,520			
		2	0,6	0,4	0,4	1,414	1,131	0,530				
		3	0,4	0,4	0,4	1,414	1,131	0,354				
		4	0,5	0,4	0,4	1,414	1,131	0,442				
		5	0,5	0,4	0,6	1,414	1,414	0,354				

8.2 Perhitungan Resolusi Pelarut Etanol

Perlakuan	Ulangan	Resolusi	d	W1	W2	$\sqrt{2}$	$\frac{(W1/W2)}{\sqrt{2}}$	Hasil	Rerata Resolusi		
Etanol 10 Menit	1	1	0,9	0,25	0,4	1,414	0,919	0,979	0,574		
		2	0,55	0,4	0,35	1,414	1,061	0,519			
		3	0,45	0,35	0,35	1,414	0,990	0,455			
		4	0,45	0,35	0,3	1,414	0,919	0,490			
		5	0,45	0,3	0,45	1,414	1,061	0,424			
		6	0,55	0,45	0,3	1,414	1,061	0,519			
	2	1	0,85	0,2	0,4	1,414	0,849	1,002		0,574	
		2	0,6	0,4	0,3	1,414	0,990	0,606			
		3	0,4	0,3	0,35	1,414	0,919	0,435			
		4	0,45	0,35	0,3	1,414	0,919	0,490			
		5	0,5	0,3	0,45	1,414	1,061	0,471			
		6	0,5	0,45	0,25	1,414	0,990	0,505			
	3	1	0,9	0,25	0,4	1,414	0,919	0,979			0,574
		2	0,55	0,4	0,3	1,414	0,990	0,556			

		3	0,4	0,3	0,35	1,414	0,919	0,435	
		4	0,45	0,35	0,3	1,414	0,919	0,490	
		5	0,5	0,3	0,45	1,414	1,061	0,471	
		6	0,5	0,45	0,25	1,414	0,990	0,505	
Etanol 20 Menit	1	1	0,8	0,3	0,4	1,414	0,990	0,808	0,567
		2	0,6	0,4	0,3	1,414	0,990	0,606	
		3	0,45	0,3	0,35	1,414	0,919	0,490	
		4	0,5	0,35	0,25	1,414	0,849	0,589	
		5	0,5	0,25	0,5	1,414	1,061	0,471	
		6	0,5	0,5	0,3	1,414	1,131	0,442	
	2	1	0,8	0,3	0,4	1,414	0,990	0,808	
		2	0,6	0,4	0,3	1,414	0,990	0,606	
		3	0,4	0,3	0,35	1,414	0,919	0,435	
		4	0,5	0,35	0,25	1,414	0,849	0,589	
		5	0,55	0,25	0,5	1,414	1,061	0,519	
		6	0,5	0,5	0,3	1,414	1,131	0,442	
	3	1	0,8	0,3	0,4	1,414	0,990	0,808	
		2	0,6	0,4	0,3	1,414	0,990	0,606	
		3	0,45	0,3	0,35	1,414	0,919	0,490	
		4	0,5	0,35	0,25	1,414	0,849	0,589	
		5	0,5	0,25	0,5	1,414	1,061	0,471	
		6	0,5	0,5	0,3	1,414	1,131	0,442	
Etanol 30 Menit	1	1	0,85	0,3	0,4	1,414	0,990	0,859	0,529
		2	0,5	0,4	0,35	1,414	1,061	0,471	
		3	0,5	0,35	0,4	1,414	1,061	0,471	
		4	0,5	0,4	0,3	1,414	0,990	0,505	
		5	0,5	0,3	0,5	1,414	1,131	0,442	
		6	0,5	0,5	0,3	1,414	1,131	0,442	
	2	1	0,85	0,3	0,4	1,414	0,990	0,859	
		2	0,5	0,4	0,35	1,414	1,061	0,471	
		3	0,5	0,35	0,4	1,414	1,061	0,471	
		4	0,5	0,4	0,3	1,414	0,990	0,505	
		5	0,5	0,3	0,5	1,414	1,131	0,442	
		6	0,45	0,5	0,3	1,414	1,131	0,398	
	3	1	0,85	0,3	0,4	1,414	0,990	0,859	
		2	0,5	0,4	0,35	1,414	1,061	0,471	
		3	0,5	0,35	0,4	1,414	1,061	0,471	
		4	0,5	0,4	0,3	1,414	0,990	0,505	
		5	0,5	0,3	0,5	1,414	1,131	0,442	
		6	0,5	0,5	0,3	1,414	1,131	0,442	

8.3 Perhitungan Resolusi Pelarut Etil Asetat

Perlakuan	Ulangan	Resolusi	d	W1	W2	$\sqrt{2}$	$(W1/W2) \sqrt{2}$	Hasil	Rerata Resolusi
Etil Asetat 10 Menit	1	1	0,8	0,2	0,4	1,414	0,849	0,943	0,555
		2	0,9	0,4	0,5	1,414	1,273	0,707	
		3	0,65	0,5	0,45	1,414	1,344	0,484	
		4	0,5	0,45	0,6	1,414	1,485	0,337	
		5	0,5	0,6	0,4	1,414	1,414	0,354	
		6	0,65	0,4	0,5	1,414	1,273	0,511	
	2	1	0,8	0,2	0,4	1,414	0,849	0,943	
		2	0,9	0,4	0,5	1,414	1,273	0,707	
		3	0,65	0,5	0,45	1,414	1,344	0,484	
		4	0,5	0,45	0,6	1,414	1,485	0,337	
		5	0,55	0,6	0,4	1,414	1,414	0,389	
		6	0,6	0,4	0,5	1,414	1,273	0,471	
	3	1	0,8	0,2	0,4	1,414	0,849	0,943	
		2	0,95	0,4	0,5	1,414	1,273	0,746	
		3	0,6	0,5	0,45	1,414	1,344	0,447	
		4	0,5	0,45	0,6	1,414	1,485	0,337	
		5	0,55	0,6	0,4	1,414	1,414	0,389	
		6	0,6	0,4	0,5	1,414	1,273	0,471	
Etil Asetat 20 Menit	1	1	0,8	0,3	0,4	1,414	0,990	0,808	0,525
		2	1,05	0,4	0,5	1,414	1,273	0,825	
		3	0,5	0,5	0,35	1,414	1,202	0,416	
		4	0,45	0,35	0,6	1,414	1,344	0,335	
		5	0,55	0,6	0,5	1,414	1,556	0,354	
		6	0,55	0,5	0,5	1,414	1,414	0,389	
	2	1	0,75	0,3	0,4	1,414	0,990	0,758	
		2	1	0,4	0,45	1,414	1,202	0,832	
		3	0,6	0,45	0,35	1,414	1,131	0,530	
		4	0,45	0,35	0,6	1,414	1,344	0,335	
		5	0,55	0,6	0,5	1,414	1,556	0,354	
		6	0,55	0,5	0,5	1,414	1,414	0,389	
	3	1	0,8	0,3	0,4	1,414	0,990	0,808	
		2	1,05	0,4	0,5	1,414	1,273	0,825	
		3	0,45	0,5	0,35	1,414	1,202	0,374	
		4	0,5	0,35	0,6	1,414	1,344	0,372	
		5	0,55	0,6	0,5	1,414	1,556	0,354	
		6	0,55	0,5	0,5	1,414	1,414	0,389	

Etil Asetat 30 Menit	1	1	0,7	0,4	0,6	1,414	1,414	0,495	0,414
		2	1	0,6	0,6	1,414	1,697	0,589	
		3	0,5	0,6	0,4	1,414	1,414	0,354	
		4	0,55	0,4	0,7	1,414	1,556	0,354	
		5	0,45	0,7	0,6	1,414	1,838	0,245	
		6	0,6	0,6	0,5	1,414	1,556	0,386	
	2	1	0,75	0,4	0,5	1,414	1,273	0,589	
		2	0,95	0,5	0,6	1,414	1,556	0,611	
		3	0,55	0,6	0,4	1,414	1,414	0,389	
		4	0,5	0,4	0,7	1,414	1,556	0,321	
		5	0,5	0,7	0,6	1,414	1,838	0,272	
		6	0,6	0,6	0,5	1,414	1,556	0,386	
	3	1	0,8	0,4	0,6	1,414	1,414	0,566	
		2	0,9	0,6	0,6	1,414	1,697	0,530	
		3	0,55	0,6	0,4	1,414	1,414	0,389	
		4	0,55	0,4	0,7	1,414	1,556	0,354	
		5	0,45	0,7	0,6	1,414	1,838	0,245	
		6	0,6	0,6	0,5	1,414	1,556	0,386	

Lampiran 9. Dokumentasi Penelitian

9.1 Preparasi Sampel Daun Sirsak



Gambar 1. Daun sirsak



Gambar 2. Pencucian daun sirsak



Gambar 3. Pemotongan daun sirsak



Gambar 4. Daun sirsak dikeringkan



Gambar 5. Serbuk sampel

9.2 Ekstraksi Ultrasonik



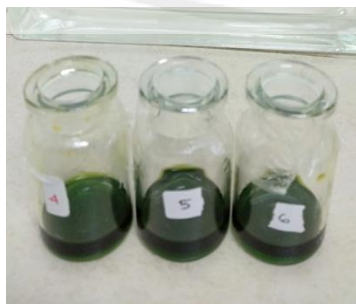
Gambar 6. Penimbangan serbuk



Gambar 7. Serbuk dilarutkan



Gambar 8. Ekstraksi ultrasonik



Gambar 9. Filtrat ekstrak kasar daun sirsak

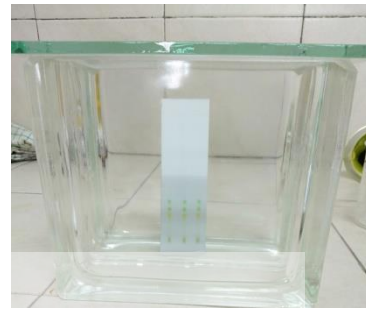
9.3 Kromatografi Lapis Tipis



Gambar 10. Penjenuhan eluen



Gambar 11. Penotolan



Gambar 12. Proses elusi

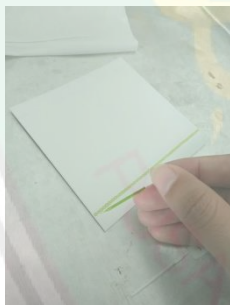


Gambar 13. Hasil KLT tanpa lampu UV



Gambar 14. Hasil KLT di bawah lampu UV 366 nm

9.4 Proses Identifikasi FTIR



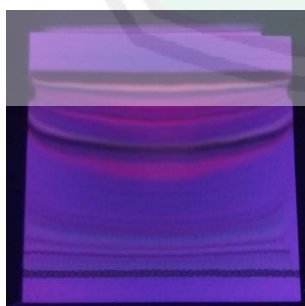
Gambar 15. Penotolan



Gambar 16. Elusi



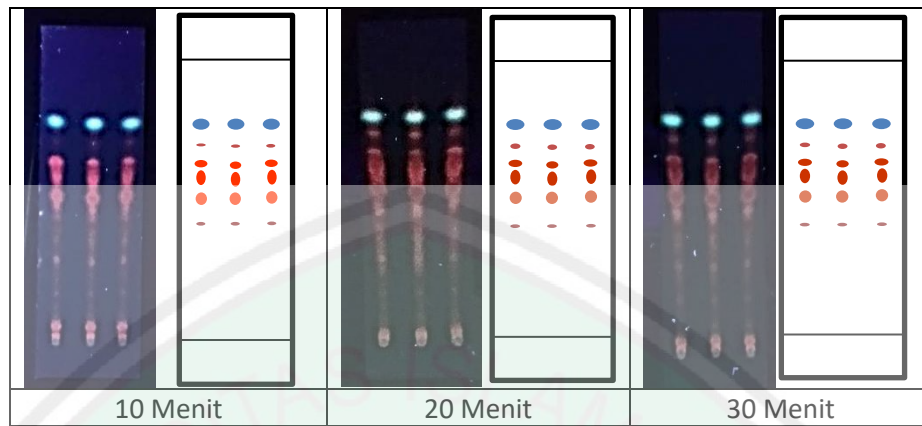
Gambar 17. Hasil elusi tanpa lampu UV



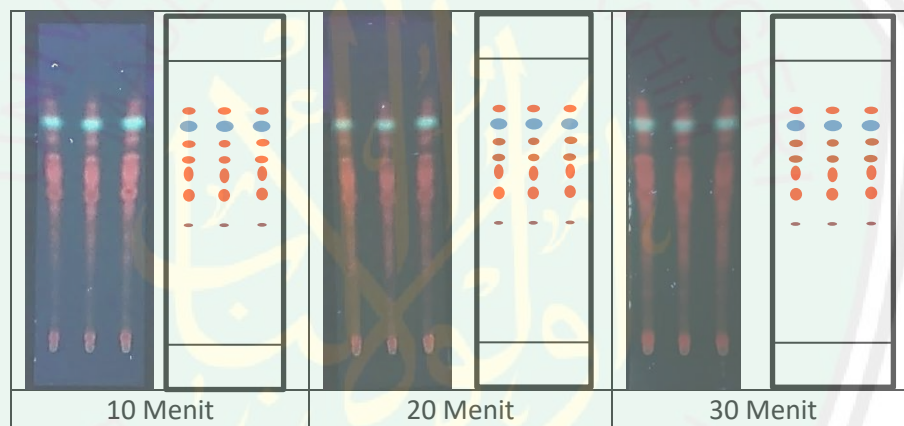
Gambar 18. Hasil elusi di bawah lampu UV 366 nm

9.5 KLT

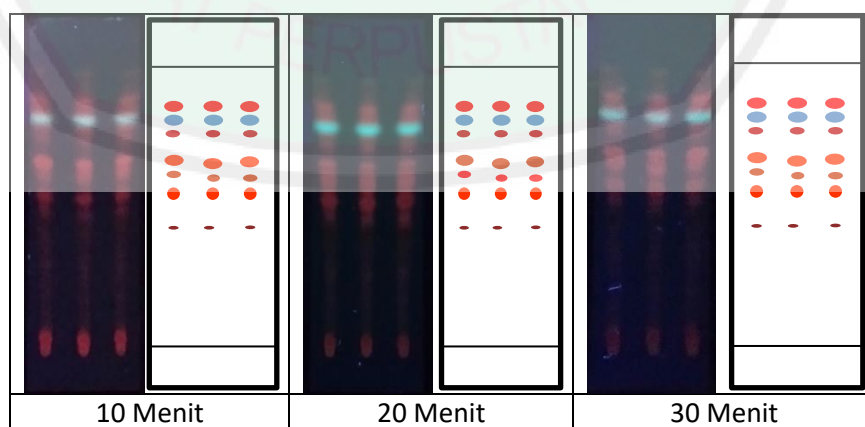
9.5.1 KLT Metanol



9.5.2 KLT Etanol

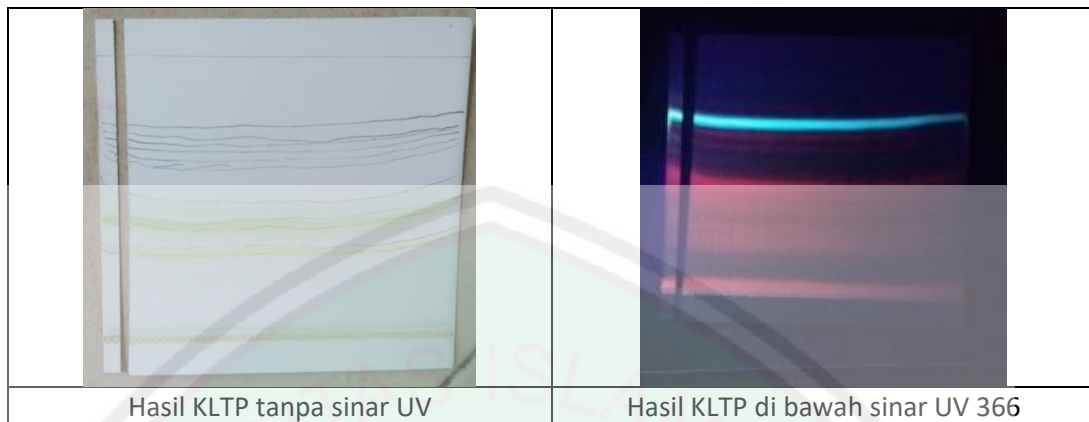


9.5.3 KLT Etil Asetat



9.6 KLTP

9.6.1 KLTP Metanol

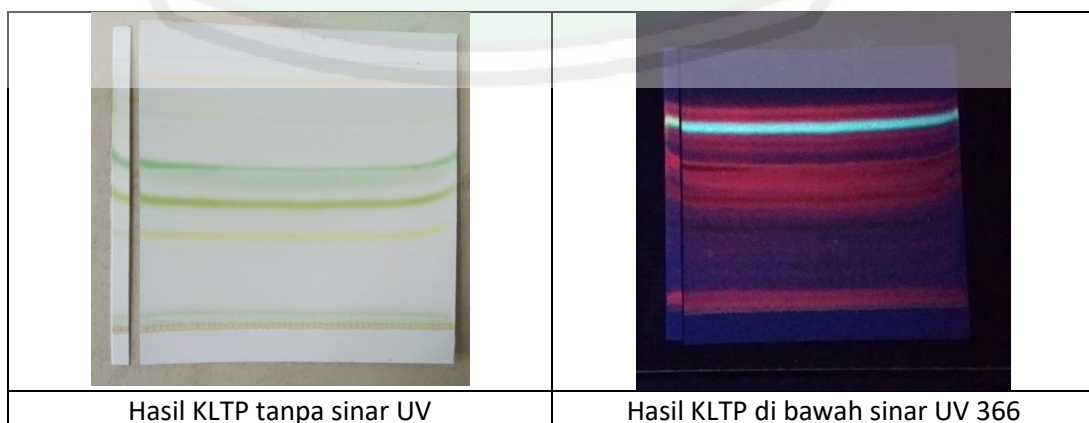


Noda	Nilai Rf	Warna noda tanpa lampu UV	Warna noda di bawah lampu UV pada 366 nm		*Rf Referensi (0,20-0,70)
			sebelum disemprot reagen	setelah disemprot reagen	
1	0,35	kuning	merah	Merah	-
2	0,42	Hijau	merah	Merah	-
3	0,46	Hijau kebiruan	merah	Jingga	+
4	0,64	Hijau kebiruan	merah	Merah	-
5	0,66	-	merah	Merah	-
6	0,69	-	merah	Merah	-
7	0,74	Hijau	biru	Biru	-

*Rupprecht,dkk (1990)

Keterangan : (+) mengandung senyawa asetogenin; (-) tidak mengandung senyawa asetogenin

9.6.2 KLTP Etanol

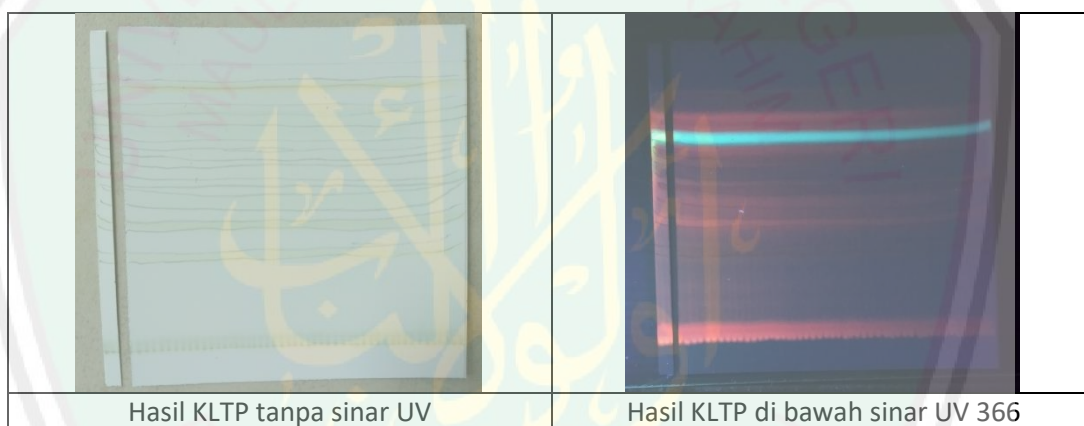


Noda	Nilai Rf	Warna noda tanpa lampu UV	Warna noda di bawah lampu UV pada 366 nm		*Rf Referensi (0,20-0,70)
			sebelum disemprot reagen	setelah disemprot reagen	
1	0,34	kuning	merah	merah	-
2	0,47	hijau	merah	merah	-
3	0,56	hijau kebiruan	merah	jingga	+
4	0,60	hijau kebiruan	merah	merah	-
5	0,70	-	merah	merah	-
6	0,74	-	merah	merah	-
7	0,79	hijau	biru	biru	-
8	0,84	-	merah	merah	-

*Rupprecht,dkk (1990)

Keterangan : (+) mengandung senyawa asetogenin; (-) tidak mengandung senyawa asetogenin

9.6.3 KLTP Etil Asetat



Hasil KLTP tanpa sinar UV

Hasil KLTP di bawah sinar UV 366

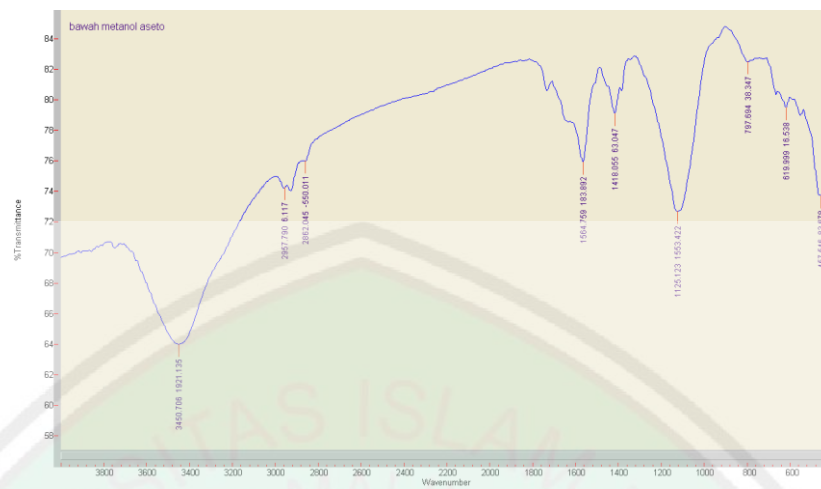
Noda	Nilai Rf	Warna noda tanpa lampu UV	Warna noda di bawah lampu UV pada 366 nm		*Rf Referensi (0,20-0,70)
			sebelum disemprot reagen	setelah disemprot reagen	
1	0,34	kuning	merah	merah	-
2	0,44	hijau	merah	merah	-
3	0,53	hijau kebiruan	merah	jingga	+
4	0,59	hijau kebiruan	merah	merah	-
5	0,69	-	merah	Merah	-
6	0,72	-	merah	Merah	-
7	0,76	hijau	biru	Biru	-
8	0,83	-	merah	Merah	-

*Rupprecht,dkk (1990)

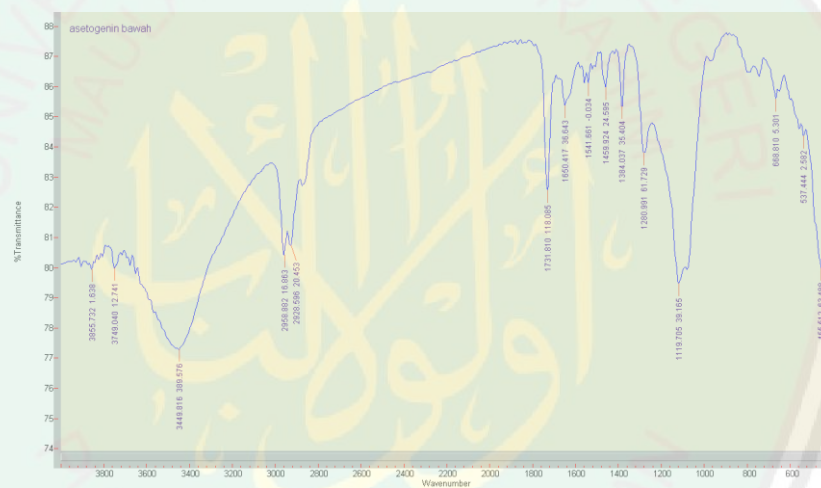
Keterangan : (+) mengandung senyawa asetogenin; (-) tidak mengandung senyawa asetogenin

9.7 Hasil FTIR

9.7.1 Spektrogram FTIR Metanol



9.7.2 Spektrogram FTIR Etanol



9.7.3 Spektrogram FTIR Etil Asetat

