

**KARAKTERISASI METABOLIT SEKUNDER FRAKSI
N-HEKSAN SPONS *Aaptos suberitoides* ASAL PERAIRAN
PULAU LEMUKUTAN KALIMANTAN BARAT**

**SYAHROL MUSLIM
NIM H1031161037**

SKRIPSI



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS TANJUNGPURA
PONTIANAK
2023**

**KARAKTERISASI METABOLIT SEKUNDER FRAKSI
N-HEKSAN SPONS *Aaptos suberitoides* ASAL PERAIRAN
PULAU LEMUKUTAN KALIMANTAN BARAT**

**SYAHROL MUSLIM
NIM H1031161037**

Skripsi

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains pada Program Studi Kimia**



**PROGRAM STUDI KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS TANJUNGPURA
PONTIANAK
2023**

**KARAKTERISASI METABOLIT SEKUNDER FRAKSI
N-HEKSAN SPONS *Aptos suberitoides* ASAL PERAIRAN
PULAU LEMUKUTAN KALIMANTAN BARAT**

Tanggung Jawab Yuridis Material Pada



Syahrol Muslim

NIM H1031161037

Disetujui Oleh

Pembimbing I



Dr. Ajuk Sapar, M.Si.
NIP. 197112312000121001

Pembimbing II



RudiYansyah, Ph.D.
NIP. 197201242000121001

Disahkan oleh

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

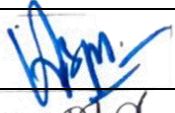
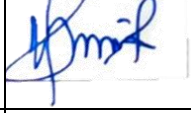
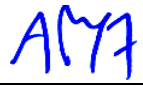
Universitas Tanjungpura



Dr. Gusrizal, S.Si, M.Si.
NIP. 197108022000031001

**KEMENTERIAN PENDIDIKAN, KEBUDAYAAN,
RISET DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS TANJUNGPURA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM**
Jalan Prof. Dr. H. Hadari Nawawi, Pontianak 78124
Telp/Fax. (0561) 577963 E-mail : info@fmipa.untan.ac.id

TIM PENGUJI SKRIPSI

NAMA/NIP	TIM PENGUJI	GOLONGAN / JABATAN	TANDA TANGAN
Dr. Ajuk Sapar, M.Si. NIP 197112312000121001	Pimpinan Sidang	III/d Lektor	
Rudiyansyah, Ph.D. NIP 197201242000121001	Sekretaris Sidang	IV/a Lektor Kepala	
Dr. Andi Hairil Alimuddin, S.Si, M.Si. NIP 197109202000031002	Ketua Penguji	IV/a Lektor Kepala	
Puji Ardiningsih, S.Si, M.Si. NIP 197201271998022001	Anggota Penguji	IV/a Lektor Kepala	

**Berdasarkan Surat Keputusan Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu
Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura Pontianak
Universitas Tanjungpura
Nomor : 1928/UN22.8/TD.06/2023
Tanggal : 5 Juni 2023**

Tanggal Lulus : 7 Juni 2023

KARAKTERISASI METABOLIT SEKUNDER FRAKSI N-HEKSAN SPONS *Aptos suberitoides* ASAL PERAIRAN PULAU LEMUKUTAN KALIMANTAN BARAT

Abstrak

Spons *Aptos suberitoides* merupakan biota laut dari kelas *Demospongiae* yang merupakan sumber pengembangan bahan baku obat. Beberapa penelitian mengemukakan bahwa spons *Aptos* mengandung senyawa metabolit sekunder dari alkaloid, steroid dan terpenoid. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui jenis metabolit sekunder dari fraksi *n*-heksan spons *Aptos suberitoides* menggunakan FTIR, GCMS dan NMR. Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah uji fitokimia, isolasi dan pemisahan serta identifikasi dengan instrumen. Berdasarkan hasil uji fitokimia dari fraksi *n*-heksan spons *Aptos suberitoides* menunjukkan kandungan golongan metabolit sekunder dari golongan alkaloid dan steroid. Karakterisasi senyawa dari fraksi *n*-heksana pada analisis FTIR menunjukkan adanya beberapa gugus fungsi yaitu OH, gugus aromatik, -CH alifatik, aromatik, C=C, cincin aromatik C=C-C, -CH tekuk, ester aromatik dan CO₃. Analisis ¹HNMR (CDCl₃, 500 MHz) diperoleh geseran kimia δ 0.82 ppm (1H, *m*), δ 0.90 ppm (5H, *m*), δ 0.95 (1H, *s*), δ 1.15 ppm (1H, *s*), δ 1.27 ppm (4H, *s*), δ 1.31 ppm (12H, *qd*), δ 1.32 ppm (2H, *qd*), δ 1.37 ppm (1H, *d*), δ 1.40 ppm (1H, *m*), δ 1.45 ppm (1H, *m*), δ 1.69 ppm (1H, *p*), δ 4,25 ppm (3H, *m*), δ 7.54 ppm (1H, *dd*) dan δ 7.72 (1H, *dd*). Berdasarkan geseran kimia isolat E₁SG₁P₂ cenderung memiliki kemiripan terhadap senyawa 2-etil-1-hidroksi heksil (2-etil heksil) ftalat. Hasil analisis GCMS dari isolat E₁SG₁P₂ senyawa utamanya adalah bis (2-etil heksil) ftalat (46.37%).

Kata Kunci: Fraksi N-Heksan, Metabolit Sekunder, Spons, Ftalat

CHARACTERIZATION SECONDARY METABOLITES FRACTION OF N-HEXANE SPONGE *Aaptos suberitoides* FROM LEMUKUTAN ISLANDS WEST KALIMANTAN

Abstract

The sponge *Aaptos suberitoides* is a marine biota from the class *Demospongiae* is a source of developing medicinal raw materials. Several researches suggested that *Aaptos* sponge contains secondary metabolite compounds from alkaloids, steroids and terpenoids. This study aims to determine the type of secondary metabolites from the n-hexane fraction of *Aaptos suberitoides* sponge using FTIR, GCMS and NMR. The stages carried out in this study are phytochemical tests, isolation and separation and identification with instruments. Based on the results of the phytochemical test of the n-hexane fraction of *Aaptos suberitoides* sponge, it shows the content of secondary metabolites from the alkaloid and steroid groups. The characterization of compounds from the n-hexane fraction in FTIR analysis showed the presence of several functional groups, namely OH, aromatic groups, aliphatic -CH, aromatic, C = C, aromatic rings C = C-C, -CH bending, aromatic esters and CO₃. ¹HNMR analysis (CDCl₃, 500 MHz) obtained chemical shifts δ 0.82 ppm (1H, *m*), δ 0.90 ppm (5H, *m*), δ 0.95 (1H, *s*), δ 1.15 ppm (1H, *s*), δ 1.27 ppm (4H, *s*), δ 1.31 ppm (12H, *qd*), δ 1.32 ppm (2H, *qd*), δ 1.37 ppm (1H, *d*), δ 1.40 ppm (1H, *m*), δ 1.45 ppm (1H, *m*), δ 1.69 ppm (1H, *p*), δ 4.25 ppm (3H, *m*), δ 7.54 ppm (1H, *dd*) and δ 7.72 (1H, *dd*). Based on chemical shifts isolate E₁SG₁P₂ is similar to the compound 2-ethyl-1-hydroxyhexyl (2-ethylhexyl) phthalate. Based on the results of GCMS analysis of isolate E₁SG₁P₂, the main compound is bis (2-ethyl hexyl) phthalate (46.37%).

Keywords: Fraction N-Hexane, Secondary Metabolites, Sponge , Phthalate

KATA PENGANTAR

Puji syukur penulis ucapkan kepada Allah Subhanahu Wa Ta'ala, sebab atas berkat dan kasih sayang Allah penulis dapat menyelesaikan skripsi yang berjudul **"Karakterisasi Metabolit Sekunder Fraksi N-Heksan Spons *Aaptos suberitoides* Asal Perairan Pulau Lemukutan Kalimantan Barat"**. Skripsi ini merupakan salah satu syarat untuk menyandang gelar Sarjana Sains pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura.

Skripsi ini berisi tentang proses isolasi metabolit sekunder dari fraksi *n*-heksan spons *Aaptos suberitoides*. Tahapan yang dilakukan dalam penelitian ini adalah uji fitokimia, isolasi dilanjutkan dengan karakterisasi. Isolasi yang dilakukan terdiri atas kromatografi lapis tipis (KLT), kromatografi kolom *flash* (KKF), kromatografi lapis tipis preparatif (KLTP) dan uji kemurnian. Isolat yang diperoleh diuji kemurniannya dengan kromatografi lapis tipis (KLT) 2 Dimensi dan dikarakterisasi lebih lanjut dengan FTIR, GCMS dan ¹HNMR.

Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan beberapa pihak. Oleh karena itu, penulis mengucapkan terima kasih kepada:

1. Dr. Gusrizal, S.Si, M.Si. selaku Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura Pontianak beserta jajarannya.
2. Dr. Andi Hairil Alimuddin, M.Si. selaku Ketua Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura Pontianak sekaligus dosen penguji pertama yang telah memberikan arahan dan saran selama penulisan skripsi.
3. Dr. Ajuk Sapar, S.Si, M.Si. selaku dosen pembimbing pertama sekaligus Kepala Laboratorium Bioteknologi dan Riset Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura Pontianak dan Rudiyanasyah, P.hD selaku dosen pembimbing kedua yang telah memberikan motivasi, bimbingan, masukkan pada penulis dengan penuh kesabaran selama penulisan hingga selesai skripsi ini.
4. Puji Ardiningsih, S.Si, M.Si. selaku dosen penguji kedua yang telah memberikan arahan dan saran selama penulisan skripsi.

5. Adhityawarman, S.Si, M.Si, Ph.D. selaku dosen pembimbing akademik sekaligus Kepala Laboratorium Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura Pontianak yang telah memberikan motivasi, arahan dan saran selama perkuliahan.
6. Bapak (Anong Arifin) dan Ibu (Karinah), kakak (Rajemah, Susiani), abang (Saprianto) yang telah memberikan kasih sayang, memberikan doa, dukungan moril ataupun materil dan motivasi selama ini serta menjadi salah satu motivasi untuk penulis tetap semangat menyelesaikan skripsi ini.
7. Seluruh Dosen Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura Pontianak yang telah memberikan ilmu-ilmu yang bermanfaat kepada penulis selama perkuliahan.
8. Teman-teman seperjuangan Kimia 2016 (Fosfor) yang senantiasa memberikan dukungan dan bantuannya selama menjalani perkuliahan hingga menyelesaikan skripsi.
9. Serta segenap pihak-pihak yang tidak dapat penulis sebutkan semuanya secara langsung maupun tidak langsung dalam membantu penulis menyelesaikan skripsi ini.

Semoga Allah membalas segala kebaikan mereka yang memberikan kemudahan dan bantuan kepada penulis, sehingga dapat menjadi amal jariah disisi Allah SWT. Penulis menyadari bahwa dalam penulisan skripsi ini masih banyak terdapat kesalahan. Oleh karena itu, penulis mengharapkan masukan dan saran dari semua pihak agar skripsi ini menjadi lebih baik dan dapat bermanfaat bagi masyarakat luas pada umumnya dan mahasiswa kimia khususnya.

Pontianak, Juni 2023

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
DAFTAR TABEL	v
DAFTAR GAMBAR	vi
DAFTAR LAMPIRAN	vii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Perumusan Masalah	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Manfaat Penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1 Spons	4
2.2 Metabolit Sekunder	5
2.3 Isolasi Metabolit Sekunder	7
2.3.1 Ekstraksi	7
2.3.2 Maserasi	7
2.3.3 Partisi	7
2.3.4 Fraksinasi	8
2.3.5 Purifikasi	8
2.4 Fourier Transform Infrared (FTIR)	9
2.5 Nuclear Magnetic Resonance (NMR)	9
2.6 Gas Chromatography Mass Spectrometry (GCMS)	10
BAB III METODOLOGI	11
3.1 Waktu dan Tempat Penelitian	11
3.2 Alat dan Bahan	11
3.3 Prosedur Kerja	11
3.3.1 Uji Fitokimia	12
3.3.2 Isolasi dan Pemurnian	13
3.3.3 Analisis Isolat	14
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	15
4.1 Uji Fitokimia	15
4.2 Isolasi dan Pemurnian	19
4.3 Karakterisasi FTIR	25
4.4 Karakterisasi ¹ HNMR	27
4.5 Karakterisasi GCMS	29

BAB V SIMPULAN DAN SARAN	33
5.1 Simpulan.....	33
5.2 Saran.....	33
DAFTAR PUSTAKA	34
LAMPIRAN	39

DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 4.1 Uji Fitokimia Fraksi n-heksan Spons <i>Aaptos suberitoides</i>	15
Tabel 4.2 Data Gabungan Fraksi KKF	23
Tabel 4.3 Hasil Karakterisasi FTIR Isolat E ₁ SG ₁ P ₂	26
Tabel 4.4 Data ¹ HNMR Isolat E ₁ SG ₁ P ₂	28
Tabel 4.5 Data GCMS Isolat E ₁ SG ₁ P ₂	30

DAFTAR GAMBAR

Halaman

Gambar 2.1 Morfologi Spons Secara Umum.....	4
Gambar 2.2 Spons <i>Aaptos suberitoides</i> (Trinh, et al., 2018).....	4
Gambar 2.3 Senyawa Alkaloid dari <i>A. Aaptos</i> (1), 5H,7H,9H-9S-hydroxy-imidazo[1,5- α]pyridine-1,3-dione, (2). 2,3-dihydro-2,3-dioxoaptamine (2), (3). indol-3-aldehyde, (4). methyl indole-3-carboxylate, (5). 4-hydroxy-5-(indole-3-yl)-5-oxo-pentan-2-one, (6). Thymidine dan Aaptoline A (7).....	5
Gambar 2.4 Struktur Molekul Senyawa Aaptamine (8), 9-demetyhlaaptamine (9) 4-N-methylaaptamine (10), 9-methoxyaaptamine (11).....	6
Gambar 2.5 Struktur Molekul (12) Kolesterol dan (13) 24-etilkolesterol.....	6
Gambar 2.6 Struktur Molekul (14) 2-metoksi-beta karotenoid, (15) 3-beta-5 alfa kolesterol.....	6
Gambar 4.1 Uji Fitokimia Fraksi n-heksan Spons <i>Aaptos suberitoides</i> Blanko dan Hasil Uji Fitokimia.....	16
Gambar 4.2 Reaksi Uji Dragendorff	17
Gambar 4.3 Reaksi Uji Meyer	17
Gambar 4.4 Reaksi Uji Wagner	18
Gambar 4.5 Reaksi Uji Tanin dengan Reagen FeCl ₃ 1%.....	18
Gambar 4.6 Reaksi Uji Steroid/Terpenoid.....	19
Gambar 4.7 Hasil KLT Fraksi n-heksan dengan Eluen 100% n-heksan, n-heksan : diklorometan (8:2) dan n-heksan : etil asetat (8:2) dibawah sinar UV λ 254 nm dan λ 366 nm.....	20
Gambar 4.8 KLT Hasil Kromatografi Kolom Flash dibawah lampu UV 366 nm	22
Gambar 4.9 KLT Vial 55, 61, β -sitosterol dan Fraksi Gabungan S ₅ , S ₆ dan β -sitosterol.....	23
Gambar 4.10 Hasil KLT Preparatif pada 254 nm dan 366 nm	24
Gambar 4.11 Hasil KLT 1 Dimensi dari Dekantasi dan KLT 2 Dimensi Isolat E ₁ SG ₁ P ₂	25
Gambar 4.12 Hasil Karakterisasi FTIR Isolat E ₁ SG ₁ P ₂	27
Gambar 4.13 Hasil Karakterisasi ¹ HNMR Isolat E ₁ SG ₁ P ₂	27
Gambar 4.14 Struktur 2-etil-1-hidroksi heksil (2-etil heksil) ftalat.....	29
Gambar 4.15 Kromatogram GC isolat E ₁ SG ₁ P ₂	29
Gambar 4.16 Spektra Massa Senyawa Bis (2-etil heksil) ftalat.....	31
Gambar 4.17 Struktur Bis (2-etil heksil) ftalat.....	31

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1 Bagan Penelitian	39
Lampiran 2 Dokumentasi Penelitian	40
Lampiran 3 Hasil Karakterisasi FTIR	43
Lampiran 4 Hasil Karakterisasi ¹ H-NMR	44
Lampiran 5 Hasil Karakterisasi GCMS.....	47
Lampiran 6 Pola Fragmentasi 2-etil-1-hidoksi heksil (2-etil heksil) ftalat.....	48

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia dikenal memiliki keragaman hayati laut terbesar dan berpotensi sebagai sumber bahan baku obat. Tingginya keanekaragaman hayati laut dan uniknya struktur molekul yang dihasilkannya adalah dua hal yang menjadi daya tarik para ilmuwan. Salah satu biota laut yang berpotensi untuk diteliti adalah spons. Spons merupakan biota laut yang memiliki lebih dari 800 spesies, dapat ditemukan dari perairan dangkal hingga kedalaman 8.000 m dan memiliki banyak metabolit primer maupun sekunder (Marzuki, 2018).

Spons menghasilkan metabolit sekunder untuk menjaga kelangsungan hidup dan pertahanan dirinya dari mangsa predator (Liem, *et al.*, 2019). Spons diketahui memiliki beragam metabolit sekunder diantaranya steroid, alkaloid, terpenoid, dan fenolik. Terbentuknya metabolit tersebut dipengaruhi oleh berbagai faktor tergantung dengan kondisi lingkungan tempat spons itu berasal. Spons umumnya memiliki bentuk yang tidak beraturan, memiliki lubang-lubang kecil atau berpori dan warna tubuh yang bervariasi (Marzuki, 2018).

Spons merupakan biota laut yang menjadi bagian penyusun suatu lingkungan hidup, spons umumnya hidup di lingkungan yang terdapat terumbu karang dan padang lamun dalam perairan yang beriklim tropik maupun subtropik (Haris, *et al.*, 2019). Di Perairan Kalimantan Barat terdapat ekosistem terumbu karang pada beberapa Pulau seperti Pulau Lemukutan, Randayan, Penata Besar, Penata Kecil dan Kabung.

Terumbu karang di Kalimantan banyak terdapat di sekitar pulau-pulau kecil khususnya Pulau Lemukutan, Kabupaten Bengkayang, Kalimantan Barat, umumnya yaitu berupa terumbu karang pinggiran. Sedangkan terumbu karang penghalang secara umum yang kondisinya masih baik, diperkirakan sekitar 1.500 ha dengan keanekaragaman yang tergolong sangat tinggi.

Perairan di Pulau Lemukutan menjadi habitat spons yang berasal dari kelas *Demospongiae* bernama *Aaptos suberitoides*. Spons kelas *Demospongiae* merupakan kelompok spons yang banyak ditemui di perairan Indonesia (Marzuki, 2018). Spons *Aaptos suberitoides* hidup pada ekosistem terumbu karang, berbentuk agak bulat, warnanya dari kuning hingga kecoklatan dan diketahui mengandung senyawa bioaktif (Syarmalina, *et al.*, 2016; Subagio dan Aunurohim, 2013; Calcinai, *et al.*, 2017). *Aaptos suberitoides* juga diketahui memiliki potensi besar sebagai antibakteri (Tunggali, *et al.*, 2019; Rosmiati, *et al.*, 2020). Beberapa penelitian dari *Aaptos suberitoides* yang telah dilakukan yaitu terhadap bakteri *S. aureus*, *E. coli* dan *C. albicans* (Abdillah, *et al.*, 2014) dan *Vibriyo harveyi* (Rosmiati, *et al.*, 2015).

Secara umum spons dari genus *Aaptos* mengandung metabolit sekunder dari golongan alkaloid pada fraksi metanol, pada fraksi polar ini banyak mengandung senyawa alkaloid yang dapat bertindak sebagai antitumor, antimikroba dan lainnya. Sementara itu, pada fraksi non polar ditemukan golongan senyawa terpenoid, steroid dan asam lemak serta fraksi *n*-heksan banyak mengandung steroid (Marzuki, 2018). Penelitian Cuong *et al.* (2019) menunjukkan bahwa ekstrak *n*-heksan, kloroform, etanol, etil asetat dan *n*-butanol spons *Aaptos suberitoides* yang berasal dari Teluk Nha Trang, Vietnam mengandung golongan alkaloid, flavonoid, steroid, dan tanin. Penelitian Putri *et al.* (2023) tentang isolasi dan karakterisasi senyawa kimia dengan analisis LC-MS/MS dari fraksi *n*-heksan dan etil asetat spons *Aaptos suberitoides* yang berasal dari pesisir Tulamben, Bali mengandung golongan alkaloid.

Berdasarkan perkembangan penelitian tersebut, maka penelitian ini dapat diarahkan pada penelusuran metabolit sekunder dari spons *Aaptos suberitoides* yang berasal dari Perairan Pulau Lemukutan, Kalimantan Barat. Penelitian ini bertujuan untuk mengidentifikasi jenis metabolit sekunder dari fraksi *n*-heksan spons *Aaptos suberitoides* menggunakan FTIR, GCMS dan ¹HNMR.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang tersebut maka dapat dirumuskan masalah dari penelitian ini adalah jenis metabolit sekunder apa saja yang terdapat pada fraksi *n*-heksan spons *Aaptos suberitoides*?

1.3 Tujuan Penelitian

Tujuan dari penelitian ini adalah mengidentifikasi jenis metabolit sekunder dari fraksi *n*-heksan spons *Aaptos suberitoides* menggunakan FTIR, GCMS dan ¹HNMR.

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang metabolit sekunder dari fraksi *n*-heksan spons *Aaptos suberitoides* asal Perairan Pulau Lemukutan Kalimantan Barat.