



Artikel Penelitian

Senyawa Golongan Alkaloid dari Ekstrak Etanol Spons *Stylotella* sp. Asal Kepulauan Selayar

Aspina Damayanti¹, Asriani Ilyas², Firnanelty^{3*}^{1,2}Laboratorium Organik, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Alauddin, Makassar, Indonesia, 92118³Laboratorium Anorganik, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Alauddin, Makassar, Indonesia, 92118**INFO ARTIKEL****ABSTRAK****Riwayat Artikel**

Diterima 30 Agustus 2020

Direvisi 7 Desember 2020

Tersedia online 21 Januari 2021

* Email penulis korespondensi:
firnanelty.rasyid@uin-alauddin.ac.id

Isolation of secondary metabolite compound has been conducted from sponge *Stylotella* sp., Selayar Island. *Stylotella* sp., one of *Demospongiae* class sponge, is found spreading in Selayar Island. This study aims to determine secondary metabolite compounds contained in the ethanol extract of *Stylotella* sp. sponge by extraction, fractionation and purification methods. The purity test was carried out by three eluent systems of TLC, namely chloroform:ethyl acetate (9:1), n-hexane:acetone (9:1), and chloroform:acetone (9:1). Each eluent produced a single spot. FTIR analysis of *Stylotella* sp. isolate showed that the pure isolates contained alkaloid compounds with the appearance of a typical functional group of alkaloid compounds.

Keywords: Alkaloids, sponge *Stylotella* sp, extraction

Telah dilakukan isolasi senyawa metabolit sekunder dari spons *Stylotella* sp. asal Kepulauan Selayar. Spons *Stylotella* sp merupakan spons kelas *Demospongiae* yang ditemukan penyebarannya di Perairan Pulau Selayar. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui golongan senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada ekstrak etanol spons *Stylotella* sp. dengan metode ekstraksi, fraksinasi dan pemurnian. Uji kemurnian dilakukan dengan uji tiga sistem eluen pada KLT yaitu kloroform:etil asetat (9:1), n-heksan:aseton (9:1), dan kloroform:aseton (9:1). Masing-masing eluen menghasilkan noda tunggal. Isolat hasil analisis FTIR menunjukkan bahwa isolat murni mengandung senyawa alkaloid dengan munculnya gugus fungsi khas senyawa golongan alkaloid.

Kata kunci: Alkaloid, spons *Stylotella* sp., ekstraksi

1. Pendahuluan

Keanekaragaman hayati laut Indonesia khususnya Sulawesi Selatan memiliki potensi yang dapat dimanfaatkan secara optimal [1]. Kepulauan Selayar sebagai salah satu kabupaten di Sulawesi Selatan dengan posisi koordinat antara 5°42'-7°5' LS dan 120°15'-122°30' BT yang memiliki wilayah perairan yang luas. Pulau Selayar berbatasan dengan Kabupaten Bulukumba di sebelah utara, berbatasan dengan Laut Flores di sebelah timur, berbatasan dengan Laut Flores dan Selat Makassar di sebelah selatan [2]. Saat ini, Informasi tentang biota laut di Indonesia timur terkait keragaman, distribusi, kelimpahan maupun kandungan metabolit sekundernya masih relatif sedikit [3]. Keanekaragaman hayati laut Indonesia timur pada daerah Pulau Selayar memiliki peluang yang sangat besar dalam pengembangan dan pengolahan potensi bidang kelautan. Namun, perkembangan bidang kelautan Indonesia belum mendapatkan perhatian serius. Padahal, potensi bidang kelautan sangat besar terhadap keanekaragaman sumber hayati laut baik pada kepulauan wilayah pesisir dan pulau-pulau kecil yang masih belum banyak terjangkau dan dimanfaatkan secara optimum [1].

Pemanfaatan sumber hayati tidak hanya melalui penangkapan, namun perlu pengembangan usaha budidaya. Pengembangan budidaya lebih banyak pada ikan-ikan yang memiliki nilai ekonomi yang tinggi sebab masyarakat memiliki ketergantungan sebagai bahan makanan dan pendapatannya [4]. Sumber daya alam hayati masih dapat dikembangkan salah satunya pada ekosistem terumbu karang. Terumbu karang ialah kumpulan terumbu karang segala kehidupan yang didalamnya memiliki nilai ekonomi yang tinggi. Ekosistem terumbu karang dengan keanekaragaman spesies merupakan bagian dari ekosistem laut untuk berbagai aneka biota laut [5].

Spons merupakan biota laut penyusun terumbu karang yang hidup di dasar perairan dan memiliki peran penting terhadap ekosistem laut. Spons memiliki komponen bioaktif yang belum banyak dimanfaatkan oleh masyarakat dan memiliki potensi bioaktif yang lebih tinggi dibandingkan tanaman-tanaman darat [6]. Beberapa biota laut telah terbukti memiliki 6000 senyawa yang berhasil diisolasi dan 40% diantaranya terdapat pada spons [3]. Senyawa bioaktif spons berupa senyawa metabolit sekunder yang berguna untuk mempertahankan diri. Metabolit sekunder merupakan senyawa hasil biosintetik turunan metabolit primer yang umumnya direduksi oleh organisme untuk mempertahankan diri dari organisme lainnya. Setiap jenis spons memiliki metabolit sekunder yang memiliki sifat bioaktif [6]. Salah satu jenis spons adalah *Stylotella* sp. yang memiliki potensi pada senyawa bioaktifnya.

Spons *Stylotella* sp. tersebar luar di alam dan dapat ditemukan di daerah yang dangkal dengan bentuk warna yang cerah. *Stylotella* sp. memiliki senyawa metabolit sekunder yang berpotensi sebagai antikanker. Berdasarkan penelitian Musman dkk. [7], spons *Stylotella aurantium* yang hidup di pulau Iromote berhasil diisolasi senyawa metabolit sekunder *sesquiterpene carbonimidic dichlorides* dengan pelarut aseton yang mempunyai aktifitas sitotoksik terhadap beberapa sel tumor dengan IC_{50} sebesar 0,1-1 $\mu\text{g/mL}$. Spons jenis yang sama diperoleh di kepulauan Fuji dengan kedalaman 5 m. Spons tersebut difraksinasi dengan mencampurkan metanol dan diklorometan dengan aktivitas antikanker terhadap sel tumor ovarium A278 dengan ID_{50s} sebesar 0,47 $\mu\text{g/mL}$ dan sel kanker leukimia K562 dengan ID_{50s} sebesar 0,45 $\mu\text{g/mL}$ [8].

Penelitian isolasi metabolit sekunder spons *Stylotella aurantium* yang diperoleh dari Papua New Guinea berhasil dilakukan dengan pelarut metanol dan diklorometan menghasilkan senyawa *cycloheptapeptide*. Senyawa tersebut memiliki aktivitas antikanker terhadap sel leukimia P-388 dengan nilai ED_{50} sebesar 0,8 $\mu\text{g/mL}$ [9]. Spons *Stylotella aurantium* diisolasi dengan metanol menghasilkan senyawa *palauamine* yang memiliki aktifitas antikanker terhadap beberapa sel kanker seperti pada sel kanker leukimia P-388 dengan IC_{50} sebesar 0,1 $\mu\text{g/mL}$, sel kanker paru-paru A-549 dengan IC_{50} sebesar 0,2 $\mu\text{g/mL}$ dan terhadap limposit murine dengan IC_{50} sebesar 1,5 $\mu\text{g/mL}$ [10]. Isolasi kandungan metabolit sekunder spons *Stylotella* sp. dari wilayah Indonesia hingga saat ini belum ada yang melakukan. Studi ini perlu dilakukan untuk mengetahui golongan senyawa aktif yang terkandung pada spons *Stylotella* sp. menggunakan pelarut polar.

2. Bahan dan Metode

2.1. Bahan

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini yaitu asam sulfat p.a (Merck), asam sulfat 10%, aseton, besi(III) klorida (FeCl_3) 5%, etanol 96%, etil asetat teknis (*Bratachem*), kloroform teknis, plat TLC silica gel 60 F_{254} , *microtube*, natrium hidroksida 10%, n-heksan (*Bratachem*), pereaksi Dragendorff, pereaksi Liebermen Burchard, pereaksi Mayer, pereaksi Wagner (Merck no. katalog 7734) dan spons *Stylotella* sp.

2.2. Preparasi Sampel

Sampel diambil dari perairan Kepulauan Selayar dengan kedalaman sekitar 3-10 m karena pertumbuhan dan komunitas terumbu karang dan spons optimum pada kedalaman tersebut [11]. Sampel diidentifikasi taksonomi di Fakultas Perikanan dan Kelautan, Universitas Hassanudin, Makassar.

2.3. Fraksinasi dengan KKCv, KLT, dan KKG

Ekstrak kasar etanol spons *Stylotella* sp. yang diperoleh dilanjutkan dengan proses kromatografi kolom cair vakum (KKCV) dengan berbagai perbandingan pelarut yang diurut berdasarkan kepolaran mulai dari non polar hingga polar. Fraksi yang diperoleh pada proses KKCV diuji dengan KLT (kromatografi lapis tipis), fraksi yang memiliki tanda-tanda kristal digabung dan dilanjutkan pada pemurnian dengan kromatografi kolom gravitasi (KKG) dengan perbandingan pelarut yang diurutkan berdasarkan kepolaran. Proses fraksinasi dilanjutkan dengan KKG diperoleh fraksi murni dan fraksi tersebut diuji kemurnian dan diidentifikasi.

2.4. Pemurnian

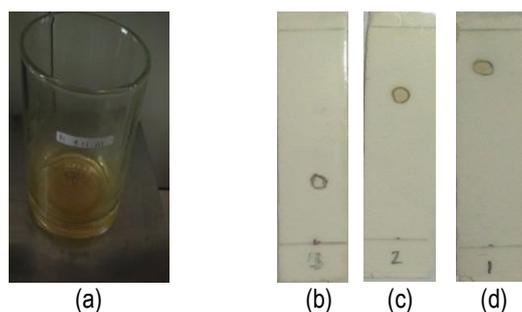
Isolat murni ditandai dengan hasil KLT yang menunjukkan satu noda dengan pengujian minimal tiga sistem eluen yaitu kloroform:etil asetat (9:1), kloroform:aseton (9:1) dan n-heksan:aseton (9:1). Isolat murni yang diperoleh diidentifikasi dengan uji kualitatif dan dikarakterisasi menggunakan spektrofotometer FTIR.

3. Hasil dan Pembahasan

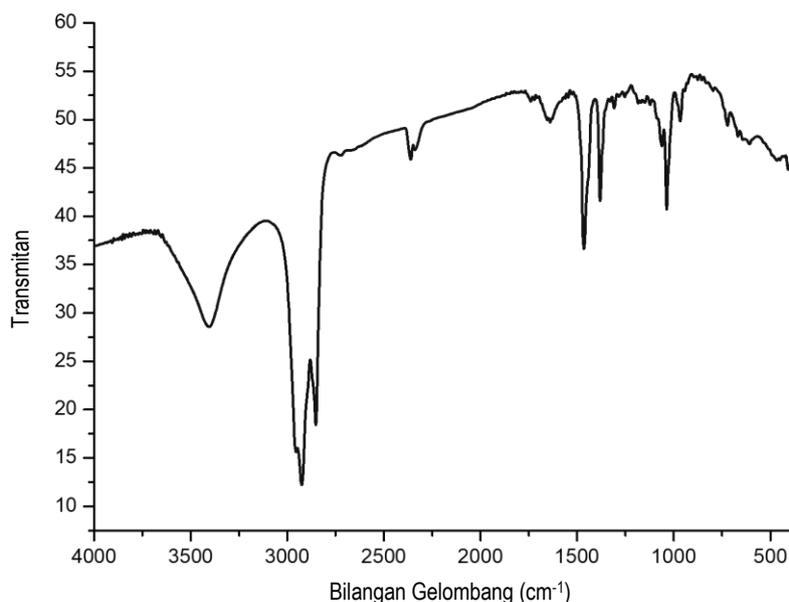
Proses ekstraksi dengan maserasi spons *Stylorella* sp. merupakan langkah awal memperoleh ekstrak kasar dengan menggunakan pelarut etanol. Pelarut ini digunakan untuk mengambil jenis senyawa dengan sifat polar. Ekstrak spons *Stylorella* sp. dilanjutkan dengan proses kromatografi kolom cair vakum (KKCV) dengan eluen terbaik dengan perbandingan pelarut n-heksan:etil asetat (9:1).

Proses KKCV menggunakan adsorben silika G₆₀ Merck nomor katalog 7730 dan silika G₆₀ Merck nomor katalog 7733 sebagai fase diam. Eluen yang digunakan ditingkatkan terus kepolarannya mulai dari n-heksan 100% dengan menambahkan etil asetat dengan perbandingan 9,5:0,5 (n-heksan:etil asetat), 9:1 (n-heksan:etil asetat), 8:2 (n-heksan:etil asetat), 7:3 (n-heksan:etil asetat), 6:4 (n-heksan:etil asetat), 5:5 (n-heksan: etil asetat), 4:6 (n-heksan:etil asetat), 3:7 (n-heksan:etil asetat) sampai etil asetat 100% dan etanol 100%. Proses KKCV menghasilkan sebanyak 17 fraksi. Hasil KLT yang memiliki noda yang sama digabung menjadi satu fraksi. Hasil fraksi gabungan yaitu fraksi A (fraksi 4-6), fraksi B (fraksi 7-9), fraksi C (fraksi 10), fraksi D (fraksi 11), fraksi E (fraksi 12-15), fraksi F (fraksi 16), dan fraksi G (fraksi 17). Dari tujuh fraksi gabungan, fraksi yang menunjukkan tanda-tanda kristal adalah fraksi A yang berbentuk pasta kering dan noda yang sederhana. Fraksi A memiliki bobot cukup besar sekitar 0,3 gram untuk dilanjutkan proses KKG.

Fraksi A (**Gambar 1a**) dilanjutkan proses KKG yang bertujuan untuk mendapatkan senyawa murni. Fraksi A diimpragnasi menggunakan silika G₆₀ (230-400 mesh) Merck nomor katalog 7733. Eluen yang digunakan adalah n-heksan 100%, n-heksan:etil asetat (9,5:0,5), dan n-heksan:etil asetat (9:1) sehingga dihasilkan 49 fraksi. Isolat diperoleh dari eluen n-heksan:etil asetat (9:1) dari fraksi 18-29 dengan wujud kristal berwarna putih kekuningan bobot 0,0547 g. Pemurnian adalah tahap akhir isolasi untuk mengetahui tingkat kemurnian dari amorf dengan analisis KLT dengan uji tiga sistem eluen (**Gambar 1b, 1c dan 1d**).



Gambar 1. (a) Fraksi A dan hasil KLT terhadap fraksi A dengan tiga sistem eluen (b) kloroform:etil asetat (9:1) diperoleh Rf sebesar 0,77, (c) kloroform:aseton (9:1) diperoleh Rf sebesar 0,65 dan (d) n-heksan:etil asetat (9:1) diperoleh Rf sebesar 0,3.



Gambar 2. Spektrum inframerah isolat murni ekstrak etanol spons *Stylorella* sp.

Spons *Stylorella* sp. mengandung senyawa flavonoid dan alkaloid. Perubahan warna ekstrak menjadi kuning muda pada pereaksi NaOH 10% yang menunjukkan ekstrak positif mengandung flavonoid. Pengujian ekstrak dengan pereaksi Mayer menghasilkan warna kuning endapan putih pada sampel menunjukkan adanya alkaloid. Pengujian lain dengan pereaksi Wagner menunjukkan positif alkaloid yang ditandai dengan adanya endapan coklat. Identifikasi diperkuat dengan analisis spektrofotometer FTIR. Hasil karakterisasi FTIR terhadap isolat murni dapat dilihat pada spektrum **Gambar 2**.

Hasil karakterisasi IR memperlihatkan adanya serapan-serapan khas pada beberapa gugus fungsi, diantaranya pada daerah gelombang $3404,83\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan adanya serapan melebar sebagai vibrasi regang O-H terikat yang khas untuk gugus hidroksil. Serapan pada bilangan gelombang $3000-3750\text{ cm}^{-1}$ merupakan gugus N-H regangan [12]. Hal ini ditunjukkan pada spektrum pada bilangan gelombang $3678,07\text{ cm}^{-1}$ yang merupakan vibrasi ulur N-H. Pada daerah $1639,22\text{ cm}^{-1}$ juga menunjukkan vibrasi tekuk N-H. Vibrasi pada bilangan gelombang $2955,25$; $2925,26$ dan $2852,23\text{ cm}^{-1}$ memberi petunjuk adanya uluran gugus C-H sp^3 dan didukung oleh adanya C-H tekukan dengan bilangan gelombang $1465,16$ dan $1381,41\text{ cm}^{-1}$. Serapan pada bilangan gelombang $1036,46\text{ cm}^{-1}$ yang memberi petunjuk adanya vibrasi tekuk C-N yang menandakan adanya alkaloid.

4. Kesimpulan

Telah dilakukan isolasi senyawa metabolit sekunder yang terdapat pada ekstrak etanol spons *Stylorella* sp. Hasil penelitian menunjukkan bahwa spons *Stylorella* sp. mengandung senyawa golongan alkaloid yang bersifat polar dibuktikan dengan uji kualitatif dan spektrum FTIR yang menunjukkan serapan gugus fungsi khas alkaloid. Golongan senyawa flavonoid juga ditemukan dalam ekstrak etanol spons *Stylorella* sp. berdasarkan hasil uji kualitatif.

Daftar Pustaka

- [1] B. Pramudyanto, "Pengendalian Pencemaran dan Kerusakan di Wilayah Pesisir", *Jurnal Lingkar Widya Swara*, vol. 1, no. 4, pp. 21-40, 2014.
- [2] S. Adhityatama, "Analisis Data (Situs Bonto Sikuyu, Kepulauan Selayar)", <https://www.researchgate.net/publication/304548558>, 2015.
- [3] R. Rachmat, "Spons Indonesia Kawasan Timur Keragaman, Distribusi, Kelimpahan, dan Kandungan Metabolit Sekundernya", *Oseanologi dan Limnologi di Indonesia*, vol. 33, no.1, pp. 123-138, 2007.
- [4] C. L. Huffard, M. V. Edrman, & T. Gunawan, *Prioritas Geografi Keanekaragaman Hayati untuk Pengembangan Kawasan Konservasi Perairan di Indonesia*. Jakarta: Kementerian Kelautan dan Perikanan, 2012.
- [5] R. T. Lubis, "Isolasi dan Uji Aktivitas Antibakteri Fraksi Non Polar Spon Laut *Axinella carteri* terhadap Bakteri *Ralstonia solanacearum*", Skripsi, Universitas Andalas, Padang, 2011.
- [6] T. Murniasih, "Metabolit Sekunder dari Spons sebagai Obat-Obatan", *Oseana*, vol. 28, no 3, pp. 27-33, 2003.
- [7] M. Musman, J. Tanaka, & T. Higa, "New Sesquiterpene Carbonimidic Dichlorides and Related Compound from the Sponge *Stylorella aurantium*", *Journal of Natural Products*, vol. 64, no. 1, pp. 111-113, 2001.
- [8] J. Tabudravu, L. A. Moris, J. J. K. den Boech, & J. Marcel, "Wainunamide, a Histidine-containing Proline-rich Cyclic Heptapeptide Isolated from the Fijian Marine Sponge *Stylorella aurantium*", *Tetrahedron Letters*, vol. 42, no. 52, pp. 9273-9276, 2001.
- [9] G. Pettit, J. K. Sriangam, D. L. Herald, K. L. Erickson, D. L. Doubek, J. M. Schmidt, L. P. Tackett, & G. J. Bakus, "Isolation and Structure of Stylostation 1 from the Papua New Guinea Marine Sponge *Stylorella aurantium*", *Journal of Organic Chemistry*, vol. 57, no. 26, pp. 7217-7220, 1992.
- [10] R. B. Kinnel, H-P. Gehrken, R. Swali, G. Skoropowski, & P.J. Scheuer, "Palau'amine and Its Congeners: A Family of Bioactive Bisguanidines from the Marine Sponge *Stylorella aurantium*", *The Journal of Organic Chemistry*, vol. 63, no. 10, pp. 3281-3286, 1998.
- [11] L. Noviana, "Studi Ekosistem Terumbu Karang di Taman Nasional Kepulauan Seribu", *Jurnal Pengelolaan Sumberdaya Alam dan Lingkungan*, vol. 9, no. 2, pp. 352-365, 2019.
- [12] C. J. Creswel, A. R. Olaf, & M. C. Malcolm, *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Bandung: ITB, 2005.