

**KARAKTERISASI METABOLIT SEKUNDER DAN UJI TOKSISITAS
PADA SPONS *CLATHRIA (THALYSIAS) REINWARDTI* (VOSMAER,
1880) ASAL PULAU SELUAS KALIMANTAN BARAT**

**ZAMHARI
NIM H1031171040**

SKRIPSI



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

**KARAKTERISASI METABOLIT SEKUNDER DAN UJI TOKSISITAS
PADA SPONS *CLATHRIA (THALYSIAS) REINWARDTI* (VOSMAER,
1880) ASAL PULAU SELUAS KALIMANTAN BARAT**

**ZAMHARI
NIM H1031171040**

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 DAN UJI TOKSISITAS PADA
SPONGE *CLATHRIAN (THALYSIAS) REINWARDTI* (VOSMAER, 1880) ASAL PULAU
SELUAS KALIMANTAN BARAT

Tanggung Jawab Yuridis Material Pada

Zamhari

111031171040

Disetujui oleh

Pembimbing I

Pembimbing II



Dr. Ajuk Sapar, S.Si, M.Si

NIP. 19112312000121001



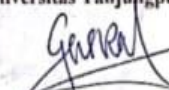
Rudivansyah, Ph.D

NIP. 19201242000121001

Disahkan Oleh

Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Tanjungpura



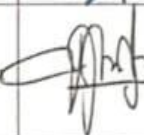
Br. Gufrizal, M.Si

NIP. 197108022000031001



KEMENTERIAN PENDIDIKAN, KEBUDAYAAN,
RISET DAN TEKNOLOGI
UNIVERSITAS TANJUNGPURA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
Jalan Prof. Hadari Nawawi, Pontianak
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	Pemimpin Sidang (Anggota Penguji)	III/d/Lektor	
Rudiyansyah, Ph.D NIP. 197201242000121001	Sekretaris Sidang (Anggota Penguji)	IV/a/Lektor Kepala	
Dr. Ari idiyantoro, M.si NIP. 19734012000121001	Ketua Penguji	III/d/Lektor	
Adhitiyawarman, S.Si, M.Si, Ph.D NIP. 198409192008121001	Anggota Penguji	III/b/Asisten Ahli	

Berdasarkan Surat Keputusan Dekan Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

Universitas Tanjungpura

Nomor : 1856/UN22.8/TD.06/2023

Tanggal : 26 Mei 2023

Tanggal Lulus : 6 Juni 2023

**KARAKTERISASI METABOLIT SEKUNDER DAN UJI TOKSISITAS
PADA SPONS *CLATHRIA (THALYSIAS) REINWARDTI* (VOSMAER,
1880) ASAL PULAU SELUAS KALIMANTAN BARAT**

ABSTRAK

Keanekaragaman hayati perairan laut Indonesia memberikan peluang yang tinggi sebagai sumber senyawa metabolit sekunder, salah satunya adalah spons. Spons merupakan salah satu biota laut yang memiliki potensi senyawa metabolit sekunder yang besar. Penelitian ini dilakukan untuk mengetahui tingkat toksisitas dan karakterisasi senyawa metabolit sekunder dari spons *Clathria (Thalysias) reinwardti* (vosmaer 1880). Hasil uji toksisitas menggunakan metode *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) menunjukkan ekstrak metanol bersifat sangat toksik dengan nilai LC₅₀ sebesar 9,9646 ppm. Fraksi *n*-heksana memiliki tingkat toksisitas yang paling tinggi dibandingkan fraksi etil asetat dan fraksi metanol dengan nilai LC₅₀ masing-masing sebesar 2,495 ppm, 15,231 ppm dan 65285 ppm. Hasil uji fitokimia terhadap ekstrak metanol dan fraksi metanol memberikan respon positif terhadap uji alkaloid sedangkan fraksi *n*-heksana dan fraksi etil asetat memberikan respon positif terhadap uji alkaloid dan terpenoid. Hasil karakterisasi isolat Z4A1FA5 menggunakan *Proton Nuclear Magnetic Resonance* (H-NMR) dengan pelarut klorofom pada frekuensi 500 MHz menunjukkan adanya pergeseran kimia pada 2,63 ppm (s, 1H), 3,52 ppm (m, 8H), 4,30 ppm (d, 3H), 7,05 ppm (s, 1H), 7,17 ppm (d, 1H), 7,5 ppm (s, 1H), 7,54 ppm (s, 1H) dan 7,72 ppm (s, 1H). berdasarkan data pergeseran kimia tersebut dan dibandingkan dengan literatur diketahui bahwa isolat Z4A1FA5 memiliki kesamaan dengan struktur senyawa *4-(2',3',4'-Trimethylphenyl)-but-3 (E)-en-2-one*. Hasil karakterisasi fraksi Z1 menggunakan *Gas Chromatography-Mass Spectrometry* (GC-MS) menunjukkan bahwa komponen utama penyusun fraksi Z1 adalah dioctyl adipate dengan luas area sebesar 51,26%

**CHARACTERIZATION SECONDARY METABOLITES AND TOXICITY
TESTS ON SPONGE *CLATHRIA (THALYSIAS) REINWARDTI*
(VOSMAER, 1880) FROM SELUAS ISLAND OF WEST BORNEO**

ABSTRACT

Sponges are one of the secondary metabolites that can be found in Indonesian coastal waters due to their rich biodiversity. One of the marine biota with a lot of promise for secondary metabolites is the sponge. The goal of this study was to characterize the secondary metabolites from the sponge *Clathria (Thalysias) reinwardti* vosmaer 1880 and assess their level of toxicity. The Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) method was used to conduct the toxicity test, and the findings revealed that the methanol extract had a very high LC50 value of 9.9646 ppm. In comparison to the ethyl acetate and methanol fractions, the n-hexane fraction is the most toxic, with LC50 values of 2.495 ppm, 15.231 ppm, and 6528 ppm, respectively. The alkaloid test on methanol extract and methanol fraction produced positive results, whereas the alkaloid and terpenoid tests on n-hexane fraction and ethyl acetate fraction produced positive results. Results of characterisation using 500 MHz Proton Nuclear Magnetic Resonance (H-NMR) in a solution of chloroform. The ¹H-NMR spectrum showed chemical shifts data at 2,63 ppm (s, 1H), 3,52 ppm (m, 8H), 4,30 ppm (d, 3H), 7,05 ppm (s, 1H), 7,17 ppm (d, 1H), 7,5 ppm (s, 1H), 7,54 ppm (s, 1H) dan 7,72 ppm (s, 1H). Based on the chemical shifts data and compared with the literature, it is known that the Z4A1FA5 has similarities with the structure of the 4-(2',3',4'-Trimethylphenyl)-but-3 (E)-en-2-one. The results of characterization of fraksi Z1 using Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) showed that the main component of fraksi Z1 was dioctyl adipate with area of 51,26%.

KATA PENGANTAR

Alhamdulillah *rabbi'l'alamin*. Puji dan syukur penulis panjatkan ke hadirat Allah *subhanahu wa ta'ala* yang telah memberikan rahmat dan karunia-nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan skripsi yang berjudul “**Karakterisasi Metabolit Sekunder dan Uji Toksisitas pada Spons *Clathria (Thalysias) Reinwardti* (Vosmaer, 1880) Asal Pulau Seluas Kalimantan Barat**”. Skripsi ini disusun sebagai salah satu syarat dalam menyelesaikan Pendidikan Sarjana (S-1) pada Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Tanjungpura Pontianak.

Skripsi ini membahas tentang metabolit sekunder dari spons *Clathria (Thalysias) Reinwardti* (vosmaer, 1880) yang diperoleh melalui proses maserasi, partisi, uji fitokimia, uji toksisitas menggunakan larva udang *Artemia salina* Leach, isolasi dan karakterisasi metabolit sekunder pada fraksi etil asetat. Berdasarkan hasil uji fitokimia, spons *Clathria (Thalysias) Reinwardti* (vosmaer, 1880) mengandung senyawa alkaloid, terpenoid dan steroid. Hasil uji toksisitas terhadap ekstrak methanol, fraksi *n*-heksana, dan fraksi etil asetat mengandung senyawa yang toksik.

Penulisan skripsi ini tidak terlepas dari bantuan berbagai pihak sehingga dapat terselesaikan tepat waktu. Penulis mengucapkan terimakasih banyak kepada orang-orang yang telah membantu dan senantiasa mendukung melalui doa, bantuan materi dan dukungan moril demi kelancaran penulis selama menempuh Pendidikan. Selain itu, penulis juga mengucapkan terimakasih kepada:

1. Bapak (Jerani Muhammad) dan Ibu (Darwati Munziri) selaku orangtua penulis yang telah memberikan kasih sayang dan motivasi serta pengorbanan tak terbatas yang selalu diberikan.
2. Dr. Gusrizal, M.Si selaku Dekan FMIPA Universitas Tanjungpura Pontianak
3. Dr. Andi Hairil Alimuddin, M.Si selaku Ketua Jurusan Kimia FMIPA Universitas Tanjungpura

4. Imelda H. Silalahi, Ph.D selaku Ketua Program Studi Kimia FMIPA Universitas Tanjungpura Pontianak
5. Dr. Ajuk Sapar, M.Si. dan Rudyansyah, Ph.D selaku dosen pembimbing tugas akhir yang telah memberikan waktu bimbingan dan arahan selama proses penelitian dan penulisan skripsi
6. Dr. Ari Widiyantoro, M.Si dan Dr. Adhitiyawarman, M.Si., Ph.D selaku dosen penguji tugas akhir yang telah memberikan saran dan masukan yang membangun dalam penelitian dan penulisan skripsi ini
7. Afghani Jayuskan, S.Si., M.Si. selaku Dosen Pembimbing Akademik
8. Seluruh dosen Jurusan Kimia yang telah memberikan ilmu-ilmu selama perkuliahan
9. Teman-teman “HELIOS 2017” yang telah kebersamai dan memberikan dukungan selama perkuliahan, penelitian dan penulisan skripsi
10. Semua pihak yang telah membantu dan mendukung penulis selama ini yang tidak dapat disebutkan satu persatu.

Semoga amal kebaikan dari pihak-pihak terkait diterima dan mendapat balasan yang sebaik-baiknya dari Allah Subhanahu wa ta'ala. Sebagai penutup, penulis berharap skripsi ini dapat bermanfaat untuk kemajuan dalam ilmu Kesehatan, masyarakat umum dan mahasiswa kimia khususnya. aamiin

Pontianak, 7 Juni 2023

Penulis

DAFTAR ISI

	Halaman
ABSTRAK	v
ABSTRACT	vi
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	ix
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR TABEL	xii
DAFTAR LAMPIRAN	xiii
BAB I PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Tujuan Penelitian	2
1.4 Manfaat Penelitian	2
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	3
2.1 Spons (porifera)	3
2.2 Metabolit Sekunder	7
2.3 Toksisitas	13
2.4 Isolasi dan Karakterisasi Metabolit Sekunder	14
2.5 Analisis Instrumentasi	15
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	17
3.1 Waktu dan Tempat	17
3.2 Alat dan Bahan	17
3.3 Prosedur Kerja	18
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN	24
4.1 Preparasi Sampel	24
4.2 Ekstraksi	25
4.3 Partisi	25
4.4 Uji Fitokimia	26

4.5	Uji Toksisitas.....	29
4.6	Isolasi.....	30
4.7	Analisis ¹ H-NMR isolat Z4A1FA5	37
4.8	Analisis GC-MS Isolat Z1	39
BAB V SIMPULAN DAN SARAN		41
4.7	Simpulan.....	41
4.8	Saran	41
DAFTAR PUSTAKA		42
LAMPIRAN.....		48

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Spons <i>Aplysina cavernicola</i> (Maldonado, 2015)	3
Gambar 2. 2 Strktur Spons (Amir dan Budiyanto, 1996)	4
Gambar 2. 3 Spons <i>Clathria (Thalysias) virgultosa</i> (Gomez, 2014)	6
Gambar 2. 4 Spons <i>Sycon ciliatum</i> (Renard, <i>et al.</i> , 2013)	6
Gambar 2. 5 Spons <i>Rosella nuda</i> (Renard, <i>et al.</i> , 2013)	7
Gambar 2. 6 Spons <i>Ceratoporella nicholsoni</i> (Swart, <i>et al.</i> , 1998)	7
Gambar 2. 7 Struktur Isoprena (Zeinali, <i>et al.</i> , 2016)	8
Gambar 2. 8 Senyawa Agelasine E	9
Gambar 2. 9 Senyawa Sarangosterol	10
Gambar 2. 10 Senyawa Psammaplin A.....	11
Gambar 2. 11 Senyawa Xestomanzamine A.....	12
Gambar 4. 1 Sampel Spons <i>Clathria (Thalysias) Reinwardti</i> Vosmaer 1880	24
Gambar 4. 2 Proses Maserasi Menggunakan Pelarut Metanol	25
Gambar 4. 3 Partisi (a) Fraksi <i>n</i> -heksana dan (b) Fraksi Etil Asetat.....	26
Gambar 4. 4 Uji Fitokimia Alkaloid, Flavonoid, dan Tanin.....	27
Gambar 4. 5 Uji Fitokimia Terpenoid dan Steroid	38
Gambar 4. 6 Orientasi Kromatografi Lapis Tipis	32
Gambar 4. 7 Profil Kromatogram Hasil KKF Sinar UV 366 nm	33
Gambar 4. 8 Profil Kromatogram Hasil KKF Setelah Disemprotkan Reagen Serum Sulfat dan Dipanaskan.....	33
Gambar 4. 9 Hasil Kromatografi Lapis Tipis Preparatif Fraksi Z4 254 nm	35
Gambar 4. 10 Hasil Kromatografi Lapis Tipis Eluen <i>n</i> -heksana:diklorometana (70:30) (a) 254 nm (b) 366 nm.....	36
Gambar 4. 11 Hasil Kromatografi Lapis Tipis Z4A1FA5	36
Gambar 4. 12 Spektrum ¹ H-NMR Isolat Z4A1FA5	37
Gambar 4. 13 Hasil Kromatografi Lapis Tipis Z1	39
Gambar 4. 14 Hasil Kromatogram Isolat Z1.....	39
Gambar 4. 15 Spektrum Peak Nomor 15	40
Gambar 4. 16 Mekanisme Fragmentasi Dioktyl Adiate.....	40

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Massa dan Rendemen Semua Fraksi.....	26
Tabel 4. 2 Hasil Pengamatan Uji Fitokimia	28
Tabel 4. 3 Hasil Uji Toksisitas	30
Tabel 4. 4 Data Gabungan Hasil Elusi Kromatografi Kolom Flash	34
Tabel 4. 5 Data Berat Isolat Z4A1FA1-Z4A1FA5	37
Tabel 4. 6 Data Pergeseran Kimia dari ^1H -NMR Isolat Z4A1FA5	38
Tabel 4. 7 Komponen Senyawa Dari Isolat Z1	39

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Bagan Penelitian Maserasi dan Partisi.....	48
Lampiran 2. Bagan Penelitian Uji Fitokimia	49
Lampiran 3. Perhitungan Rendemen.....	50
Lampiran 4. Data dan Perhitungan Nilai LC50	51
Lampiran 5. Dokumentasi Penelitian	54
Lampiran 6. Data Spektrum H-NMR Isolat Z4A1FA5	56
Lampiran 7. Hasil Analisis GC-MS Isolat Z1.....	59

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Upaya pengobatan kanker dapat dilakukan dengan operasi pembedahan, penggunaan radioaktif, dan terapi kemoterapi. Perlakuan operasi tidak dapat mengangkat sel kanker secara utuh sedangkan Kemoterapi dan radioterapi dapat merusak jaringan normal yang lain (Puri dan winata, 2019). Obat-obatan pada kemoterapi tidak hanya menyerang sel kanker, tetapi juga menyerang sel-sel normal yang ada ditubuh sehingga dapat menyebabkan kerontokan rambut, muntah, mual, nyeri bahkan sesak napas (Pratama dan nuwarda, 2018). Oleh karena itu diperlukan senyawa bioaktif lain dengan memanfaatkan senyawa metabolit sekunder yang berpotensi sebagai senyawa antikanker. Pencarian metabolit sekunder terus dilakukan hingga saat ini untuk mendapatkan senyawa aktif yang memberikan efek samping minimum terhadap sel sehat.

Keanekaragaman hayati perairan laut Indonesia memberikan peluang yang tinggi sebagai sumber senyawa metabolit sekunder, salah satunya adalah spons. Potensi spons di ekosistem terumbu karang di Asia Tenggara mencapai 2.000 spesies dan 700 spesies berada di perairan Indonesia (Wantah, *et al.*, 2018). Potensi yang besar itu disebabkan karena terumbu karang Indonesia sebagai habitat hidup spons merupakan bagian dari Kawasan *World Coral Triangel* dan sebanyak 16% dari ekosistem terumbu karang dunia ada di Indonesia (Atikana, 2020).

Beberapa penelitian yang telah dilakukan mengenai aktivitas metabolit sekunder dari spons sebagai senyawa antikanker diantaranya ditemukan aktivitas antioksidan yang tergolong kuat dalam spons *Lamellodysidea herbacea* (Rumagit, *et al.*, 2015). Ekstrak etanol dari spons *Lamellodysdidea herbacea* dapat menghambat sel kanker (Sumilat, 2017). Temuan lain dari spons *Aaptos sp* yang mengandung alkaloid dan terpenoid menghasilkan efek sitotoksisitas pada sel kanker payudara MCF-7 (Fristiohady dan lidya, 2020). Menurut Putri dan Hadisaputri (2018) ekstrak etil asetat spons *Haliclona exigua* memiliki aktivitas anti tumor terhadap sel MCF-7 dan Hep2 pada kanker payudara serta kandungan

metabolit sekunder dari spons dari kelas *Demospongiae* aktif menghambat sel kanker payudara (T47D dan MCF-7).

Pendekatan penelusuran metabolit sekunder dari spons dapat dilakukan melalui skrining toksisitas terhadap ekstrak metanol dan fraksi-fraksinya. Oleh karena itu, perlu dilakukan skrining toksisitas dan karakterisasi metabolit sekunder dari spons *Clathria (Thalysias) Reinwardti* (vosmaer, 1880) asal pulau Seluas provinsi Kalimantan Barat.

1.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian diatas, rumusan masalah pada penelitian ini adalah:

1. Bagaimana toksisitas ekstrak metanol, fraksi *n*-heksan, fraksi etil asetat, dan fraksi metanol-air pada spons *Clathria (Thalysias) Reinwardti* (vosmaer, 1880) asal pulau Seluas Kalimantan Barat?
2. Bagaimana karakteristik metabolit sekunder dari fraksi etil asetat pada spons *Clathria (Thalysias) Reinwardti* (vosmaer, 1880) asal pulau Seluas provinsi Kalimantan Barat?

1.3 Tujuan Penelitian

Adapun tujuan dari penelitian ini adalah

1. Mengetahui tingkat toksisitas ekstrak metanol, fraksi *n*-heksan, fraksi etil asetat, dan fraksi metanol-air pada spons *Clathria (Thalysias) Reinwardti* (vosmaer, 1880) asal pulau Seluas Kalimantan Barat.
2. Menentukan karakteristik metabolit sekunder dari fraksi etil asetat pada spons *Clathria (Thalysias) Reinwardti* (vosmaer, 1880) asal pulau Seluas provinsi Kalimantan Barat

1.4 Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai kandungan metabolit sekunder yang memiliki aktivitas antikanker dari spons yang berasal dari perairan Pulau Seluas provinsi Kalimantan barat. Sehingga penelitian yang telah dilakukan dapat memberikan kontribusi pada pengembangan senyawa metabolit sekunder sebagai senyawa aktif antikanker.