

**UJI KESTABILAN SENYAWA ASETOGENIN DALAM PLAT SILIKA
DAN EKSTRAK KASAR BERDASARKAN EKSTRAKSI ULTRASONIK
PADA DAUN SIRSAK (*Annona muricata* L.)**

SKRIPSI

**Disusun oleh:
REZHA GHOFI MASRUOH
NIM. 14630032**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**UJI KESTABILAN SENYAWA ASETOGENIN DALAM PLAT SILIKA
DAN EKSTRAK KASAR BERDASARKAN EKSTRAKSI ULTRASONIK
PADA DAUN SIRSAK (*Annona muricata* L.)**

SKRIPSI

**Disusun oleh:
REZHA GHOFI MASRUROH
NIM. 14630032**

**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)**

**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS SAINS DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS ISLAM NEGERI MAULANA MALIK IBRAHIM
MALANG
2021**

**UJI KESTABILAN SENYAWA ASETOGENIN DALAM PLAT SILIKA
DAN EKSTRAK KASAR BERDASARKAN EKSTRAKSI ULTRASONIK
PADA DAUN SIRSAK (*Annona muricata* L.)**

SKRIPSI

**Disusun oleh:
REZHA GHOFI MASRUROH
NIM. 14630032**

**Telah diperiksa dan Disetujui untuk diuji
Tanggal: 15 Juni 2021**

Pembimbing I



**Elok Kamilan Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002**

Pembimbing II



**Ahmad Hanapi, M.Sc
NIP. 19851225 20160801 1 069**

**Mengetahui,
Ketua Program Studi**



**Elok Kamilan Hayati, M.Si
NIP. 19790620 200604 2 002**

**UJI KESTABILAN SENYAWA ASETOGENIN
DALAM PLAT SILIKA DAN EKSTRAK KASAR BERDASARKAN
EKSTRAKSI ULTRASONIK PADA DAUN SIRSAK (*Annona muricata* L.)**

SKRIPSI

**Disusun oleh:
Rezha Ghofi Masruroh
NIM. 14630032**

**Telah Dipertahankan di Depan Dewan Penguji Skripsi
Dan Dinyatakan Diterima Sebagai Salah Satu Persyaratan
Untuk Memperoleh Gelar Sarjana Sains (S.Si)
Tanggal: 15 Juni 2021**

Penguji Utama	: Rachmawati Ningsih, M.Si NIP. 19810811 200801 010	 (.....)
Ketua Penguji	: Diana Chandra Dewi, M.Si NIP. 19779720 200312 2 001	 (.....)
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 Program Studi**



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

PERNYATAAN KEASLIAN TULISAN

Saya yang bertanda tangan dibawah ini:

Nama : Rezha Ghofi Masruroh
NIM : 14630032
Fakultas/Jurusan : Sains dan Teknologi / Kimia
Judul Penelitian : Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin dalam Plat Silika dan Ekstrak Kasar Berdasarkan Ekstraksi Ultrasonik Pada Daun Sirsak (Annona Muricata L.)

Menyataka dengan sebenarnya bahwa skripsi yang saya tulis ini benar-benar merupakan hasil karya sendiri, bukan merupakan pengambilan data, tulisan atau pikiran orang lain yang saya akui sebagai hasil tulisan atau pikiran saya sendiri, kecuali dengan mencantumkan sumber kutipan pada daftar pustaka. Apabila dikemudian hari terbukti atau dapat dibuktikan skripsi ini merupakan hasil jiplakan, maka saya bersedia menerima sanksi atas perbuatan tersebut.

Malang,
Yang Membuat Pernyataan,



Rezha Ghofi Masruroh
NIM. 14630032

HALAMAN PERSEMBAHAN

Alhamdulillahrabbi'l'alamin Puji syukur kehadiran Allah SWT atas segala rahmat dan karunia-Nya akhirnya dapat menyelesaikan naskah skripsi ini. Tanpa kehendak-Nya dan dukungan dari orang-orang sekitar, saya tidak akan mampu menyelesaikan naskah skripsi ini dengan baik. Oleh karena itu, saya ingin mempersembahkan tulisan ini untuk:

1. Keluarga dan kedua orangtua saya ayah Sukarmanto , mama Tri Wahyuningsih dan adik saya Wahyu Tegar Prakoso yang selalu memberikan nasehat, dukungan berupa materi, kasih sayang, dan doa untuk kesuksesan serta kelancaran dalam perkuliahan dan pengerjaan skripsi saya.
2. Dosen-dosen serta laboran Kimia UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang selalu membimbing, menasehati, mengajari, dan mendukung saya. Terutama kepada pembimbing skripsi bu Elok Kamilah Hayati, M.Si yang selalu sabar dalam membimbing saya.
3. Diri saya sendiri yang telah mampu bertahan sejauh ini, yang selalu berusaha melakukan yang terbaik atas setiap keputusan yang secara pribadi diambil. Terimakasih telah berusaha melanjutkan mimpi yang sempat tertunda.
4. Teman-teman khususnya sahabat-sahabat saya yang membantu dan memberi dukungan selama masa perkuliahan dan pengerjaan skripsi.

MOTTO

فَإِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا (٥) إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا (٦) فَإِذَا فَرَغْتَ فَانصَبْ (٧)

“Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan(5), sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan(6), Maka apabila kamu telah selesai (dari sesuatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain(7).”

KATA PENGANTAR

Segala puji syukur kehadirat Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat, hidayah, dan karunia-Nya kepada penulis sehingga dapat menyelesaikan proposal penelitian yang berjudul *“Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin Dalam Plat Dan Larutan Berdasarkan Ekstraksi Ultrasonik Pada Daun Sirsak (Annona Muricata L.)”*.

Shalawat serta salam senantiasa tercurahkan kepada junjungan kita, Nabi Muhammad SAW yang telah membimbing kita ke jalan yang benar, yaitu jalan yang diridhai Allah SWT. Proposal penelitian ini merupakan salah satu syarat untuk menyelesaikan program S-1 (Strata-1) di Program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.

Penulisan Proposal penelitian ini tidak luput dari bantuan semua pihak, baik secara langsung maupun tidak langsung. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada:

1. Orang tua penulis, Ibu Tri Wahyuningsih dan Bapak Sukarmanto, serta saudara yang telah banyak memberikan perhatian, nasihat, doa, dan dukungan baik moril maupun materil kepada penulis yang tak mungkin terbalaskan.
2. Bapak Prof. Dr. H. Abd. Haris, M.Ag, selaku Rektor Universitas Islam Negeri (UIN) Maulana Malik Ibrahim Malang.
3. Ibu Dr. Sri Harini, M.Si, selaku Dekan Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang.
4. Ibu Elok Kamilah Hayati, M.Si selaku ketua program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang sekaligus selaku pembimbing utama penelitian yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memberi pengarahan, nasehat dan motivasi kepada penulis dalam menyelesaikan proposal penelitian ini.
5. Bapak Hanapi, M. Sc. Selaku pembimbing agama penelitian yang telah meluangkan waktu untuk membimbing, memberi pengarahan, nasehat dan motivasi kepada penulis dalam menyelesaikan proposal penelitian ini.

6. Seluruh dosen program studi Kimia Fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang yang telah mengalirkan ilmu, pengetahuan, pengalaman, wacana dan wawasannya, sebagai pedoman dan bekal bagi penulis.
7. Teman-teman seperjuangan yang selalu mengingatkan dan memberi semangat serta masukan agar naskah ini segera terselesaikan.
8. Seluruh pihak yang terkait secara langsung maupun tidak langsung yang tidak dapat saya sebutkan satu persatu yang telah ikut memberikan bantuan dan motivasi selama pembuatan proposal penelitian ini sampai dengan terselesaikannya proposal ini.

Penulis menyadari adanya kekurangan dan keterbatasan dalam penelitian ini. Oleh karena itu, dengan segala kerendahan hati penulis mengharapkan kritik dan saran yang bersifat membangun dari semua pihak demi penyempurnaan penelitian ini. Akhir kata, penulis berharap semoga penelitian ini dapat bermanfaat bagi kita semua, yaitu bagi penulis pada khususnya dan bagi pembaca pada umumnya. Amin.

Malang, Juni 2021

Penulis

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PERSETUJUAN	ii
HALAMAN PENGESAHAN	iii
HALAMAN PERNYATAAN	iv
HALAMAN PERSEMBAHAN	v
MOTTO	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
ABSTRAK	xiv

BAB I PENDAHULUAN

1.1	Latar Belakang	1
1.2	Rumusan Masalah	5
1.3	Tujuan	5
1.4	Batasan Masalah	6
1.5	Manfaat Penelitian	7

BAB II TINJAUAN PUSTAKA

2.1	Daun Sirsak	8
2.2	Ekstraksi Asetogenin pada Daun Sirsak dengan Metode Ultrasonik	9
2.3	Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)	14
2.4	Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Spektrofotometer FTIR	20

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

3.1	Waktu dan Tempat Pelaksanaan	22
3.2	Alat dan Bahan	22
3.2.1	Alat	22
3.2.2	Bahan	23
3.3	Rancangan Penelitian	23
3.4	Tahapan Penelitian	24
3.5	Metode Penelitian.....	25
3.5.1	Preparasi Sampel dan Ekstraksi Senyawa Asetogenin dengan Ultrasonik	26
3.5.2	Uji Kestabilan Asetogenin dalam Sampel.....	26
3.5.3	Uji Kestabilan Asetogenin dalam Plat KLT.....	27
3.5.4	Uji kestabilan Senyawa Asetogenin dalam Sampel dan Plat KLT dengan Kromatografi Lapis Tipis Presentatif	27
3.5.5	Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Spektrofotometer FTIR	28
3.6	Analisis Data	28

3.6.1 Analisis Data dengan Kromatografi Lapis Tipis.....	28
3.6.2 Analisis Data dengan Spektrofotometer FTIR.....	29

BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel	30
4.2 Ekstraksi Sampel Daun Sirsak dengan Metode Ultrasonik	30
4.3 Uji Kestabilan Asetogenin dalam sampel dan plat KLT dengan Kromatografi Lapis Tipis	32
4.4 Identifikasi Senyawa Asetogenin dengan Spektrofotometer FTIR	42
4.5 Kajian Hasil Penelitian Dalam Prespektif Sains dan Islam.....	45

BAB V PENUTUP

5.1 Kesimpulan	47
5.2 Saran.....	48

DAFTAR PUSTAKA	49
LAMPIRAN	52

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1 Tanaman Sirsak	9
Gambar 2.2 Struktur Asetogenin.....	10
Gambar 2.3 Stabilitas Sampel pada plat dan larutan.....	16
Gambar 2.4 Stabilitas Sampel pada plat dan larutan.....	17
Gambar 2.5 Stabilitas Sampel pada plat dan larutan.....	18
Gambar 2.6 Spektra FTIR Ekstrak Hasil Isolasi Daun Sirsak	19
Gambar 4.1 Hasil KLTA ekstrak kasar daun sirsak pada variasi waktu stabilitas sampel 1 jam, 2 jam, dan 3 jam di bawah lampu UV 254 nm.....	33
Gambar 4.2 Hasil KLTA ekstrak kasar daun sirsak variasi waktu stabilitas pada plat KLT 1 jam, 2 jam, dan 3 jam di bawah lampu UV 254 nm.	36
Gambar 4.3 Reaksi Asetogenin dan reagen vanillin-sulfat.....	39
Gambar 4.4 Hasil pengamatan sebelum disemprot reagent dan setelah disemprot reagent di bawah lampu UV 366 nm	40
Gambar 4.5 Visualisasi warna noda ekstrak kasar daun sirsak.....	41
Gambar 4.6 Hasil Spektrofotometer FTIR isolat senyawa asetogenin uji kestabilan pada sampel.....	42
Gambar 4.7 Hasil Spektrofotometer FTIR isolat senyawa asetogenin uji kestabilan pada Plat KLT	44

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1 Jenis Annonaceous Asetogenin dalam Daun Sirsak	10
Tabel 3.1 Analisis Data variasi lama pendiaman pada sampel	28
Tabel 3.2 Analisis Data variasi lama pendiaman plat KLT	29
Tabel 4.1 Hasil Rf Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin ekstrak kasar daun sirsak pada Sampel.....	34
Tabel 4.2 Perbandingan intensitas warna noda hasil Rf Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin ekstrak kasar daun sirsak pada plat KLT	36
Tabel 4.3 Hasil Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin pada Plat KLT	37
Tabel 4.4 Perbandingan intensitas warna noda hasil Rf Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin ekstrak kasar daun sirsak pada plat KLT	36
Tabel 4.5 Interpretasi isolate dugaan senyawa asetogenin.....	43

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Tahapan Penelitian	52
Lampiran 2. Skema Kerja	53
Lampiran 3. Pembuatan Reagen	56
Lampiran 4 Perhitungan Nilai Rf.....	57
Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian.....	64
Lampiran 6. Hasil FTIR	66

ABSTRAK

Masruroh, R.G. 2019. **Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin Dalam Plat Dan Larutan Berdasarkan Ekstraksi Ultrasonik Pada Daun Sirsak (*Annona Muricata L.*)**. Skripsi. Program studi 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

Kata Kunci : daun sirsak (*Annona Muricata L.*), Kestabilan larutan dan plat, Asetogenin

Sirsak (*Annona muricata L.*) merupakan salah jenis tanaman dari familia Annonaceae yang mempunyai manfaat besar bagi kehidupan manusia. Beberapa penelitian menyatakan bahwa daun sirsak mengandung senyawa asetogenin yang mengandung banyak manfaat, melihat manfaatnya yang beragam maka diperlukan uji kestabilan senyawa asetogenin pada sampel dan plat KLT. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui stabilitas profil ekstrak daun sirsak. Hal untuk mengetahui batas lama waktu penyimpanan sampel dan plat KLT sehingga dapat diketahui batas lama waktu asetogenin masih dapat diekstrak.

Uji kestabilan pada sampel dan plat KLT pada penelitian ini dilakukan dengan cara mengekstraksi daun sirsak menggunakan metode ekstraksi ultrasonik menggunakan pelarut etanol selama 20 menit dengan frekuensi 42 Hz. Eluen yang digunakan adalah perbandingan eluen etil asetat: n-heksana (4:6) sebagai fasa gerak dan plat KLT yang digunakan adalah plat silika GF₂₅₄ sebagai fasa diam. Variasi yang digunakan pada penelitian ini adalah variasi waktu yaitu pendiaman pada sampel dan plat KLT selama 1, 2 dan 3 jam. Selanjutnya hasil terbaik akan di KLTP yang kemudian diidentifikasi gugus fungsinya dengan spektrofotometer FTIR.

Hasil terbaik pada uji stabilitas pada sampel dan plat KLT yaitu waktu pada variasi 1 jam baik pada uji kestabilan sampel maupun plat KLT, hasil terbaik ini yang kemudian diidentifikasi spot yang diduga mengandung asetogenin terbanyak serta dilakukannya identifikasi menggunakan FTIR. Hasil analisis FTIR terhadap ekstrak daun sirsak pada noda ke 2 memberikan informasi dugaan isolat asetogenin yang mengandung gugus spesifik berupa OH, C-H, C=O, C=C, dan C-O.

ABSTRACT

Masruroh, R.G. 2019. **Stability Test for Asetogenin Compounds in Plates and Solutions Based on Ultrasonic Extraction in Soursop Leaves (*Annona Muricata* L.)**. Proposal. Department of Chemistry, Faculty of Science and Technology, The State Islamic University of Maulana Malik Ibrahim Malang. Supervisor I: Elok Kamilah Hayati, M.Si; Supervisor II: Ahmad Hanapi, S.Si., M.Sc.

Keywords : Soursop Leaves (*Annona muricata* L.), stability test on the TLC solution and plate, Asetogenin.

Soursop (*Annona muricata* L.) is a type of plant from the Annonaceae family that has great benefits for human life. Several studies stated that soursop leaves contain acetogenin compounds which contain many benefits, seeing the various benefits, it is necessary to test the stability of acetogenin compounds on samples and TLC plates. This study aims to determine the profile stability of soursop leaf extract. This is to determine the length of time for storing samples and TLC plates so that it can be seen that the time limit for acetogenin can still be extracted.

The stability test on the TLC solution and plate in this study was carried out by extracting soursop leaves using an ultrasonic extraction method using ethanol for 20 minutes with a frequency of 42 Hz. The effluent used was the ratio of ethyl acetate: n-hexane eluent (4: 6) as the mobile phase and the TLC plate used was the silica GF₂₅₄ plate as the stationary phase. The variation used in this study is the time variation that is the replacing of TLC samples and plates for 1, 2 and 3 hours. Furthermore, the best results will be in KLTP, which will then be identified by the functional group by FTIR spectrophotometer.

The best results on the TLC plate and sample stability test were 1 hour variance, then identification of the spot suspected to contain the most asetogenin and identification using FTIR. The results of FTIR analysis of the soursop leaf extract on spot 2 provided information on suspicion that asetogenin isolates contained specific groups in the form of OH, C-H, C = O, C = C, and C-O.

مستخلص البحث

مسرورة ، ر. ج. (2021). اختبار الاستقرار لمركبات الأسيروجينين في الأطباق و المحاليل بناءً على الاستخراج بالموجات فوق الصوتية لأوراق القشطة الشائكة (*Annona Muricata L.*). البحث العلمي. قسم الكيمياء ، كلية العلوم و التكنولوجيا ، جامعة مولانا مالك إبراهيم الإسلامية الحكومية مالانج. المشرف الأول: إيلوك كاملة حياتي الماجستير ؛ المشرف الثاني: أحمد حنفي الماجستير.

الكلمات المفتاحية: : أوراق القشطة الشائكة (*Annona Muricata L.*) ، ثبات المحلول و اللوح ، الأسيروجينين

القشطة الشائكة (*Annona Muricata L.*) هي نوع من النباتات من عائلة *Annonaceae* لها فوائد كبيرة لحياة الإنسان ، و هي نبات فاكهة مع متطلبات غذائية و مكون طبي تقليدي له فوائد عديدة. ذكرت العديد من الدراسات أن أوراق قشطة شائكة تحتوي على مركبات الأسيروجينين التي تحتوي على العديد من الفوائد مثل السرطان ، و مضاد التغذية ، و حتى يمكن استخدامها كمبيد حشري. بالنظر إلى الفوائد المختلفة ، من الضروري اختبار ثبات العينة و لوحة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة (KLT) لتحديد طول الفترة الزمنية لتخزين العينة و لوحة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة بحيث يمكنك معرفة طول الفترة الزمنية التي لا يزال من الممكن خلالها استخراج العينة من الأسيروجينين. تم إجراء اختبار الثبات لمحلول و صفيحة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة في هذه الدراسة عن طريق استخراج أوراق قشطة شائكة باستخدام طريقة الاستخراج بالموجات فوق الصوتية باستخدام الإيثانول لمدة 20 دقيقة بتردد 42 هرتز. كان البننت إيثيل أسيتات المستخدم هو: ن الهكسان (4: 6) كمرحلة متحركة و لوحة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة المستخدمة هي لوحة سيليكيا GF₂₅₄ كمرحلة ثابتة. كان الاختلاف المستخدم في هذه الدراسة هو اختلاف الوقت ، أي الغمر في لوح أناليت و كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة لمدة 1 و 2 و 3 ساعات. علاوة على ذلك ، ستكون أفضل النتائج في كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة التحضيرية (KLTP) حيث يتم بعد ذلك تحديد المجموعات الوظيفية باستخدام مقياس الطيف الضوئي لتحويل طيف الأشعة تحت الحمراء (FTIR). كانت أفضل النتائج على لوحة كروماتوجرافيا الطبقة الرقيقة و اختبار الثبات التحليلي هي التباين لمدة ساعة واحدة ، ثم تم تحديد البقعة المشتبه في احتوائها على معظم الأسيروجينين و تم إجراء التحديد باستخدام مقياس الطيف الضوئي لتحويل طيف الأشعة تحت الحمراء. قدمت نتائج تحليل مقياس الطيف الضوئي لتحويل طيف الأشعة تحت الحمراء لمستخلص أوراق قشطة شائكة في البقعة 2 معلومات عن الاشتباه في أن C-O و C=C و C=O و C-H و OH عزلات الأسيروجينين تحتوي على مجموعات محددة في شكل

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Asetogenin merupakan salah satu senyawa bioaktif yang memiliki banyak manfaat diantaranya sebagai antikanker, antidefendant, antiinflamasi, obat-obatan dan lain-lain. Asetogenin memiliki kemampuan sitotoksik yang dapat menghambat dan menghentikan pertumbuhan sel kanker (Rachmani, 2012). Dan kemampuan asetogenin lebih kuat 10.000 kali dibandingkan kemoterapi (Wijaya, 2012). Asetogenin dapat diperoleh dari beberapa sumber salah satunya tanaman sirsak. Seluruh bagian pada tanaman sirsak mengandung senyawa aktif yang bermanfaat untuk mengobati berbagai macam penyakit. Salah satunya daun sirsak, daun sirsak merupakan bagian tanaman yang mengandung senyawa flavonoid, tanin, fitosterol, kalsium oksalat, asetogenin, dan alkaloid. Antioksidan yang terkandung dalam daun sirsak antara lain adalah vitamin C (Hidayat, 2008). Hal ini sebagai mana disebutkan dalam Al-Qur'an Surah Asy-Su'ara [26] ayat 7 :

أَوَلَمْ يَرَوْا إِلَى الْأَرْضِ كَيْفَ أَنْبَتْنَا فِيهَا مِنْ كُلِّ زَوْجٍ كَرِيمٍ (٧)

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

Pada Al-Qur'an Surah Asy-Su'ara [26] ayat 7 menjelaskan bahwa di bumi telah Allah telah menciptakan bermacam-macam tumbuhan yang baik dan memiliki banyak manfaat. Senyawa-senyawa tersebut, terutama asetogenin memiliki kemampuan sitotoksik yang dapat menghambat dan menghentikan pertumbuhan sel kanker. Namun, banyaknya kandungan variasi senyawa kimia

dalam suatu ekstrak tanaman obat (Fitokimia) merupakan faktor kesulitan dalam menjamin keamanan dan pengendalian mutu dari tanaman obat tersebut.

Melihat manfaat dari senyawa asetogenin yang ada pada daun sirsak yang sangat beragam maka diperlukan uji stabilitas senyawa asetogenin dalam daun sirsak. Kandungan komponen kimia dalam daun sirsak dapat berbeda antar individu tanaman dengan individu tanaman lainnya. Hal ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu lingkungan tempat tumbuh tanaman, perlakuan pasca panen, suhu, dan lain-lain (Liang et al, 2004). Berdasarkan hal tersebut, diperlukan suatu metode analitik untuk evaluasi kualitas bahan baku maupun produk obat herbal berbasis daun sirsak melalui komponen kimianya. Oleh karena itu perlu dilakukan evaluasi komponen kimianya untuk kendali mutu daun sirsak agar kualitas, khasiat, dan keamanannya terjamin. Validasi metode merupakan bukti formal bahwa suatu metode sesuai untuk digunakan (Reich dan Anne, 2007). Pada penelitian ini kedepannya diharapkan dapat menjadi acuan untuk validasi metode sehingga kedepannya metode yang dikembangkan dapat digunakan dalam mengevaluasi kualitas dan stabilitas daun sirsak.

Senyawa asetogenin dalam daun sirsak dapat diperoleh melalui ekstraksi ultrasonik. Ekstraksi untuk memperoleh senyawa asetogenin dengan metode ultrasonik merupakan cara yang lebih cepat dan efisien. Metode ultrasonik menggunakan gelombang ultrasonik yaitu gelombang akustik dengan frekuensi lebih besar dari 16-20 kHz. Salah satu kelebihan metode ekstraksi ultrasonik adalah untuk mempercepat proses ekstraksi, dibandingkan dengan ekstraksi termal atau ekstraksi konvensional, metode ultrasonik ini lebih aman, lebih singkat, dan meningkatkan jumlah rendemen kasar. Hal ini disebabkan oleh getaran

gelombang yang diberikan pada sampel selama proses ekstraksi menimbulkan gelembung-gelembung yang dapat memecah dinding sel sehingga dapat terekstrak lebih banyak (Thompson, 1999). Ultrasonik juga dapat menurunkan suhu operasi pada ekstrak yang tidak tahan panas, sehingga tepat untuk diterapkan pada ekstraksi senyawa bioaktif tidak tahan panas (Zou, 2014). Hal ini sesuai dengan penelitian Haijun (2010), yang menyatakan bahwa senyawa yang terdapat dalam daun sirsak merupakan senyawa yang tidak tahan panas dan pada suhu $>60^{\circ}\text{C}$ dapat mengalami perubahan struktur serta menghasilkan ekstrak yang rendah dengan pelarut organik menggunakan metode ekstraksi lainnya.

Uji stabilitas senyawa asetogenin dalam daun sirsak dapat dilakukan dengan media KLT. Hal ini karena kandungan senyawa aktif yang terdapat dalam suatu sampel dapat dianalisis metode analisis kromatografi seperti kromatografi lapis tipis (KLT) (Martono *et al.* 2016). Hasil Analisis identifikasi kromatografi lapis tipis (KLT) dapat memberikan data kongkrit yang berguna untuk menunjukkan konsistensi dan stabilitas produk herbal (Mohammad *et al.* 2010). Analisis ini juga mampu mengontrol stabilitas mutu karena mampu menunjukkan komposisi komponen kimia secara menyeluruh serta konsentrasi relatifnya (Liang *et al.* 2009). Menurut Reich dan Anne (2007), Sampel dikatakan stabil di dalam larutan dan pada plat selama rentang waktu tertentu jika tidak ada perbedaan pada tiap trek kromatogram.

Berdasarkan penelitian Effendi (2016), dilakukan uji kestabilan sampel dan kestabilan plat KLT sampel meniran dengan variasi sampel segar dan didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang. Hasil penelitian menunjukkan tidak adanya perbedaan jumlah, posisi, warna dan intensitas pita. Menurut penelitian

Jannah (2016), dilakukan uji kestabilan sampel dan kestabilan plat KLT pada sampel batang dan daun brotowali dengan pereaksi asam sulfat dengan variasi sampel segar dan didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang. Hasil penelitian menunjukkan tidak adanya perbedaan jumlah, posisi, warna dan intensitas pita. Hal ini juga didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Yolanda (2017), Ekstrak sebanyak 20 μL diaplikasikan 4 jalur. Ekstrak segar daun sidaguri diaplikasikan pada jalur 1. Kemudian ekstrak tersebut disimpan dan plat didiamkan selama tiga jam. Disiapkan juga ekstrak segar daun sidaguri yang diaplikasikan pada jalur 2 segera sebelum elusi. Selanjutnya ekstrak yang telah disimpan selama 3 jam diaplikasikan pada jalur 3 serta diaplikasikan pula ekstrak segar daun sidaguri pada jalur 4 segera sebelum elusi. Berdasarkan hasil terlihat bahwa spot berada pada satu garis diagonal persimpangan dua fase gerak. Hal ini menunjukkan bahwa sampel dan plat KLT stabil.

Pentingnya mengetahui kestabilan senyawa dalam sampel adalah agar kita mampu mengahui batas maksimal sampel dapat disimpan tanpa mempengaruhi kandungan senyawa aktif di dalamnya. Pada penelitian ini akan dilakukan analisis pendiaman pada plat silika dan ekstrak kasar daun sirsak selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam yang sebelumnya telah di ekstraksi ultrasonik dengan pelarut yaitu etanol dan rasio bahan : pelarut yang digunakan 1 :10 (Handayani, 2015). Identifikasi yang digunakan untuk mengetahui pemisahan senyawa asetogenin dari daun sirsak yaitu kromatografi lapis tipis (KLT) dengan eluen yang digunakan adalah eluen etil asetat: n-heksana (4:6) serta diidentifikasi gugus fungsi asetogenin menggunakan spektrofotometer FTIR.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka rumusan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Bagaimana hasil kromatogram KLT senyawa asetogenin dari daun sirsak (*Annona muricata Linn*) setelah sampel dan plat KLT didiamkan berdasarkan variasi lama pendiaman sampel dan plat KLT?
2. Bagaimana hasil identifikasi spektrofotometer FTIR kestabilan sampel dan kestabilan plat KLT senyawa asetogenin pada daun sirsak (*Annona muricata Linn*)?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan rumusan masalah tersebut, maka tujuan dari penelitian ini adalah:

1. Untuk mengetahui hasil kromatogram KLT senyawa asetogenin dari daun sirsak (*Annona muricata Linn*) setelah sampel dan plat KLT didiamkan berdasarkan variasi lama pendiaman sampel dan plat KLT
2. Untuk mengetahui hasil identifikasi spektrofotometer FTIR kestabilan sampel dan kestabilan plat KLT senyawa asetogenin pada daun sirsak (*Annona muricata Linn*)

1.4 Batasan Masalah

Batasan masalah dari penelitian ini adalah :

1. Sampel yang digunakan adalah daun sirsak (*Annona muricata Linn*) yang diambil di daerah Malang.

2. Metode ekstraksi yang digunakan adalah metode ekstraksi ultrasonik dengan frekuensi 42 KHz pada suhu kamar.
3. Perbandingan berat : volume yaitu 1 : 10.
4. Variasi lama pendiaman pada plat silika dan ekstrak kasar daun sirsak adalah selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam.
5. Suhu yang digunakan untuk mendinginkan sampel adalah suhu ruang.
6. Pelarut yang digunakan adalah etanol.
7. Lama ekstraksi yang digunakan 20 menit.
8. Menggunakan metode kromatografi lapis tipis dengan eluen etil asetat: n-heksana (4:6).
9. Identifikasi senyawa asetogenin dengan menggunakan spektrofotometer FTIR
10. Penelitian ini menggunakan one way anova

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah untuk memberikan informasi batas lama sampel daun sirsak (*Annona muricata Linn*) yang diekstraksi dengan metode ekstraksi ultrasonik dan kestabilan plat KLT dapat disimpan, sehingga kedepannya tanaman obat dapat terkendali mutu kualitas dan keamanan penggunaannya.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Daun Sirsak

Daun sirsak (*Annona muricata* L.) merupakan salah bagian tanaman dari jenis familia Annonaceae yang mempunyai manfaat besar bagi kehidupan manusia, daun sirsak banyak digunakan sebagai tanaman obat, karena memiliki khasiat obat dan digunakan sebagai obat dalam penyembuhan maupun pencegahan penyakit. Daun sirsak mengandung senyawa flavonoid, tanin, fitosterol, kalsium oksalat, asetogenin, dan alkaloid (Hidayat, 2008). Tahun 1999, dalam salah satu majalah "*The Journal of Natural Products*", telah melaporkan bahwa kandungan senyawa asetogenin pada daun sirsak (*Annona muricata* L.) sangat berkhasiat sebagai antitumor. Tahun 2003, negara Taiwan juga melaporkan bahwa kandungan asetogenin daun sirsak (*Annona muricata* L.) mengandung sifat toksik yang tinggi terhadap sel kanker ovarium, serviks, dan sel kanker kulit dengan dosis yang rendah. Senyawa asetogenin memiliki kemampuan sitotoksik yang dapat menghambat dan menghentikan pertumbuhan sel kanker (Rachmani, 2012). Dan kemampuan asetogenin lebih kuat 10.000 kali dibandingkan kemoterapi (Wijaya, 2012).

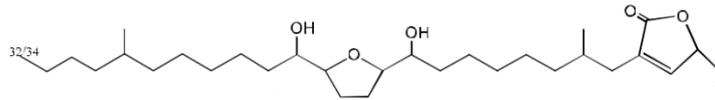


Gambar 2.1 Daun Sirsak

Morfologi dari daun sirsak adalah berbentuk bulat dan panjang, dengan bentuk daun menyirip dengan ujung daun meruncing, permukaan daun mengkilap, serta berwarna hijau muda sampai hijau tua (Sunarjono, 2005). Daun sirsak berwarna hijau muda sampai hijau tua memiliki panjang 6-18 cm, lebar 3-7 cm, bertekstur kasar, berbentuk bulat telur, ujungnya lancip pendek, daun bagian atas mengkilap hijau dan gundul pucat kusam di bagian bawah daun, berbentuk lateral saraf. Daun sirsak memiliki bau tajam menyengat dengan tangkai daun pendek sekitar 3-10 mm (Radi, 1998). Menurut Zuhud (2011), daun sirsak yang dengan kandungan antioksidan yang tinggi terdapat pada daun yang tumbuh pada urutan ke-3 sampai ke-5 dari pangkal batang daun. Daun yang terlalu muda belum banyak asetogenin yang terbentuk, sedangkan kadar asetogenin pada daun yang terlalu tua sudah mulai rusak sehingga kadarnya berkurang. Pada tanaman sirsak terdapat senyawa bioaktif seperti tanin, flavonoid, polifenol, asetogenin, dan saponin banyak terdapat pada daun sirsak. Senyawa-senyawa tersebut terutama senyawa asetogenin memiliki kemampuan sitotoksik yang dapat menghambat dan menghentikan pertumbuhan sel kanker (Handayani, 2016).

2.2 Ekstraksi Senyawa Asetogenin dalam Daun Sirsak dengan Metode Ultrasonik

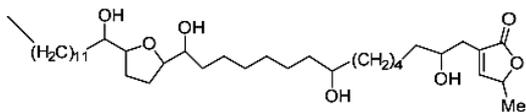
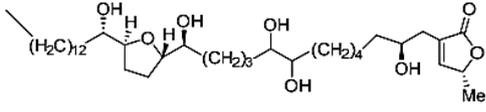
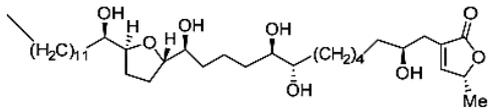
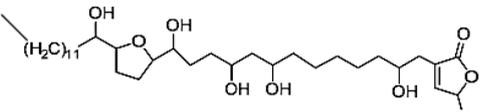
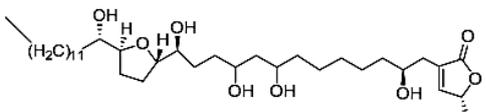
Annonaceous asetogenin merupakan kelompok dari produk alami poliketida yang diisolasi dari tanaman famili Annonaceae. Sifat umum dari molekul ini adalah berupa rantai panjang asam lemak sepanjang 35 atau 37 karbon yang diakhiri γ -lakton. Gambar struktur umumnya dapat dilihat pada gambar 2.2 :

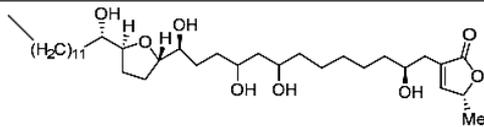
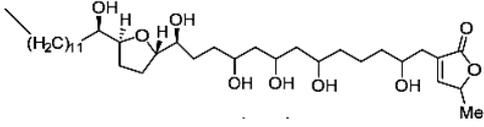
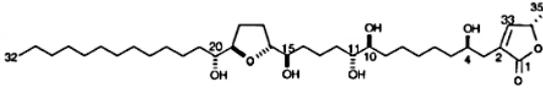
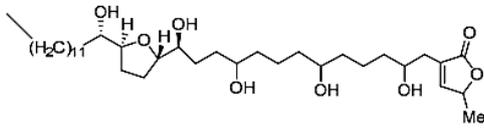
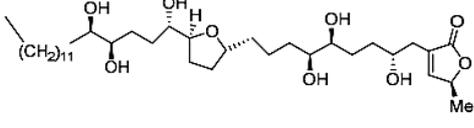
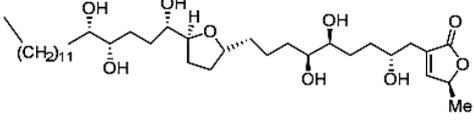
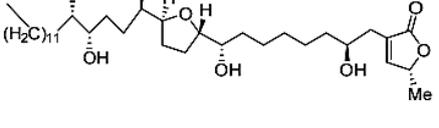
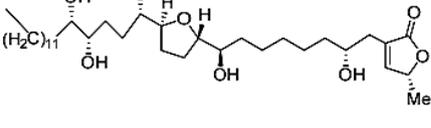
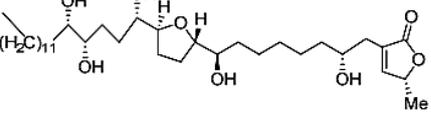


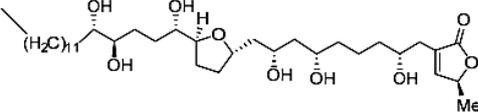
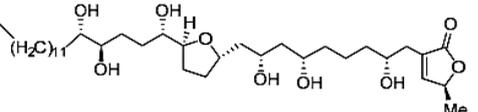
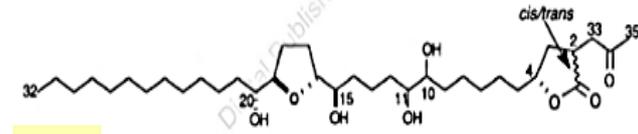
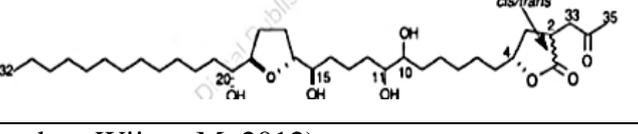
Gambar 2.2 Struktur asetogenin

Terdapat 18 asetogenin jenis pada daun sirsak. Asetogenin dari daun ini telah diteliti memiliki sifat sitotoksik terhadap sel kanker yang telah teruji secara *in vitro*. Selain itu asetogenin juga bersifat sebagai antitumor, antimikroba, antiparasit, antimalaria, antimikroba, antivirus dan antifeedant (Kemenkes RI, 2011; Zuhud, 2011). Oleh karena itu daun sirsak terus diteliti dan diterapkan pada berbagai pengobatan terutama di Indonesia (Retnani, 2011).

Tabel 2. 1 Jenis Annonaceous Asetogenin dalam Daun Sirsak

No	Nama	Struktur
1	Annomutacin	
2	Annomuricin-A	
3	Annomuricin-B	
4	Muricatocin-A	
5	Muricatocin-B	

6	Annomuricin-C	
7	Annohexocin	
8	Annomuricin-E	
9	Muricapentocin	
10	Murihexocin-A	
11	Murihexocin-B	
12	Annopentocin-A	
13	Annopentocin-B	
14	Annopentocin-C	

15	Muricoreacin	
16	Murihexocin-C	
17	Cis- Annomuricinone-D	
18	Trans- Annomuricinone-D	

(Sumber: Wijaya M, 2012)

Sifat fisika kimia zat aktif asetogenin yaitu memiliki nilai log P sebesar 7,71 yang menunjukkan bahwa asetogenin bersifat sedikit polar dan mudah larut dalam pelarut organik. Struktur asetogenin akan berubah pada suhu di atas 60°C. Oleh karena itu metode ekstraksi yang dilakukan pada penelitian ini adalah metode ultrasonik. Prinsip dasar dari ekstraksi ultrasonik yaitu gelombang ultrasonik yang merambat melalui medium yang dilewati akan mengalami getaran. Getaran yang terjadi akan menimbulkan suatu gelembung yang dapat memecah dinding sel suatu tanaman, sehingga senyawa pada tanaman dapat terekstrak lebih banyak karena getaran yang diberikan pada proses ekstraksi mengakibatkan pengadukan yang intensif antara bahan dan pelarut, sehingga dapat mempercepat proses ekstraksi. Frekuensi dari ultrasonik yaitu antara 20 kHz – 500 MHz (Thompson, dkk , 1999).

Menurut penelitian Handayani (2016) terhadap daun sirsak, menunjukkan bahwa ekstraksi ultrasonik dengan pelarut etanol selama 20 menit diperoleh rendemen sebesar 11,72%. Kelebihan dari metode ekstraksi ultrasonik yaitu proses ekstraksi berlangsung lebih cepat daripada metode ekstraksi konvensional (Garcia dan Castro, 2004). Selain itu, metode ini lebih aman (Zou, dkk, 2014) dan meningkatkan jumlah rendemen (Supardan, dkk, 2011), sedangkan menurut Fuadi (2012) menyatakan bahwa pada penelitian ekstraksi ultrasonik sebagai alat bantu ekstraksi oleoresin jahe menunjukkan bahwa proses ekstraksi menggunakan ultrasonik menghasilkan rendemen sebesar 7,434% dalam waktu 4 jam, sedangkan rendemen yang hampir sama diperoleh dalam waktu 7 jam untuk ekstraksi Soxhlet, sehingga dapat disimpulkan bahwa metode ekstraksi berbantuan ultrasonik memiliki efisiensi waktu hampir 50% dibandingkan ekstraksi Soxhlet.

2.3 Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Struktur asetogenin akan berubah pada suhu di atas 60°C. Ketika berada diatas suhu tersebut struktur asetogenin mengalami kerusakan (Haijun, 2010). Untuk mengetahui kestabilan senyawa asetogenin pada daun sirsak dilakukan uji pendiaman ekstrak kasar dan plat silika KLT. Kestabilan dapat didefinisikan sebagai tolak ukur dimana suatu produk, sampel, atau larutan untuk bertahan selama batas yang telah ditetapkan dan disimpan selama kurun waktu tertentu tanpa adanya perubahan sifat dan karakteristik seperti saat dibuat pertama kali. Pengukuran konsentrasi pada berbagai selang waktu memperlihatkan adanya

kestabilan dan ketidakstabilan senyawa dari suatu larutan pada perubahan waktu tertentu (Ansel, 1989). Uji stabilitas ada dua macam yaitu (Voight, 1994):

1. Uji stabilitas selama penyimpanan

Penyimpanan suatu larutan selama jangka waktu tertentu dengan kondisi penyimpanan meliputi suhu, cahaya, udara dan kelembaban dalam suatu ruangan atau lemari es dan dapat dikontrol kondisi larutannya.

2. Uji stabilitas dipercepat

Dilakukan pereaksian untuk dapat memepercepat reaksi suatu senyawa dalam larutan terhadap kecepatan reaksi terhadap suhu penyimpanan.

Menurut Reich dan Anne (2007), sampel dikatakan stabil di dalam larutan dan pada plat selama rentang waktu tertentu jika tidak ada perbedaan pada tiap trek kromatogram. Stabilitas visualisasi kromatogram perlu untuk diperiksa karena terdapatnya jeda waktu tunggu penyelesaian tahap kromatografi dan deteksi/dokumentasi. Selain itu dalam penelitian ini tahap derifatisasi juga termasuk bagian dari metode, sehingga akan menambah jeda waktu tunggu. Dengan adanya jeda waktu tunggu, kromatogram dalam plat dapat berubah.

Uji stabilitas merupakan salah satu parameter yang digunakan untuk validasi metode. Validasi metode diantaranya terdiri dari uji stabilitas, presisi, ketegaran dan spesifitas. Analisis validasi metode secara kualitatif dengan metode KLT yaitu nilai R_f , pola noda/spot, dan warna zona pita (Reich dan Schibli, 2006). Stabilitas bertujuan untuk mengevaluasi atau mengontrol kualitas dari komponen atau senyawa aktif pada variasi waktu pendiaman tertentu. Uji stabilitas pada sampel dan plat KLT bertujuan untuk mengontrol R_f tiap spot seiring bertambahnya waktu pendiaman pada pola kromatogramnya.

Manfaat diketahuinya waktu kestabilan adalah kita mampu mengetahui batas lama sampel dapat disimpan sehingga kedepannya dapat diaplikasikan untuk melakukan validasi metode pada suatu produk sehingga pada lama penyimpanan tertentu kandungan senyawa aktif di dalam sampel tidak akan rusak. Hal ini sebagaimana dalam islam, aktifitas validasi metode yang kemudian kedepannya akan menjadi manajemen mutu menurut Islam merupakan sesuatu yang berulang-ulang, menyerupai lingkaran (siklus) atau berbentuk seperti lingkaran ulir atau spiral maju kedepan yang selalu mengarah kepada perbaikan. Sebagaimana penelitian ini, dilakukan beberapa parameter yaitu variasi waktu untuk mengetahui lama waktu kestabilan sampel dalam larutan dan plat KLT. Kejadian ini dikemukakan ayat-ayat dalam Al Qur'an surat Al-Insyirah [94] ayat 5 sampai 7 yang berbunyi :

فَإِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا (٥) إِنَّ مَعَ الْعُسْرِ يُسْرًا (٦) فَإِذَا فَرَغْتَ فَانصَبْ (٧)

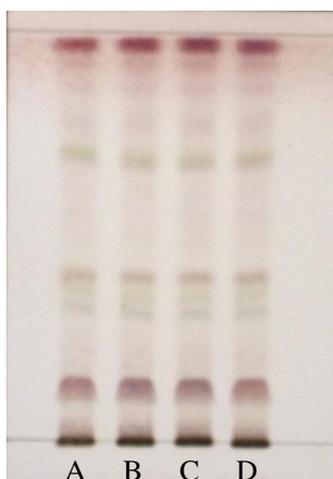
Artinya : Karena sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan(5), sesungguhnya sesudah kesulitan itu ada kemudahan(6), Maka apabila kamu telah selesai (dari sesuatu urusan), kerjakanlah dengan sungguh-sungguh (urusan) yang lain(7).

Pada ayat ke 5 dan 6 diulang perkataan “Sesudah Kesulitan Itu Ada Kemudahan” ini berarti suatu siklus. Satu siklus dikerjakan dengan sungguh-sungguh, kemudian dikerjakan pula siklus kedua dengan sungguh-sungguh (ayat 7). Pada ayat-ayat Al-Insyirah [94] diatas jelas terlihat penting melakukan pekerjaan dengan berulang-ulang dan sungguh-sungguh, sehingga diperoleh hasil yang lebih baik dari pengalaman pekerjaan pertama begitulah seterusnya. Artinya untuk jenis produk tentu ketika didapatkan kesulitan, kemudian dilakukan perbaikan dan dikerjakan dengan sungguh-sungguh maka akan diperoleh hasil yang

lebih baik begitulah seterusnya. Hasil perbaikan akan menghilangkan beban, memberikan kemudahan, kelapangan dan meningkatkan nama karena pengalaman dan pengetahuan yang diperoleh dari menyelesaikan kesulitan tersebut.

Hal ini juga sebagaimana yang terdapat didalam penelitian ini. Peneliti melakukan penelitian dengan maksud kedepannya dapat memudahkan generasi berikutnya untuk menggunakan hasil marker dari penelitian ini sehingga tidak lagi ditemukan kesulitan. Hal ini juga tersirat dari ayat tersebut bahwasanya setelah kita melalui kesulitan maka akan Allah SWT berikan kemudahan setelahnya.

Berdasarkan penelitian Effendi (2016), dilakukan uji kestabilan sampel meniran dengan variasi sampel segar dan didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang. Hasil penelitian menunjukkan tidak adanya perbedaan jumlah, posisi, warna dan intensitas pita. Hal ini di tunjukkan oleh gambar 2.3. Hal ini menandakan bahwa sampel stabil selama tiga jam baik pada plat maupun di dalam larutan.



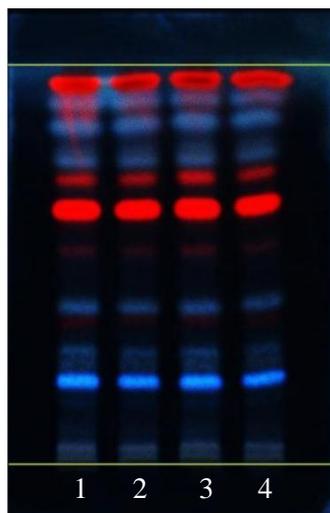
Gambar 2.3 Stabilitas sampel pada plat dan dalam larutan (a) sampel yang diaplikasikan 3 jam sebelum kromatografi, (b) sampel yang diaplikasikan sesaat sebelum kromatografi, (c) sampel yang dideteksi 3 jam sebelum kromatografi (3 jam dalam larutan), (d) sampel yang diaplikasikan sesaat sebelum kromatografi (identik dengan b). Dokumentasi menggunakan reagen anisaldehyda pada sinar tampak. Fase gerak kloroform-diklorometana (9:1) (v/v).

Menurut penelitian Jannah (2016), dilakukan uji kestabilan sampel batang dan daun brotowali dengan pereaksi asam sulfat dengan variasi sampel segar dan didiamkan selama 3 jam pada suhu ruang. Hasil penelitian menunjukkan tidak adanya perbedaan jumlah, posisi, warna dan intensitas pita. Hal ini di tunjukkan oleh gambar 2.4. Hal ini menandakan bahwa sampel stabil selama tiga jam baik pada plat maupun di dalam larutan.



Gambar 2.4 Stabilitas analit batang dan daun brotowali selama 3 jam dalam plat dan dalam larutan visualisasi menggunakan sinar UV 366 nm dengan pereaksi asam sulfat

Penelitian diatas didukung oleh penelitian yang dilakukan oleh Yolanda (2017), Ekstrak sebanyak 20 μ L diaplikasikan 4 jalur. Ekstrak segar daun sidaguri diaplikasikan pada jalur 1. Kemudian ekstrak tersebut disimpan dan plat didiamkan selama tiga jam. Disiapkan juga ekstrak segar daun sidaguri yang diaplikasikan pada jalur 2 segera sebelum elusi. Selanjutnya ekstrak yang telah disimpan selama 3 jam diaplikasikan pada jalur 3 serta diaplikasikan pula ekstrak segar daun sidaguri pada jalur 4 segera sebelum elusi. Berdasarkan hasil terlihat bahwa spot berada pada satu garis diagonal persimpangan dua fase gerak (Gambar 2.5). Hal ini menunjukkan bahwa sampel stabil.



Gambar 2.5 Stabilitas sampel daun sidaguri selama 3 jam dalam plat dan dalam larutan visualisasi menggunakan sinar UV 366 nm dengan pereaksi asam sulfat. 1 (sampel 3 jam sebelum kromatografi), 2 (sampel segar segera sebelum kromatografi), 3 (sampel 3 jam sebelum aplikasi pada plat), dan 4 (sampel segar segera sebelum kromatografi).

Kandungan komponen kimia dalam suatu tanaman dapat berbeda antar individu tanaman dengan individu tanaman lainnya. Hal ini dapat disebabkan oleh beberapa faktor, yaitu lingkungan tempat tumbuh tanaman, perlakuan pasca panen, suhu, dan lain-lain (Liang et al. 2004). Berdasarkan hal tersebut, diperlukan suatu metode analitik untuk evaluasi kualitas bahan baku maupun produk obat herbal berbasis daun sirsak melalui komponen kimianya. Oleh karena itu perlu dilakukan evaluasi komponen kimianya untuk kendali mutu daun sirsak agar kualitas, khasiat, dan keamanannya terjamin dengan menguji stabilitas senyawa asetogenin dalam ekstrak kasar dan pada plat silika KLT. Stabilitas sampel harus diperiksa sebelum kromatografi baik didalam larutan dan pada plat, karena sampel harus stabil selama proses analisis (Koll et al, 2003). Kestabilan penting pada KLT mengingat metode ini merupakan sistem terbuka. Keberadaan sampel yang berada pada permukaan plat yang sangat adsorban dapat dipengaruhi

oleh udara, cahaya, asap, debu, suhu dan faktor -faktor lain yang dapat merubah sampel. Sampel dikatakan stabil didalam larutan dan pada plat selama rentang waktu tertentu jika tidak ada perbedaan pada tiap trek kromatogram (Reich dan Anne 2007)

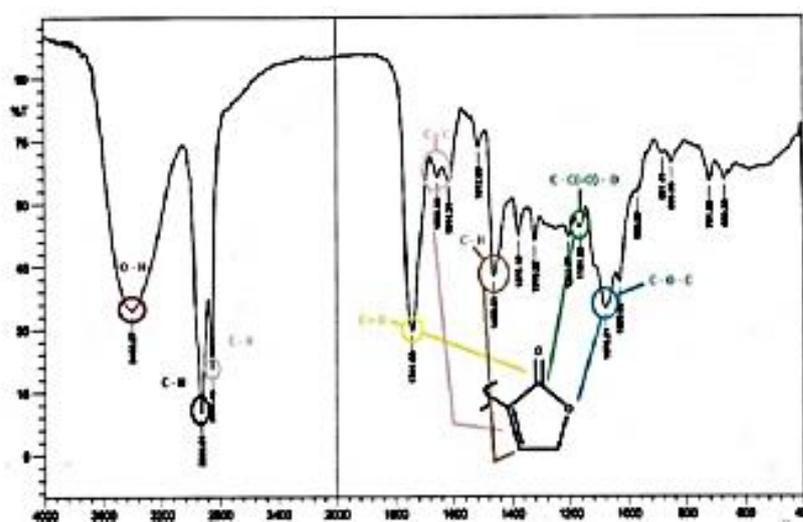
Kendali mutu merupakan hal yang penting untuk menjaga identitas, konsistensi, dan keaslian suatu tumbuhan obat seperti meniran (Herdiana 2010). Salah satu cara yang dapat digunakan untuk hal tersebut yaitu dengan melakukan evaluasi bahan baku tumbuhan obat melalui keberadaan senyawa kimianya melalui pola spot menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT). Pola spot KLT dari suatu tumbuhan dapat memberikan informasi mengenai komponen kimia pada tumbuhan obat melalui pola kromatogramnya tanpa memerhatikan jenis kandungan komponennya (Wiandanie 2010).

Menurut Wijaya (2012), asetogenin dapat dideteksi menggunakan cara menyemprotkan pereaksi vanilin-sulfat pada spot KLT. Asetogenin akan terdeteksi dengan warna kuning hingga olive setelah dipanaskan selama 5 menit. Fungsi dari pemberian pereaksi ini adalah agar menegaskan bahwa pada ekstrak kasar hasil ekstraksi daun sirsak dengan metode ultrasonik terdapat senyawa asetogenin. Apabila terdapat spot berwarna kuning hingga olive, diduga kuat bahwa senyawa asetogenin pada percobaan ini dikatakan stabil pada variasi waktu tersebut.

2. 4 Identifikasi Senyawa Asetogenin Spektrofotometer FTIR

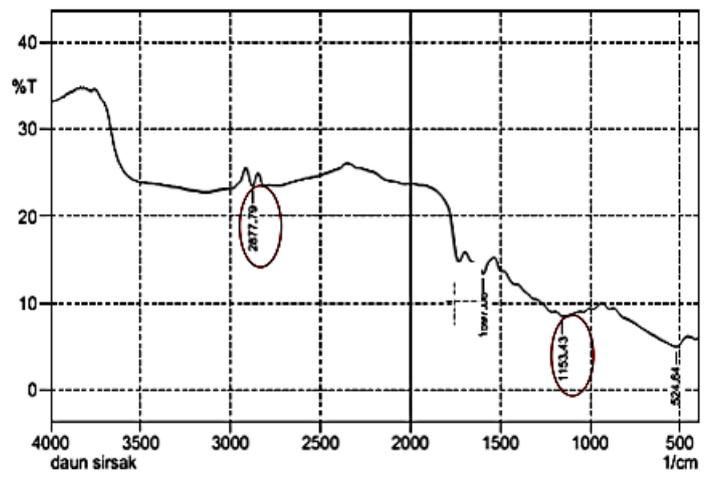
Identifikasi senyawa asetogenin lebih jauh, dapat digunakan spektrofotometer inframerah yang mengukur serapan radiasi inframerah pada

bilangan gelombang 4000-500 cm^{-1} . Spektrofotometri inframerah dapat digunakan untuk mendeteksi gugus fungsi senyawa dan menganalisis campuran. Pada senyawa Asetogenin memiliki ciri khas berupa adanya gugus lakton pada salah satu ujungnya sehingga karakterisasi menggunakan spektrofotometri IR dapat membantu. Pada hasil Spektrofotometri IR yang ditunjukkan oleh Gambar 2.5, serapan pada 3400 cm^{-1} cukup lebar yang menunjukkan adanya gugus O-H alkohol, O-H alkohol memiliki ciri khas berupa bentuk serapan yang melebar pada 3600-3300 cm^{-1} . Serapan khas lainnya terdapat pada 2925 cm^{-1} yang menunjukkan adanya rantai C-H yang tidak simetris dan 2854 cm^{-1} yang menandakan adanya rantai menunjukkan adanya C-H simetris, kedua gugus yang berdekatan tersebut menunjukkan vibrasi adanya rantai C-H sp^3 . Vibrasi pada 1460 cm^{-1} merupakan vibrasi C-H bengkok berupa vibrasi guntingan (Pradana, 2015). Pada serapan 1741 cm^{-1} mengindikasikan serapan dari gugus lakton, serapan khas pada area tersebut berasal dari gugus C=O pada γ - butirolakton (cincin yang beranggotakan lima) yang dimungkinkan lakton dari asetogenin.



Gambar 2.6 Spektra FTIR Ekstrak Hasil Isolasi Daun Sirsak

Hasil penelitian Nurhayani (2016) pada gambar 2.6 :



Gambar 2.7 Spektra FTIR Ekstrak Hasil Isolasi Daun Sirsak

Pada gambar diatas, menunjukkan adanya senyawa yang diduga adalah asetogenin dalam sampel diantaranya tetrahydrofuran, lakton, ikatan karbon alifatik, dan fenol. Dapat dilihat bahwa pada hasil analisis daun sirsak sebelum dilakukan ekstraksi terdapat peak-peak tertentu mengandung beberapa gugus yang menunjukkan adanya asetogenin pada bahan baku tersebut.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1 Tempat dan Waktu Pelaksanaan

Percobaan ini dilaksanakan di Laboratorium Kimia Analisis program studi Kimia fakultas Sains dan Teknologi UIN Maulana Malik Ibrahim Malang. Adapun pelaksanaannya dimulai pada bulan September 2019 sampai Desember 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, etanol, n-heksana, etil asetat, vanilin, asam sulfat dan plat silika G₆₀F₂₅₄.

3.3 Rancangan Penelitian

Penelitian dilaksanakan dengan metode deskriptif kualitatif. Pertama diambil daun sirsak sebanyak 1 kg dan dikeringanginkan kemudian dihaluskan. Selanjutnya diayak dengan ayakan 80 mesh. Serbuk kasar yang diperoleh

diekstraksi menggunakan alat ultrasonik dengan pelarut etanol dan lama ekstraksi 20 menit. Frekuensi alat ultrasonik yang digunakan yaitu 42 kHz pada suhu kamar. Hasil ekstraksi yang diperoleh disaring dan filtratnya merupakan ekstrak kasar senyawa asetogenin. Larutan ekstrak kasar asetogenin kemudian didiamkan dengan variasi lama waktu 1 jam, 2 jam, dan 3 jam, dan ada yang ditotolkan pada plat KLT kemudian didiamkan dengan variasi lama waktu 1 jam, 2 jam, dan 3 jam. Ekstrak kasar asetogenin 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 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.

3.4 Tahap Penelitian

Penelitian ini dirancang dengan tahap sebagai berikut :

1. Preparasi sampel dan ekstraksi senyawa asetogenin dengan ultrasonik
2. Uji kestabilan senyawa asetogenin dalam sampel dan plat
3. Uji Kestabilan Senyawa asetogenin dalam Sampel dan Plat KLT dengan Kromatografi Lapis Tipis Presentatif (KLTP)
4. Identifikasi senyawa asetogenin dengan spektrofotometer FTIR
5. Analisis data

3.5 Metode Penelitian

3.5.1 Preparasi Sampel dan Ekstraksi Senyawa Asetogenin dengan Ultrasonik

Daun sirsak dipetik pada urutan daun ke 3 sampai ke 6 dari pucuk, sebanyak 1 kg dibersihkan dari kotoran dengan dicuci. Kemudian daun dipotong kecil- kecil dan dikeringanginkan. Setelah kering daun diblender hingga halus. Serbuk daun yang didapatkan diayak dengan ayakan 80 mesh. Disimpan dalam kantong plastik. Selanjutnya ekstraksi senyawa asetogenin dilakukan dengan memanfaatkan gelombang ultrasonik dengan pelarut yaitu etanol serta lama ekstraksi selama 20 menit. Ekstraksi dilakukan 3kali pengulangan perlakuan. Pertama, diambil 1 gram serbuk dan dilarutkan ke dalam 10 ml masing - masing pelarut. Rasio bahan : pelarut yang digunakan 1 :10 (Handayani, 2016). Kemudian diletakkan dalam botol ekstraksi dan diekstraksi dengan ultrasonik frekuensi 42 kHz pada suhu kamar dengan kondisi tertutup alumunium foil. Kemudian disaring hasil ekstraksi sebagai ekstrak yang diduga mengandung senyawa asetogenin

3.5.2 Uji Kestabilan Asetogenin dalam Sampel

3.5.2.1 Persiapan Plat KLT

Pemisahan senyawa asetogenin menggunakan kromatografi lapis tipis dengan plat silika G₆₀F₂₅₄ sebagai fasa diam dan eluen sebagai fasa gerak. Plat yang digunakan berukuran 3x10 cm. Selanjutnya diberi batas atas dan bawah masing- masing 1 cm dengan pensil. Setelah itu plat diaktivasi untuk menghilangkan kadar air dengan oven selama 30 menit pada suhu 100-105°C.

3.5.2.2 Persiapan Fase Gerak (Eluen)

Eluen yang digunakan adalah n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 6 : 4 (Katrin, 2014). Dimasukkan komposisi eluen kedalam bejana pengembang dan ditutup rapat untuk proses penjuhan selama 1 jam. Penjuhan dilakukan sebelum elusi untuk menyamakan tekanan uap pada lingkungan dalam bejana pengembang. Selanjutnya ekstrak kasar dilarutkan pada masing-masing variasi pelarut etanol kemudian ditotolkan pada plat silika G₆₀F₂₅₄ sebanyak 10 kali totolan menggunakan pipa kapiler dan dikeringanginkan.

3.5.2.3 Proses Uji Kestabilan Senyawa dalam Sampel

Kestabilan asetogenin dalam sampel daun sirsak dilakukan dengan cara mendiamkan sampel ekstrak kasar daun sirsak yang sudah di ekstraksi dengan ultrasonik frekuensi 42 kHz pada suhu ruang dengan variasi lama waktu 1 jam, 2 jam, dan 3 jam. Ekstrak yang telah ditotolkan pada plat dielusi dengan eluen. Plat kemudian dimasukkan pada bejana pengembang yang berisi eluen yang telah dijenuhkan. Ditutup rapat dan jangan dipindahkan hingga eluen telah mencapai batas atas pensil plat. Plat dikeringkan dan siap diidentifikasi.

3.5.2.4 Identifikasi Noda

Identifikasi spot- spot yang terbentuk pada plat silika dilakukan dibawah lampu sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Penampakan spot ditandai dengan pensil. Setelah itu plat disemprot dengan reagen vanilin sulfat dan dipanaskan pada suhu 70°C selama 5 menit, diukur Rf dari masing- masing spot dan diamati warna spot yang dihasilkan.

3.5.3 Uji Kestabilan Asetogenin dalam Plat KLT

3.5.3.1 Persiapan Plat KLT dan Uji kestabilan dalam plat

Pemisahan senyawa asetogenin menggunakan kromatografi lapis tipis dengan plat silika G₆₀F₂₅₄ sebagai fasa diam dan eluen sebagai fasa gerak. Plat yang digunakan berukuran 3x10 cm. Selanjutnya diberi batas atas dan bawah masing- masing 1 cm dengan pensil. Setelah itu plat diaktivasi untuk menghilangkan kadar air dengan oven selama 30 menit pada suhu 100-105°C. Kestabilan asetogenin dalam plat KLT dilakukan dengan cara menotolkan sampel ekstrak kasar daun sirsak yang sudah di ekstraksi dengan ultrasonik frekuensi 42 kHz pada plat KLT kemudian didiamkan dengan variasi lama waktu 1 jam, 2 jam, dan 3 jam.

3.5.3.2 Persiapan Fase Gerak (Eluen)

Eluen yang digunakan adalah adalah n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 6 : 4 (Katrin, 2014). Dimasukkan komposisi eluen kedalam bejana pengembang dan ditutup rapat untuk proses penjenuhan selama 1 jam. Penjenuhan dilakukan sebelum elusi untuk menyamakan tekanan uap pada lingkungan dalam bejana pengembang. Selanjutnya ekstrak kasar dilarutkan pada masing-masing variasi pelarut etanol kemudian ditotolkan pada plat silika G₆₀F₂₅₄ sebanyak 10 kali total menggunakan pipa kapiler dan dikeringanginkan.

3.5.3.3 Proses Uji Kestabilan Senyawa dalam Plat KLT

Ekstrak yang telah ditotolkan pada plat dielusi dengan eluen. Plat kemudian dimasukkan pada bejana pengembang yang berisi eluen yang telah dijenuhkan. Ditutup rapat dan jangan dipindahkan hingga eluen telah mencapai batas atas pensil plat. Plat dikeringkan dan siap diidentifikasi.

3.5.3.4 Identifikasi Noda

Identifikasi spot- spot yang terbentuk pada plat silika dilakukan dibawah lampu sinar UV dengan panjang gelombang 254 nm. Penampakan spot ditandai dengan pensil. Setelah itu plat disemprot dengan reagen vanilin sulfat dan dipanaskan pada suhu 70°C selama 5 menit, diukur Rf dari masing- masing spot dan diamati warna spot yang dihasilkan.

3.5.4 Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin dalam Sampel dan Plat KLT dengan Kromatografi Lapis Tipis Presentatif (KLTP)

Hasil spot KLT terbaik diidentifikasi dengan Kromatografi Lapis Tipis Presentatif (KLTP). Kromatografi Lapis Tipis Presentatif (KLTP) menggunakan plat silika G₆₀F₂₅₄ sebagai fasa diam dan eluen sebagai fasa gerak. Plat yang digunakan berukuran 3x10 cm. Selanjutnya diberi batas atas dan bawah masing- masing 1 cm dengan pensil. Fasa gerak yang digunakan adalah adalah n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 6 : 4. Plat kemudian dimasukkan pada bejana pengembang yang berisi eluen yang telah dijenuhkan. Ditutup rapat dan jangan dipindahkan hingga eluen telah mencapai batas atas pensil plat. Plat dikeringkan dan siap diidentifikasi noda menggunakan lampu sinar UV dengan panjang gelombang 254 dan 366 nm. Penampakan spot ditandai dengan pensil. Setelah itu plat disemprot dengan reagen vanilin sulfat dan dipanaskan pada suhu 70° selama 5 menit, diukur Rf dari masing- masing spot dan diamati warna spot yang dihasilkan.

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

Isolat pada plat KLT yang diduga senyawa asetogenin yang diperoleh dari hasil KLTP diidentifikasi dengan spektroskopi FTIR. Pelarut pada filtrat diuapkan dengan gas N₂. Isolat dibentuk menjadi pelet dengan mencampurkan isolat bersama KBr 0,2 gram, dan dianalisis dengan spektrofotometer FTIR pada rentang bilangan gelombang 4000-400 cm⁻¹.

3.6 Analisis Data

3.6.1 Analisis Data dengan Kromatografi Lapis Tipis

Data yang diperoleh dianalisis secara deskriptif berdasarkan pola pemisahan pada masing-masing plat KLT dan penampakan noda pada kromatogram dari variasi lama pendiaman sampel dan lama pendiaman plat KLT. Sebagaimana pada tabel berikut :

Tabel 3.1 Analisis Data variasi lama pendiaman pada sampel

Lama pendiaman sampel	Nomor noda	Rf			Rata-rata Rf
		U1	U2	U3	
1 jam					
2 jam					
3 jam					

Tabel 3.2 Analisis Data variasi lama pendiaman plat KLT

Lama pendiaman plat KLT	Nomor noda	Rf			Rata-rata Rf
		U1	U2	U3	
1 jam					
2 jam					
3 jam					

3.6.2 Analisis Data dengan Spektrofotometer FTIR

Analisis data dilakukan dengan mengidentifikasi senyawa asetogenin yang didukung dari hasil spektra FTIR yang menunjukkan gugus fungsi penyusun senyawa tersebut.

BAB IV

HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1 Preparasi Sampel

Sampel yang digunakan dalam penelitian ini yaitu daun sirsak (*Annona muricata Linn.*). Preparasi sampel pada penelitian ini bertujuan untuk mengubah sampel daun menjadi serbuk sehingga dapat memperbesar luas permukaan dari sampel. Semakin luas permukaan suatu sampel maka akan memperbesar kontak antara pelarut dan sampel sehingga proses ekstraksi yang berlangsung akan lebih cepat dan maksimal. Pencucian sampel bertujuan untuk menghilangkan pengotor yang menempel pada sampel daun sirsak. Pengeringan dilakukan untuk menghilangkan kadar air sehingga sampel dapat terhindar dari jamur dan mikroba. Proses pengeringan pada penelitian ini menggunakan keringangin pada suhu ruang agar senyawa yang terkandung dalam daun sirsak tidak rusak mengingat bahwa asetogenin tidak dapat tahan terhadap suhu diatas 60°C. Hasil preparasi sampel didapatkan serbuk berwarna hijau kecoklatan dengan bau khas daun sirsak.

4.2 Ekstraksi Sampel Daun Sirsak dengan Metode Ultrasonik

Metode ekstraksi yang digunakan pada penelitian ini yaitu ekstraksi ultrasonik. Ekstraksi ultrasonik pada penelitian ini dilakukan dengan melarutkan 1 gram sampel ke dalam 10 mL pelarut etanol. Ekstraksi dilakukan selama 20 menit

pada frekuensi 42 Hz. Ekstraksi ultrasonic dilakukan dengan tujuan memperoleh ekstrak asetogenin lebih banyak dibandingkan metode lain.

Pelarut etanol memiliki kepolaran mendekati asetogenin yaitu semipolar. Sehingga dimungkinkan asetogenin dapat terekstrak lebih ketika digunakan pelarut etanol. Sebagaimana prinsip *like dissolve like* berarti suatu senyawa akan larut pada pelarut yang sama sifat kepolarannya, senyawa polar larut pada pelarut polar dan senyawa non polar larut pada senyawa non polar. Selain itu Ranisaharivony (2015) melakukan penelitian pada biji sirsak dengan pelarut etanol menghasilkan kadar asetogenin sebesar 4,2%. Penelitian Manarizky (2019) menunjukkan hasil optimal berupa 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 dengan pelarut etanol selama didapatkan rendemen sebesar yaitu 15,22 %. Oleh karena itu dipilih pelarut etanol untuk ekstraksi ultrasonic sampel daun sirsak pada penelitian ini.

4.3. Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin dalam Sampel dan Plat KLT dengan Kromatografi Lapis Tipis

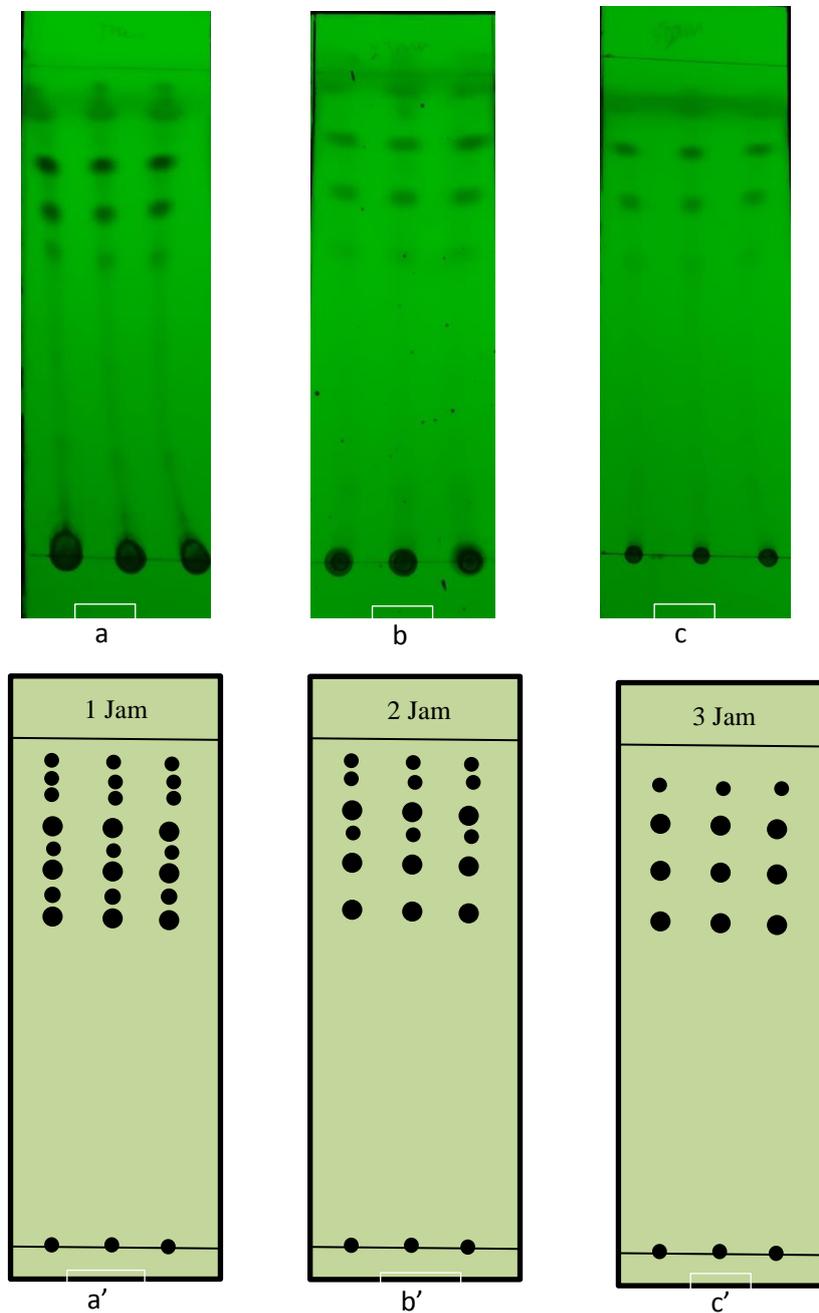
Hasil ekstraksi ultrasonik tersebut kemudian dilakukan uji kestabilan senyawa asetogenin dalam sampel dan plat KLT dengan menggunakan Kromatografi Lapis Tipis untuk mengetahui spot yang membentuk pola pemisahan paling stabil. Pada penelitian ini dilakukan variasi pendiaman sampel 1, 2 dan 3 jam untuk mengetahui kestabilan senyawa asetogenin pada sampel dan variasi 1, 2 dan 3 jam pendiaman pada plat KLT untuk mengetahui kestabilan

senyawa asetogenin setelah dilakukan penotolan pada plat KLT. Validasi metode dilakukan menggunakan teknik KLT karena teknik ini paling umum dilakukan dalam berbagai analisis multikomponen tanaman obat di bidang farmasi selain itu untuk mengetahui marker suatu senyawa metode KLT lebih sederhana, efisien, lebih cepat, memiliki kepekaan tertentu dan preparasi sampel yang sederhana. Urgensi dilakukan penelitian ini untuk memastikan stabilitas profil kromatografi ekstrak kasar daun sirsak yang memungkinkan dapat digunakan sebagai marker untuk membantu pembuatan produk yang konsisten.

Eluen yang digunakan pada penelitian ini adalah n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 6 : 4. Eluen n-heksana : etil asetat dengan perbandingan 6 : 4 telah dilakukan pada penelitian katrin (2014) dan Manarizky (2019) menunjukkan pemisahan terbaik senyawa asetogenin. 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.

Hasil penelitian menunjukkan bahwa tidak ada perbedaan jumlah, posisi, warna, dan intensitas pita pada kromatogram yang menandakan bahwa sampel stabil selama 1 jam baik pada plat KLT maupun didalam sampel. Menurut Reich dan Anne (2007) suatu sampel dikatakan stabil dalam suatu sampel dan pada plat KLT selama rentang waktu tertentu jika tidak ada perbedaan pada tiap trek kromatogram. Kestabilan senyawa asetogenin ekstrak daun sirsak pada sampel ditunjukkan pada Gambar 4.1. Noda-noda yang dihasilkan oleh pemisahan ekstrak

kasar daun sirsak dianalisis noda pada kestabilannya ditunjukkan pada variasi uji 1 jam.



Gambar 4.1 Hasil KLTA ekstrak kasar daun sirsak pada variasi waktu stabilitas sampel 1 jam, 2 jam, dan 3 jam di bawah lampu UV 254 nm.

Keterangan: a. Hasil KLTA dengan waktu kestabilan sampel 1jam
 a'. Ilustrasi KLTA dengan waktu kestabilan sampel 1 jam
 b. Hasil KLTA dengan waktu kestabilan sampel 2 jam
 b'. Ilustrasi KLTA dengan waktu kestabilan sampel 2 jam
 c. Hasil KLTA dengan waktu kestabilan sampel 3 jam
 c'. Ilustrasi KLTA dengan waktu kestabilan sampel 3 jam

Tabel 4.1 Hasil Rf Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin ekstrak kasar daun sirsak pada sampel

No Noda	Waktu stabilitas pada sampel			
	U	1 jam	2 jam	3 jam
1	U1	0,625	0,512	0,575
	U2	0,625	0,500	0,575
	U3	0,625	0,500	0,575
	\bar{X}	0,625	0,504	0,575
	SD	0,000	0,007	0,000
2	U1	0,700	0,638	0,712
	U2	0,700	0,612	0,712
	U3	0,725	0,638	0,712
	\bar{X}	0,708	0,629	0,712
	SD	0,014	0,014	0,000
3	U1	0,750	0,762	-
	U2	0,750	0,738	-
	U3	0,762	0,738	-
	\bar{X}	0,754	0,746	-
	SD	0,007	0,014	-
4	U1	0,812	0,812	0,825
	U2	0,812	0,812	0,825
	U3	0,825	0,812	0,812
	\bar{X}	0,817	0,812	0,821
	SD	0,007	0,000	0,007
5	U1	0,850	0,875	-
	U2	0,850	0,875	-
	U3	0,850	0,875	-
	\bar{X}	0,850	0,875	-
	SD	0,000	0,000	-
6	U1	0,900	0,912	-
	U2	0,900	0,925	-
	U3	0,900	0,925	-
	\bar{X}	0,900	0,921	-
	SD	0,000	0,007	-
7	U1	0,925	-	0,938
	U2	0,925	-	0,938
	U3	0,925	-	0,938
	\bar{X}	0,925	-	0,938
	SD	0,000	-	0,000
8	U1	0,950	-	-
	U2	0,950	-	-
	U3	0,962	-	-
	\bar{X}	0,954	-	-
	SD	0,007	-	-

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

Tabel 4.2 Perbandingan intensitas warna noda hasil Rf Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin ekstrak kasar daun sirsak pada sampel

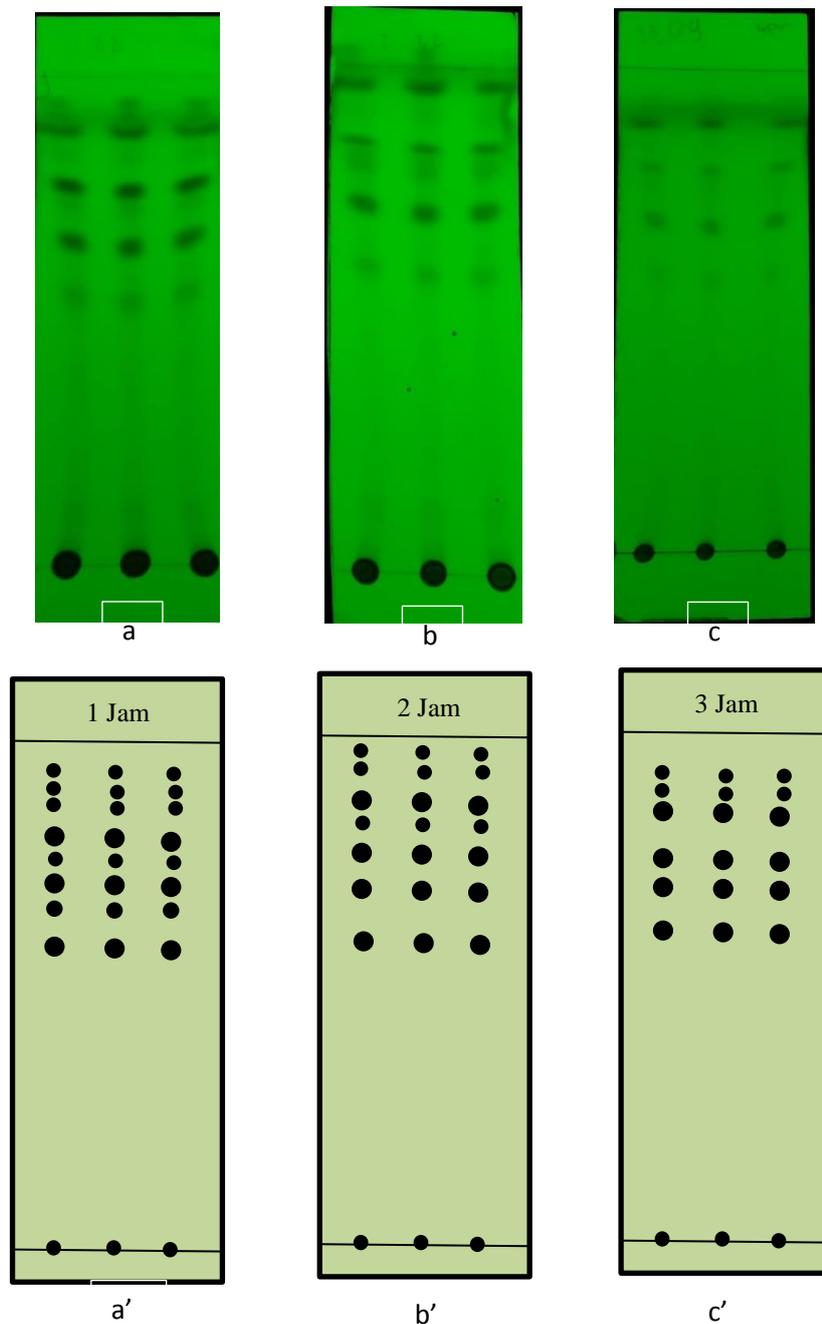
Noda	Intensitas Warna		
	1 jam	2 jam	3 jam
1	*	*	*
2	***	***	***
3	**	**	-
4	**	**	**
5	**	**	-
6	**	**	-
7	**	-	*
8	*	-	-

Keterangan : * = Rendah, ** = Sedang, *** = Tinggi

Pada table 4.1 menunjukkan nilai Rf yang dihasilkan dalam variasi 1, 2 dan 3 jam uji kestabilan senyawa asetogenin pada sampel. Dari hasil penelitian uji kestabilan senyawa asetogenin pada sampel dapat dilihat bahwa Rf stabil pada variasi 1 jam. Selain itu intensitas warna pada spot KLT stabil pada variasi 1 jam. Pada variasi 2 hingga 3 jam sudah terdapat perubahan Rf pada sampel dengan adanya beberapa spot yang hilang serta terdapat perubahan intensitas warna pada spot KLT dapat dilihat pada tabel 4.2. Pada tabel 4.2 jumlah noda menurun seiring dengan bertambahnya variasi waktu stabilitas.

Pada variasi 2 jam spot ke 7 hilang namun pada variasi 3 jam pada spot ke 7 muncul lagi. Hal ini disebabkan oleh beberapa faktor salah satunya kemungkinan adanya human eror yaitu perbedaan selang waktu selama proses uji berlangsung. Selanjutnya dari data nilai Rf dapat diketahui nilai SD (Simpangan Baku) untuk mengetahui kepresisian data, dari ketiga variasi waktu pada hasil penelitian kurang dari 0.05 sebagaimana menurut Reich dan Schibli (2006) sehingga kepresisian data pada penelitian ini dapat diterima. Syarat dari kestabilan pada KLT adalah tidak adanya spot yang menghilang ataupun tidak adanya

perubahan pada intensitas warna pada setiap noda dan profil pemisahannya identic. Apabila terjadi spot yang hilang atau terdapat perubahan intensitas warna pada selang waktu pendiaman, maka diindikasikan bahwa terdapat ketidakstabilan pada sampel yang digunakan. Selanjutnya pada table 4.3 akan menunjukkan hasil uji kestabilan pada sampel dengan variasi lama waktu pendiaman sampel selama 1 jam, 2 jam dan 3 jam.



Gambar 4.2 Hasil KLTA ekstrak kasar daun sirsak variasi waktu stabilitas pada plat KLT 1 jam, 2 jam, dan 3 jam di bawah lampu UV 254 nm.

Keterangan: a. Hasil KLTA dengan waktu kestabilan plat KLT 1jam
 a'. Ilustrasi KLTA dengan waktu kestabilan plat KLT 1 jam
 b. Hasil KLTA dengan waktu kestabilan plat KLT 2 jam
 b'. Ilustrasi KLTA dengan waktu kestabilan plat KLT 2 jam
 c. Hasil KLTA dengan waktu kestabilan plat KLT 3 jam
 c'. Ilustrasi KLTA dengan waktu kestabilan plat KLT 3 jam

Tabel 4.3 Hasil Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin pada Plat KLT

No Noda	Waktu Stabilitas pada Plat			
	U	1 jam	2 jam	3 jam
1	U1	0,550	0,500	0,562
	U2	0,550	0,500	0,538
	U3	0,550	0,500	0,562
	\bar{X}	0,550	0,500	0,554
	SD	0,000	0,000	0,014
2	U1	0,675	0,625	0,675
	U2	0,662	0,625	0,662
	U3	0,675	0,625	0,675
	\bar{X}	0,671	0,625	0,671
	SD	0,007	0,000	0,007
3	U1	0,738	0,700	0,750
	U2	0,738	0,700	0,725
	U3	0,738	0,700	0,750
	\bar{X}	0,738	0,700	0,742
	SD	0,000	0,000	0,014
4	U1	0,788	0,762	0,788
	U2	0,788	0,762	0,762
	U3	0,788	0,762	0,788
	\bar{X}	0,788	0,762	0,779
	SD	0,000	0,000	0,014
5	U1	0,850	0,862	0,875
	U2	0,850	0,862	0,875
	U3	0,850	0,862	0,875
	\bar{X}	0,850	0,862	0,875
	SD	0,000	0,000	0,000
6	U1	0,900	0,912	-
	U2	0,900	0,912	-
	U3	0,900	0,912	-
	\bar{X}	0,900	0,912	-
	SD	0,000	0,000	-
7	U1	0,925	0,938	0,938
	U2	0,925	0,938	0,938
	U3	0,925	0,938	0,938
	\bar{X}	0,925	0,938	0,975
	SD	0,000	0,000	0,022
8	U1	0,962	-	-
	U2	0,962	-	-

U3	0,962	-	-
\bar{X}	0,962	-	-
SD	0,000	-	-

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

Tabel 4.4 Perbandingan intensitas warna noda hasil Rf Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin ekstrak kasar daun sirsak pada plat KLT

Noda	Intensitas Warna		
	1 jam	2 jam	3 jam
1	*	*	*
2	***	***	***
3	**	**	**
4	**	**	**
5	**	**	**
6	**	**	-
7	**	**	*
8	*	-	-

Keterangan : * = Rendah, ** = Sedang, *** = Tinggi

Selain dilakukan uji kestabilan senyawa asetogenin ekstrak kasar daun sirsak pada sampel pada penelitian ini juga dilakukan uji kestabilan senyawa asetogenin ekstrak kasar daun sirsak pada plat KLT. Gambar 4.3 menunjukkan noda-noda yang dihasilkan oleh pemisahan ekstrak kasar daun sirsak dianalisis noda pada kestabilannya ditunjukkan pada variasi uji 1 jam. Gambar 4.3 menunjukkan nilai Rf yang dihasilkan dalam variasi 1, 2 dan 3 jam uji kestabilan senyawa asetogenin pada plat KLT. Dari hasil penelitian uji kestabilan senyawa asetogenin pada plat KLT dapat dilihat bahwa nilai Rf stabil pada variasi 1 jam. Selain itu intensitas warna pada spot KLT stabil pada variasi 1 jam hal ini ditunjukkan pada tabel 4.4. Pada variasi 2 hingga 3 jam sudah terdapat perubahan Rf pada dengan adanya beberapa spot yang hilang serta terdapat perubahan intensitas warna pada spot KLT. Selanjutnya dari data nilai Rf dapat diketahui nilai SD (Simpangan Baku) untuk mengetahui kepresisian data, dari ketiga variasi waktu pada hasil penelitian kurang dari 0.05 sebagaimana menurut Reich dan

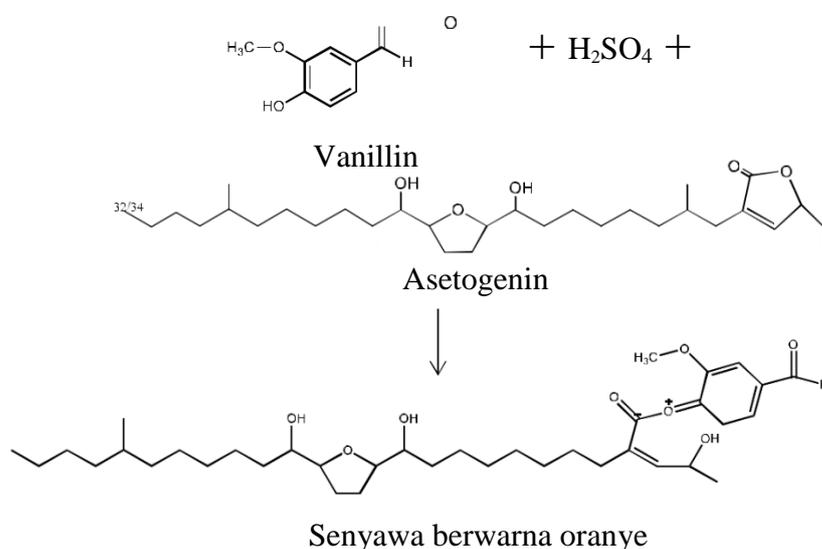
Schibli (2006) sehingga kepresisian data pada penelitian ini dapat diterima. Syarat dari kestabilan pada KLT adalah tidak adanya spot yang menghilang ataupun tidak adanya perubahan pada intensitas warna pada setiap noda dan profil pemisahannya identik. Apabila terjadi spot yang hilang atau terdapat perubahan intensitas warna pada selang waktu pendiaman, maka diindikasikan bahwa terdapat ketidakstabilan pada sampel yang digunakan.

Berdasarkan Tabel 4.3 diperoleh nilai SD Rf kurang dari 0.05 sehingga menurut Reich dan Schibli (2006) menyatakan apabila nilai SD kurang dari 0,05 maka kepresisian suatu noda dapat diterima, sehingga hasil presisi dari hasil penelitian dapat diterima.

Dari hasil penelian uji kestabilan senyawa asetogenin baik pada sampel dan plat KLT dapat dilihat bahwa spot stabil pada variasi 1 jam. Pada variasi 2 hingga 3 jam sudah terdapat perubahan spot pada plat KLT. Terdapat beberapa spot noda yang hilang pada variasi 2 dan 3 jam sebagaimana yang ditunjukkan pada tabel 4.1 dan tabel 4.3. Spot pada KLT yang hilang pada variasi waktu 2 dan 3 jam pada uji kestabilan sampel dan plat KLT disini menunjukkan bahwa senyawa asetogenin tidak stabil pada variasi kurun waktu tersebut.

Pada Gambar 4.1 dan gambar 4.3 terjadi kenaikan dan penurunan Rf yang menunjukkan bahwa senyawa asetogenin lebih terabsorpsi ke fase diamnya ataupun terlarut pada fase geraknya. Pemisahan suatu komponen dianggap jelas ketika spot satu dengan spot yang lainnya memiliki jarak, sehingga dapat dihitung resolusinya. Selain adanya penurunan dan kenaikan Rf, jumlah spot yang muncul pada Gambar 4.1 dan gambar 4.3 mengalami pengurangan.

Berkurangnya jumlah spot dapat terjadi karena ketidak kestabilan senyawa pada waktu tertentu yang mengakibatkan bertambah atau berkurangnya senyawa asetogenin. Nilai Rf pada Gambar 4.1 dan gambar 4.3 ditunjukkan pada Tabel 4.1 dan tabel 4.3. Setelah itu dilakukan penyemprotan reagen yang bertujuan untuk mengetahui gugus dugaan noda asetogenin. Saat reagen disemprotkan dipanaskan maka akan terjadi perubahan warna dibawah lampu UV 366 nm. Dugaan reaksinya ditunjukkan pada Gambar 4.3.

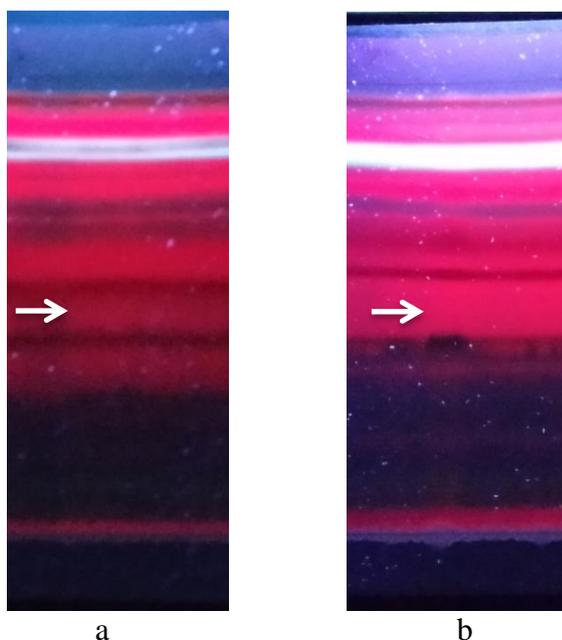


Gambar 4.3 Reaksi Asetogenin dan reagen vanillin-sulfat

Penyemprotan reagen dilakukan dengan tujuan untuk mengetahui gugus dugaan noda asetogenin. Hal ini dilakukan agar mengetahui bahwa pada ekstrak kasar daun sirsak masih terdapat senyawa asetogenin. Ketika reagen disemprotkan dan dipanaskan maka akan terjadi perubahan warna noda jika diamati di bawah lampu UV 254 dan UV 366 nm.

Pada UV 254 nm akan nampak noda bercak hitam dan pada UV 366 nm akan terdapat perubahan warna. Perubahan warna yaang terjadi pada pengamatan dibawah lampu UV 366 nm adalah dari warna merah (sebelum disemprot reagen) yang memiliki panjang gelombang lebih besar yaitu 470-500 nm menjadi warna

oranye (setelah disemprot reagen) dengan panjang gelombang lebih kecil yaitu 440-470 nm atau mengalami pergeseran hipsokromik. Selanjutnya diperoleh satu noda dugaan asetogenin yang dianalisis lebih lanjut dengan menggunakan spektrofotometer FTIR. Hal ini dapat dilihat pada gambar 4.4



Gambar 4.4 (a) hasil pengamatan sebelum disemprot reagent di bawah lampu UV 366 nm, (b) hasil pengamatan setelah disemprot reagent di bawah lampu UV 366 nm

Tabel 4.5 Hasil KLT pada ekstrak etanol daun sirsak

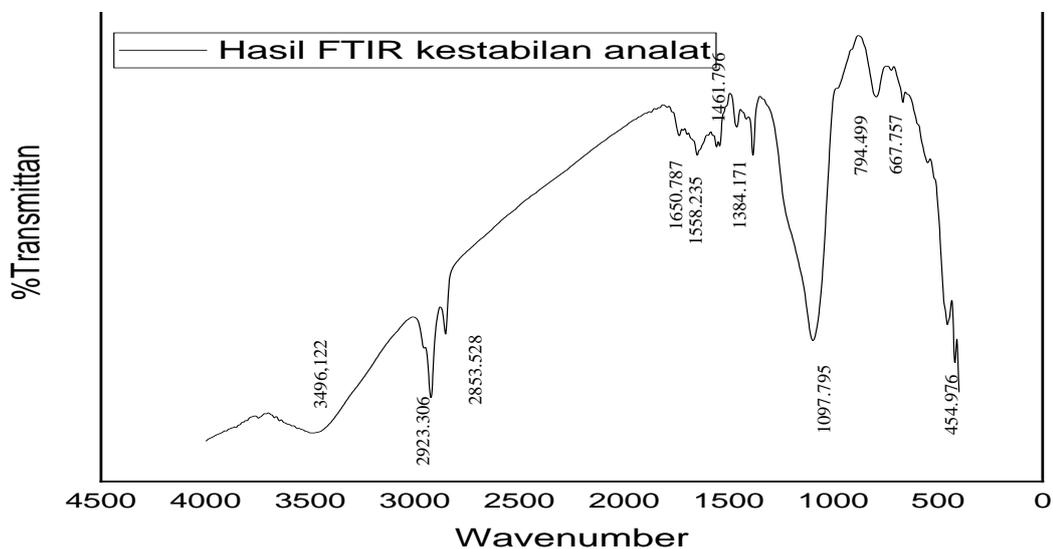
No. Spot	Warna spot visual mata	Warna spot dibawah lampu UV 366 nm	Dugaan Senyawa
1	Kuning	Merah	-
2	Hijau tua	Jingga Kemerahan	Asetogenin
3	Hijau muda	Merah	Asetogenin
4	Hijau muda	Merah	Asetogenin
5	Ungu muda	Merah	-
6	Ungu tua	Biru muda	-
7	Hijau muda	Merah	Asetogenin
8	Kuning	Merah	-

Tabel 4.5 merupakan hasil KLT pada ekstrak etanol daun sirsak. Menurut Rupprecht (1990) asetogenin memiliki nilai Rf antara 0,2 hingga 0,7. Berdasarkan

dari uraian hasil penelitian sebagaimana pada tabel 4.1, tabel 4.3, gambar 4. 1, gambar 4.2, dan gambar 4.4 maka diambil nota ke 2 pada uji kestabilan terhadap sampel dengan variasi 1 jam dan uji kestabilan terhadap plat dengan variasi 1 jam. Rf yang diambil daripada penelitian ini untuk selanjutnya diuji dengan FTIR adalah 0, 675 dan 0,7.

4.4. Identifikasi senyawa asetogenin dengan spektrofotometer FTIR

Identifikasi senyawa asetogenin dapat menggunakan spektrofotometer inframerah yang mengukur serapan radiasi inframerah pada bilangan gelombang 4000-500 cm^{-1} . Senyawa asetogenin memiliki ciri khas berupa adanya gugus lakton pada salah satu ujungnya sehingga karakterisasi menggunakan spektrofotometri IR dapat membantu. Hasil Spektrofotometer FTIR uji kestabilan pada sampel ditunjukkan pada gambar 4.6

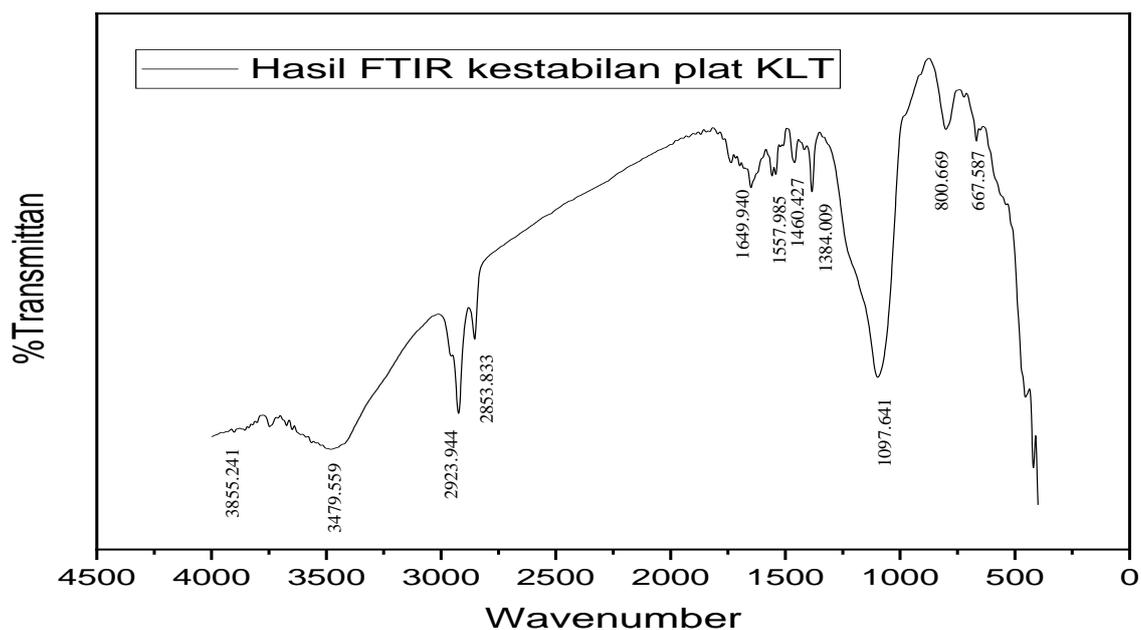


Gambar 4.6 Hasil Spektrofotometer FTIR isolat senyawa asetogenin uji kestabilan pada sampel

Tabel 4.4 Interpretasi isolate dugaan senyawa asetogenin

Bilangan Gelombang (cm ⁻¹) Socrates (1994)	Intensitas	Jenis Vibrasi
4000-3200	S	OH <i>stretching</i>
2975-2950	m-s	CH ₃ <i>stretching asym</i>
2930-2920	m-s	CH ₃ <i>stretching asym</i>
2870-2840	M	CH ₂ <i>stretching asym acyclic</i>
1745-1730	S	C=O <i>stretching lacton</i>
1680-1620	W	C=C <i>stretching</i>
1600-1450	W	C=C <i>stretching</i>
1480-1440	M	CH ₂ <i>scissoring</i>
1370-1160	S	C-O <i>stretching lacton</i>
1325-1275	M	CH ₂ <i>twisting</i>
1125-1085	S	C-O <i>stretching secondary alcohol</i>
760-400	W	C-O <i>rocking</i>
600-420	M	C-H <i>out of plane ring bending</i>

Berdasarkan hasil spectra yang ditunjukkan pada gambar uji kestabilan pada sampel menghasilkan serapan pada 3496,122 cm⁻¹ dengan bentuk melebar menunjukkan adanya serapan gugus O-H stretching Serapan khas lainnya terdapat pada 2923,306 cm⁻¹ dan 2853,528 cm⁻¹ yang menunjukkan adanya serapan C-H asimetris dan simetris yang merupakan vibrasi rantai C-H sp³. Adanya serapan pada 2858 cm⁻¹ merupakan serapan CH₂ simetris asiklik. Diperkuat dengan adanya serapan C=C pada 1650,787 cm⁻¹ dan 1558,238 cm⁻¹. Serapan 1461,796 cm⁻¹ merupakan serapan CH₂ scissoring. Selain itu juga adanya serapan stretching ikatan C-O pada lakton berada pada serapan 1384,171 cm⁻¹. Adanya alkohol sekunder ditandai dengan serapan C-O pada 1097,795. Serapan 667,757 cm⁻¹ merupakan serapan C-O rocking, sedangkan serapan pada 454,976 merupakan serapan cincin C-H pada daerah out of plane. Selanjutnya pada gambar 4.5 Ditunjukkan hasil spektrofotometer FTIR uji kestabilan pada plat KLT



Gambar 4.7 Hasil Spektrofotometer FTIR isolat senyawa asetogenin uji kestabilan pada Plat KLT

Berdasarkan hasil spectra yang ditunjukkan pada gambar uji kestabilan pada sampel menghasilkan serapan pada $3479,569\text{ cm}^{-1}$ dengan bentuk melebar menunjukkan adanya serapan gugus O-H *stretching*. Serapan khas lainnya terdapat pada $2923,944\text{ cm}^{-1}$ dan $2853,833\text{ cm}^{-1}$ 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. Diperkuat dengan adanya serapan C=C pada $1649,940\text{ cm}^{-1}$ dan $1557,985\text{ cm}^{-1}$. Serapan $1460,427\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan CH_2 scissoring. Selain itu juga adanya serapan *stretching* ikatan C-O pada lakton berada pada serapan $1384,009\text{ cm}^{-1}$. Adanya alkohol sekunder ditandai dengan serapan C-O pada $1097,641$. Serapan $667,587\text{ cm}^{-1}$ merupakan serapan C-O rocking.

4.5. Kajian Hasil Penelitian dalam Prespektif Sains dan Islam

Pada penelitian ini mengkaji tentang stabilitas profil kromatografi ekstrak kasar daun sirsak pada sampel dan plat KLT dengan variasi lama waktu tunggu 1 jam, 2 jam, dan 3 jam. Stabilitas suatu senyawa merupakan kemampuan mempertahankan karakteristik dari senyawa tersebut jika terjadi gangguan oleh faktor luar seperti udara, suhu, kelembaban, dan tempat penyimpanan yang mana dapat merubah karakteristik senyawa tersebut. Al-Qur'an telah menjelaskan mengenai kestabilan suatu peristiwa di alam semesta. Allah Subhanahu wata'ala berfirman dalam surah Ar-Ra'd ayat 2 yang berbunyi:

اللَّهُ الَّذِي رَفَعَ السَّمَاوَاتِ بِغَيْرِ عَمَدٍ تَرَوْنَهَا ثُمَّ اسْتَوَىٰ عَلَى الْعَرْشِ وَسَخَّرَ الشَّمْسَ وَالْقَمَرَ كُلًّا
يَجْرِي لِأَجَلٍ مُّسَمًّى ۚ يُدَبِّرُ الْأَمْرَ يُفَصِّلُ الْآيَاتِ لَعَلَّكُمْ بِلِقَاءِ رَبِّكُمْ تُوقِنُونَ ۚ

Artinya : “Allah-lah Yang meninggikan langit tanpa tiang (sebagaimana) yang kamu lihat, kemudian Dia bersemayam di atas 'Arasy, dan menundukkan matahari dan bulan. Masing-masing beredar hingga waktu yang ditentukan. Allah mengatur urusan (makhluk-Nya), menjelaskan tanda-tanda (kebesaran-Nya), supaya kamu meyakini pertemuan(mu) dengan Tuhanmu.”

Berdasarkan ayat berikut kita dapat mengetahui bahwa segala hal yang Allah ciptakan memiliki manfaat, ketentuan dan berada pada suatu keteraturan. Berdasarkan ayat tersebut, maka dapat menjadi dasar mengenai suatu keadaan yang seimbang dan stabil terjadi di alam semesta ini. Segala sesuatu di muka bumi ini tidak akan mencapai kondisi yang stabil tanpa izin Allah dan akan datang di kondisi dan waktu yang tepat atau sesuai. Seperti halnya pada hasil penelitian bahwa stabilitas profil kromatografi pada ekstrak daun sirsak dengan spot senyawa dugaan asetogenin sebagai penciri akan memperoleh kestabilan pada kondisi tertentu dan waktu tertentu. Dari beberapa parameter uji kestabilan baik

pada sampel maupun pada plat KLT dengan variasi lama waktu tunggu 1 jam, 2 jam, dan 3 jam menunjukkan kestabilan yang baik masing-masing pada variasi 1 jam.

BAB V

PENUTUP

5.1 Kesimpulan

Dari penelitian yang telah dilakukan dapat ditarik kesimpulan :

1. Hasil pola pemisahan ekstrak asetogenin menggunakan metode KLT diperoleh jumlah noda yang berbeda pada waktu stabilitas sampel yaitu 1 jam, 2 jam, dan 3 jam menghasilkan 8 noda, 6 noda, dan 4 noda. Sedangkan untuk waktu stabilitas pada plat yaitu 1 jam, 2 jam dan 3 jam menghasilkan 8 noda, 7 noda, dan 6 noda.
2. Identifikasi senyawa asetogenin pada ekstrak kasar daun sirsak dilakukan menggunakan instrumentasi FTIR yang menunjukkan bahwa hasil terbaik pada waktu stabilitas sampel dan plat adalah 1 jam menghasilkan dugaan isolate asetogenin yang mengandung gugus spesifik berupa serapan stretching ikatan C-O pada laktone masing-masing berada pada serapan $1384,171\text{ cm}^{-1}$ dan $1384,009\text{ cm}^{-1}$.

5.2 Saran

Uji stabilitas senyawa pada sampel maupun pada plat kedepannya dapat menambahkan beberapa faktor seperti kelembapan/kejenuhan system, lama jeda waktu dalam setiap proses uji, metode pengeringan, dan penyimpanan. Selain itu untuk metode pengambilan data yang lebih baik kedepannya pada uji stabilitas senyawa pada sampel maupun pada plat sebaiknya menggunakan *Thin Layer Chromatography (TLC) Scanner* untuk memperoleh hasil lebih maksimal.

Daftar Pustaka

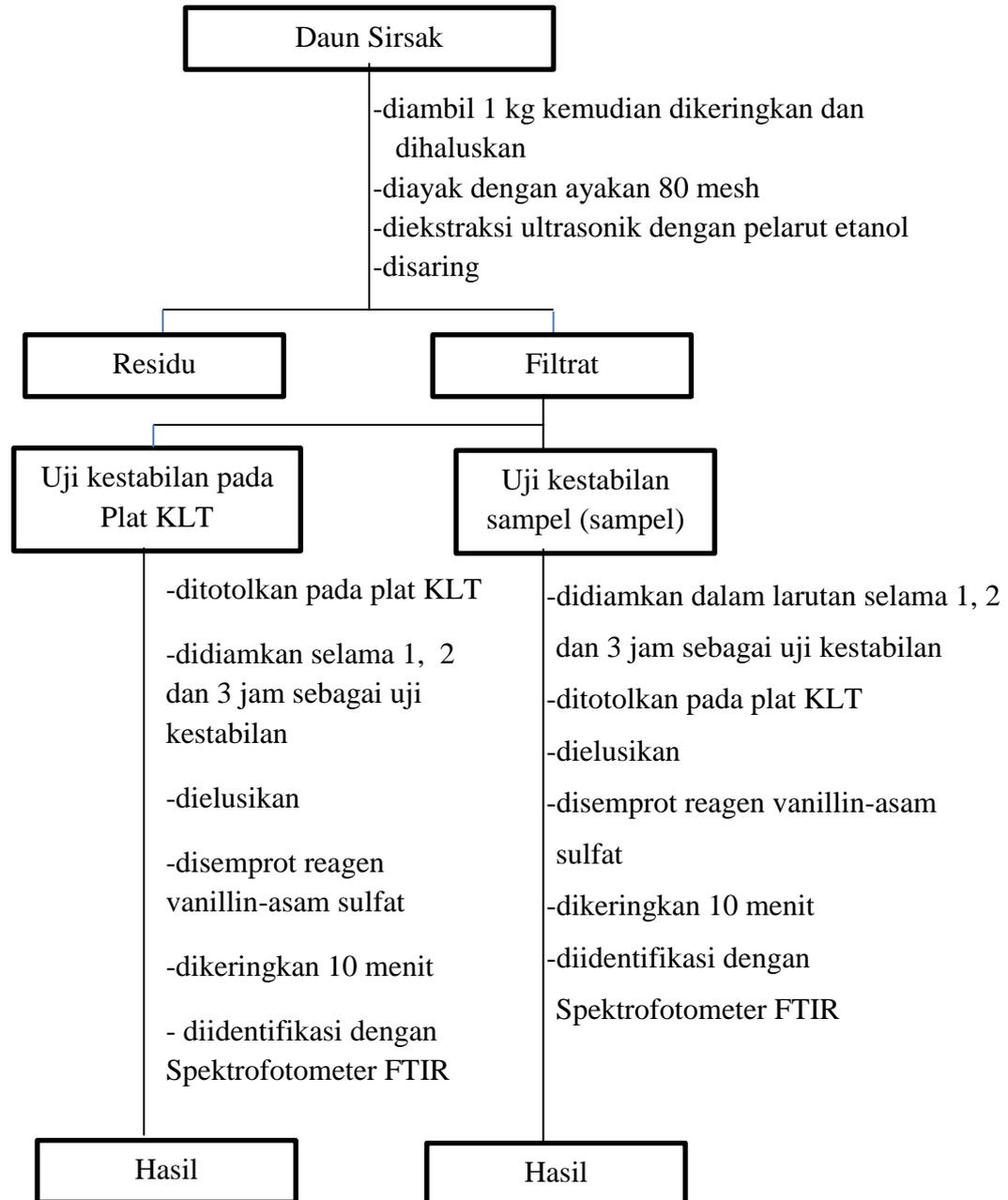
- Ansel, H.C. 1989. *Pengantar Bentuk Sediaan Farmasi*, Diterjemahkan Oleh Farida Ibrahim Edisi 1v. UI-Press. Jakarta.
- Ardianti, Anik., Kusnadi, Joni. 2014. Ekstraksi Antibakteri Dari Daun Berenuk (*Crescentia Cujete* Linn.) Menggunakan Metode Ultrasonik. *Jurnal Pangan Dan Agroindustri Vol.2 No.2 P.28-3*.
- Cao S, Liu L, Lu Q, Xu Y, Pan S, Wang K. 2009. Integrated Effects Of Asorbic Acid, Flavonoids And Sugars On Thermal Degradation Of Antho- Cyanins In Blood Orange Juice. *Eur Food Res Technol* 228: 975-983. *Doi: 10.1007/S00217009-1015-2*.
- Dadang. 1999. Sumber Insektisida Alami. Dalam Nugroho, B. W., Dadang, Dan D. Priyono (Penyunting). Bahan Platihan Pengenmbangan Dan Pemanfaatan Insektisida Alami. Pusat Kajian Hama Terpadu. Institut Pertanian Bogor. Bogor. Hal 8-20.
- Effendi, A. 2016. Analisis Sidikjari Dan Autografi Antioksidan Meniran Hijau (*Phyllanthus Niruri*) Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis. Skripsi Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Fuadi, A. 2012. Ultrasonik Sebagai Alat Bantu Ekstraksi Oleoresin Jahe. Program studi Teknik Kimia Politeknik Negeri Lhokseumawe. *Jurnal Teknologi, Vol. 12, No. 1, April 2012 : 14-21*.
- Garcia, J.L.L Dan Castro, M.D.L. 2004. Ultrasound-Assisted Soxhlet Extraction: An Expeditive Approach For Solid Sampel Treatment, Application To The Extraction Of Total Fat From Oleaginous Seeds. *Journal Chromatography A1034: 237-242*.
- Grainge, M.S. And M.R. Ahmed. 1989. *Hand Books Of Plant With Pest Control Properties*. John Wiley And Son. New York.
- Hendayana, Sumar. 2006. *Kimia Pemisahan (Metode Kromatografi Dan Elektroforesis Modern)*, Rosda. Bandung.
- Hidayat, S Dan Team Flora. 2008. *Khasiat Herbal*. Gramedia Jakarta.
- Hindrayawati, N dan Alimuddin. 2010. Sintesis dan Karakterisasi Silika Gel dari Abu Sekam Padi Dengan Menggunakan Natrium Hidroksida (NaOH). *Jurnal Kimia Mulawarman. Vol. 7, No. 2. Hal. 75-77*.
- Jannah, M. 2016. Analisis Sidik Jari Kromatografi Lapis Tipis Batang Dan Daun Brotowali (*Tinospora Crispa, L.*). Skripsi Institut Pertanian Bogor. Bogor.

- Jannah, R. 2010. Uji Efektifitas Daun Sirsak (*Annona Muricata L.*) Sebagai Peptisida Nabati Terhadap Pengendalian Hama Tanaman Sawi (*Brassica Juncea L.*). Skripsi. Program studi Biologi Fakultas Keguruan Dan Ilmu Pendidikan Universitas Muhammadiyah Surakarta.
- Khopkar, Sm. 2010. *Konsep Dasar Kimia Analitik*. Jakarta: Ui-Press.
- Liang YZ, Xie P, Chan K. 2004. Quality control of herbal medicines. *Journal of Chromatography*. 812: 53–70.
- Luciana, A.R. 2010. Asetogenins From *Annonacornifolia* And Their Antioxidant Capacity. *Departamento De Química, Instituto De Ciências Exatas, Universidade Federal De Minas Gerais. Mg, Brazil. Page 2*
- Mujiyanti, D. R., Astuti, dan Umaningrum, D. 2010. Pembuatan Silika Amorf Pada Limbah Sekam Padi Gambut di Kabupaten Banjar Kalimantan Selatan. Skripsi. Banjarbaru: Universitas Lambung Mangkurat.
- Pradana, P. Y., Suratmo, & R. Retnowati. 2015. Isolasi dan karakterisasi senyawa turunan asetogenin dari daun sirsak (*Annona muricata*) serta uji toksisitas. *Kimia Student Journal*. Vol. 1(1): 798-804.
- Priyono, D. Dan Harahap. 1995. *Aktivitas Insektisida Ekstrak Biji Sirsak Annonain Muricata (L) Terhadap Callosobrucus Maculates (Coleoptera Burchidae)*. Buletin Hama Dan Penyakit Tumbuhan. 8 (1): 43-46.
- Rachmani EPN, Suhesti TS, dan Aditiyono RW, 2012, The Breast of Anti Cancer From Leaf Extract of *Annona muricata* Agains Cell Line in T47D, *Int J Appl Sci Tech*, 2(1), 157-164
- Ranisaharivony, Dkk. 2015. Separation And Potential Valorization Of Chemical Constituents Of Soursop Seeds. *Journal Of Pharmacognosy And Phytochemistry 2015*; 4(2): 161-171.
- Reich E, Anne S. 2007. *High Performance Thin Layer Chromatography for The Analysis of Medicinal Plants*. New York (US): Thieme Medical Publishers, Inc
- Rukmana, H. R. 2001. *Usaha Tani Sirsak*. Kanisius Press. Yogyakarta.
- Septerina, N. 2002. Pengaruh Ekstrak Daun Sirsak Sebagai Insektisida Rasional Terhadap Pertumbuhan Dan Hasil Tanaman Paprika Varietas Bell Boy. Universitas Muhammadiyah Malang. Malang
- Supardan, M.D., Fuadi, A., Alam, P.N., Arpi, N. 2011. Solvent Extraction Of Ginger Leoresin Using Ultrasound, *Makara Sains*, 15, 163 - 167.
- Suresh HM, Shivakumar B, Hemalatha K, Heroor S, Hugar DS, dan Rao S, 2011, In vitro antiproliferative activity of *Annona reticulata* roots on human cancer cell lines, *Pharmacognosy Res*, 3(1), 9–12.

- Sunarjono, H. 2005. *Sirsak Dan Srikaya*. Cetakan Pertama. Jakarta: Penebar Swadaya. Hal.14-15,22-25
- Thompson, L.H Dan Doraiswamy, L.K. 1999. Sonochemistry : Science And Engineering. *Industrial And Engineering Chemistry Research* 38 : 1215–1249.
- Wirakusumah, S. E. 1995. *Buah Dan Sayur Untuk Terapi*. Penebar Swadaya Press.Www.Dwp.Or.Id.
- Voight, R. 1994. *Buku Pengantar Teknologi Farmasi*, Diterjemahkan Oleh Soedani, N., Edisi V, Yogyakarta, Universitas Gadjah Mada Press. 572-574.
- Winata, E. Dan Yunianta. 2015. Ekstraksi Antosianin Buah Murbei (*Morus Alba L.*) Metode Ultrasonic Batch (Kajian Waktu Dan Rasio Bahan : Pelarut). *Jurnal Pangan Dan Agroindustri*. 3 (2): 773-783.
- Yolanda, S.R. 2017. *Pengembangan Metode Analisis Sidik Jari Sidaguri (*Sida Rhombifolia L.*) Menggunakan Kromatografi Lapis Tipis*. Skripsi Institut Pertanian Bogor. Bogor.
- Zou, T.B., M. Wang., R. Y. Gan, And W. H. Ling. 2011. Optimization Of Ultrasound- Assisted Extraction Of Anthocyanins From Mulberry, Using Response Surface Methodology. *International Journal Molecular Science*, 12, 3006-3017.

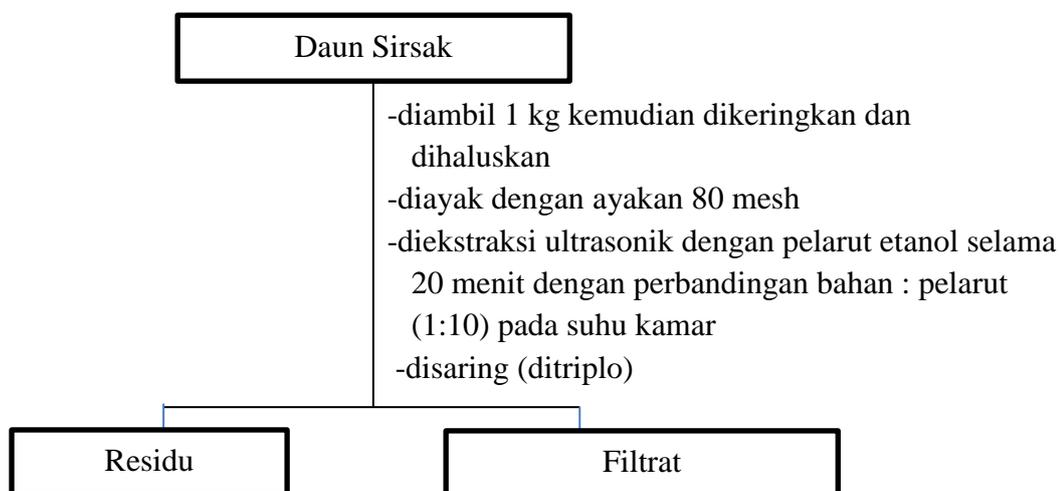
LAMPIRAN

Lampiran 1. Tahapan Penelitian

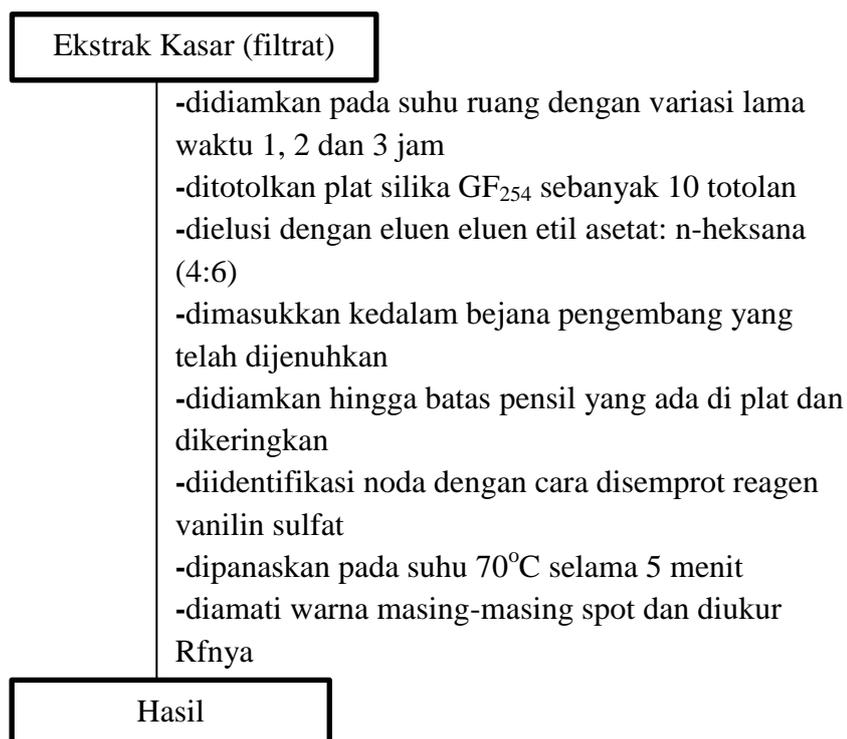


Lampiran 2. Skema Kerja

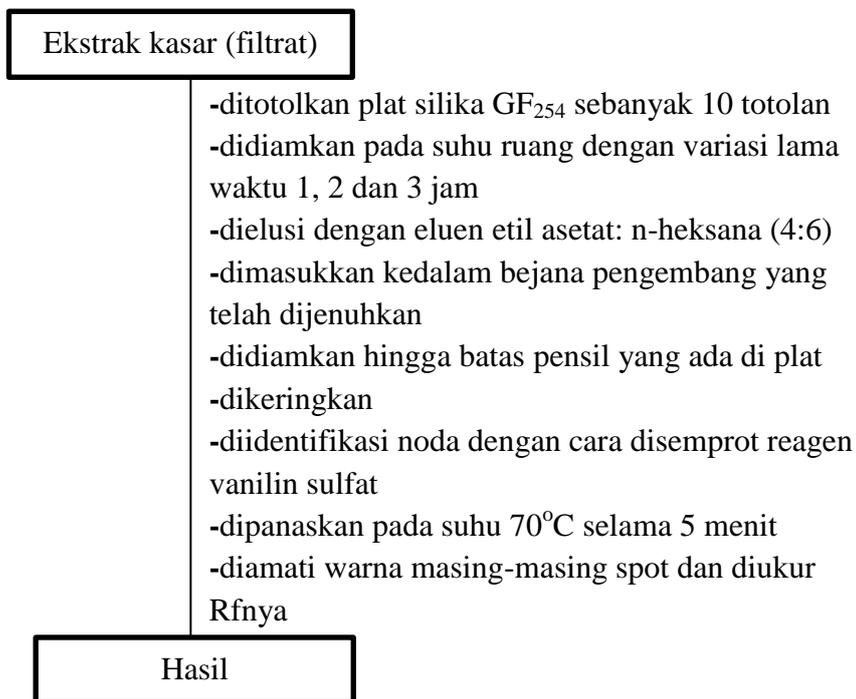
1. Preparasi Sampel dan Ekstraksi Senyawa Asetogenin dengan Ultrasonik



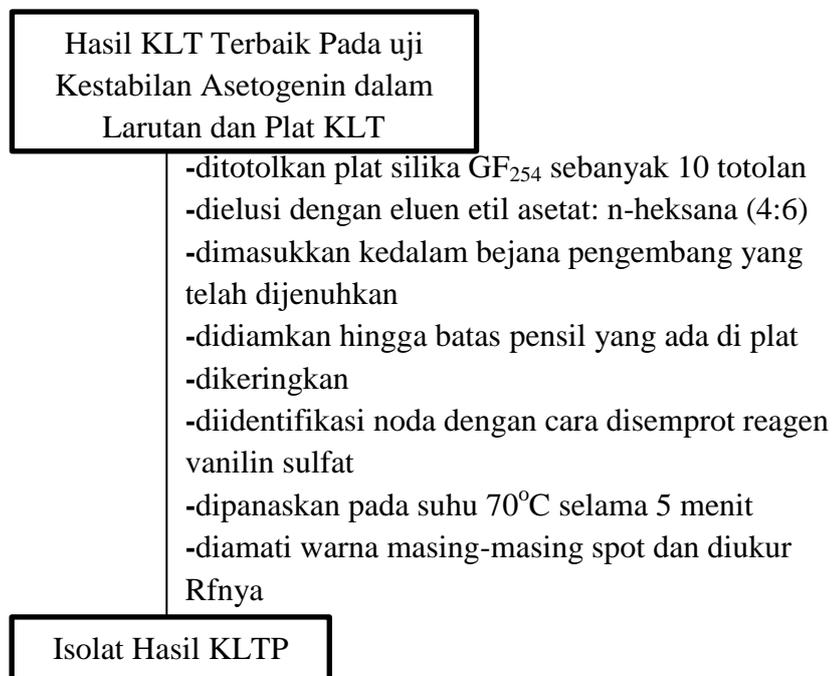
2. Uji Kestabilan Asetogenin dalam Sampel (Larutan)



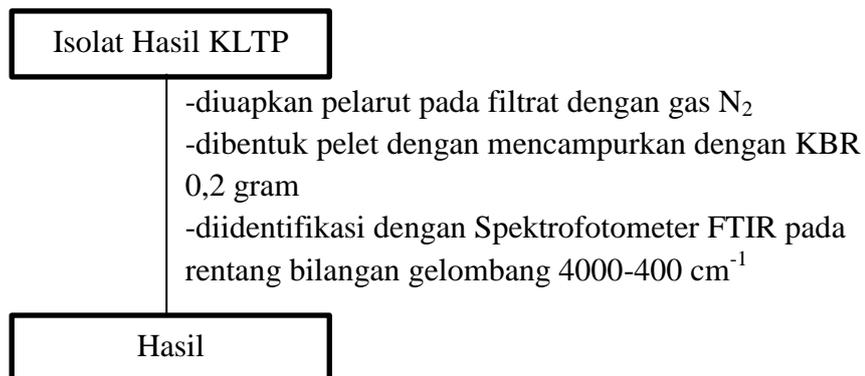
3. Uji Kestabilan Asetogenin dalam Plat KLT



4. Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin dalam Sampel dan Plat KLT dengan Kromatografi Lapis Tipis Presentatif (KLTP)



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



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 Nilai Rf

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

Hasil Nilai Rf Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin ekstrak daun sirsak pada Plat

Perlakuan	Ulangan	Nomor Noda	Jarak Tempuh Noda (cm)	Jarak Tempuh Eluen (cm)	Rf
Pendiaman 1jam	1	1	4,4	8	0,55
		2	5,4	8	0,675
		3	5,9	8	0,7375
		4	6,3	8	0,7875
		5	6,8	8	0,85
		6	7,2	8	0,9
		7	7,4	8	0,925
		8	7,7	8	0,9625
	2	1	4,4	8	0,55
		2	5,3	8	0,6625
		3	5,9	8	0,7375
		4	6,3	8	0,7875
		5	6,8	8	0,85
		6	7,2	8	0,9
		7	7,4	8	0,925
		8	7,7	8	0,9625
	3	1	4,4	8	0,55
		2	5,4	8	0,675
		3	5,9	8	0,7375
		4	6,3	8	0,7875
		5	6,8	8	0,85

		6	7,2	8	0,9
		7	7,4	8	0,925
		8	7,7	8	0,9625
Pendiaman 2jam	1	1	4	8	0,5
		2	5	8	0,625
		3	5,6	8	0,7
		4	6,1	8	0,7625
		5	6,9	8	0,8625
		6	7,3	8	0,9125
		7	7,5	8	0,9375
	2	1	4	8	0,5
		2	5	8	0,625
		3	5,6	8	0,7
		4	6,1	8	0,7625
		5	6,9	8	0,8625
		6	7,3	8	0,9125
		7	7,5	8	0,9375
	3	1	4	8	0,5
		2	5	8	0,625
		3	5,6	8	0,7
		4	6,1	8	0,7625
		5	6,9	8	0,8625
		6	7,3	8	0,9125
		7	7,5	8	0,9375

Perlakuan	Ulangan	Nomor Noda	Jarak Tempuh Noda (cm)	Jarak Tempuh Eluen (cm)	Rf
Pendiaman 3jam	1	1	4,5	8	0,5625
		2	5,4	8	0,675
		3	6	8	0,75
		4	6,3	8	0,7875
		5	7	8	0,875
		6	7,5	8	0,9375
	2	1	4,3	8	0,5375
		2	5,3	8	0,6625
		3	5,8	8	0,725
		4	6,1	8	0,7625
		5	7	8	0,875
		6	7,5	8	0,9375
	3	1	4,5	8	0,5625
		2	5,4	8	0,675
		3	6	8	0,75
		4	6,3	8	0,7875
		5	7	8	0,875
		6	7,3	8	0,975

Hasil Nilai Rf Uji Kestabilan Senyawa Asetogenin ekstrak daun sirsak pada Sampel

Perlakuan	Ulangan	Nomor Noda	Jarak Tempuh Noda (cm)	Jarak Tempuh Eluen (cm)	Rf
Pendiaman 1jam	1	1	5	8	0,625
		2	5,6	8	0,7
		3	6	8	0,75
		4	6,5	8	0,8125
		5	6,8	8	0,85
		6	7,2	8	0,9
		7	7,4	8	0,925
		8	7,6	8	0,95
	2	1	5	8	0,625
		2	5,6	8	0,7
		3	6	8	0,75
		4	6,5	8	0,8125
		5	6,8	8	0,85
		6	7,2	8	0,9
		7	7,4	8	0,925
		8	0,95		
		1	5	8	0,625

	3	2	5,8	8	0,725
		3	6,1	8	0,7625
		4	6,6	8	0,825
		5	6,8	8	0,85
		6	7,4	8	0,925
		7	7,5	8	0,9375
		8	7,7	8	0,9625
		Pendiaman 2jam	1	1	4,1
2	5,1			8	0,6375
3	6,1			8	0,7625
4	6,5			8	0,8125
5	6,9			8	0,8625
6	7,3			8	0,9125
2	1		4,0	8	0,5
	2		4,9	8	0,6125
	3		5,9	8	0,7375
	4		6,5	8	0,8125
	5		7	8	0,875
	6		7,4	8	0,925
3	1		4,0	8	0,5
	2		5,1	8	0,6375
	3		5,9	8	0,7375
	4		6,5	8	0,8125
	5		7	8	0,875
	6		7,4	8	0,925

Perlakuan	Ulangan	Nomor Noda	Jarak Tempuh Noda (cm)	Jarak Tempuh Eluen (cm)	Rf
Pendiaman 3jam	1	1	4,6	8	0,575
		2	5,7	8	0,7125
		3	6,6	8	0,825
		4	7,5	8	0,9375
	2	1	4,6	8	0,575
		2	5,7	8	0,7125
		3	6,6	8	0,825
		4	7,5	8	0,9375
	3	1	4,6	8	0,575
		2	5,7	8	0,7125
		3	6,5	8	0,8125
		4	7,5	8	0,9375

Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian

Preparasi Sampel Daun Sirsak



Gambar 1.
Daun sirsak



Gambar 2. Pencucian daun sirsak



Gambar 3.
Pengeringan daun sirsak



Gambar 4. Serbuk sampel daun sirsak

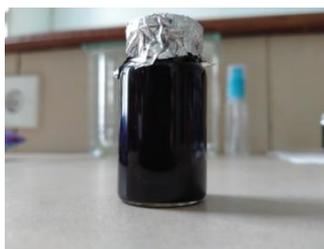
Ekstraksi Ultrasonik



Gambar 5. Ekstraksi ultrasonik



Gambar 6. Penyaringan Sampel



Gambar 7. Pendiaman pada sampel

Kromatografi Lapis Tipis



Gambar 8 penotolan

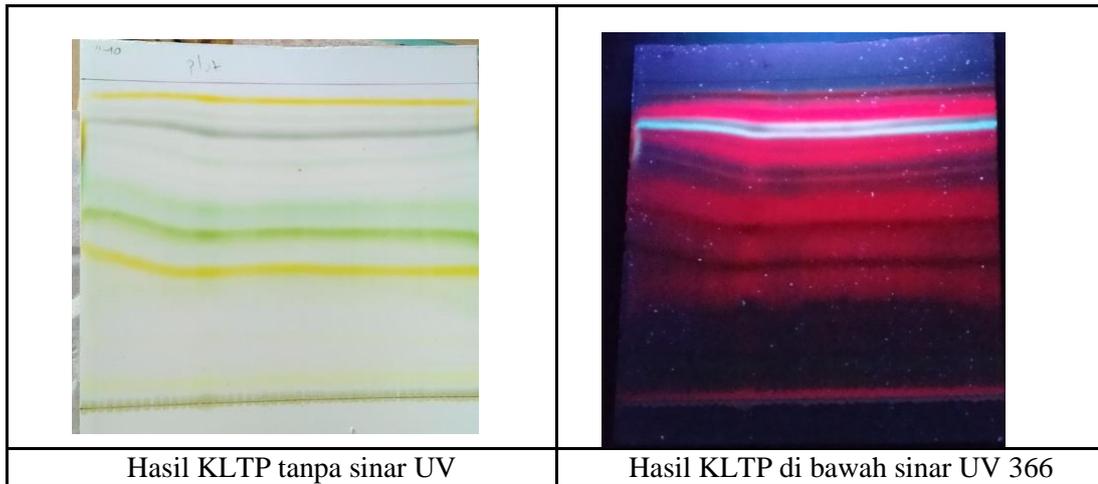


Gambar 9 Proses elusi

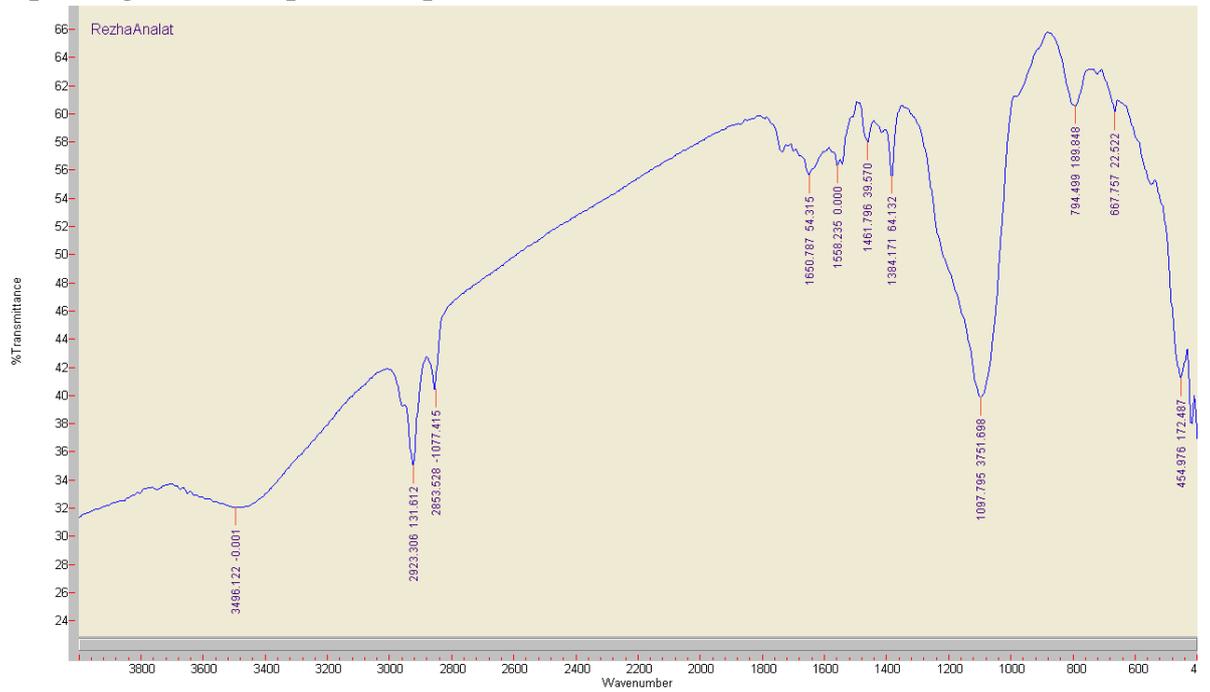


Gambar 10 hasil KLT uji kestabilan pada sampel dan plat KLT

KLTP



Spektrogram FTIR pada Sampel



Spektrogram FTIR pada Plat

