

Isolasi dan Identifikasi Senyawa Kimia dari Spons di Perairan Laut Sulawesi

Jenny Kumajas*, Dian Herlinda Octorina Howan*, Meiske Naomi Mamuaja*,
Miranty Paputungan*

*Jurusan Kimia Fakultas MIPAK Universitas Negeri Manado

INFO ARTIKEL

Diterima 19 September 2022
Disetujui 29 Oktober 2022

Key word:

Isolation
Cliona celata
2-metil-1,3,5-trioxan

Kata kunci:

Isolasi
Cliona celata
2-metil-1,3,5-trioksan

ABSTRACT

It has been conducted a research of the isolation and identification of chemical compound from the spon in Sulawesi sea waters. The purpose of this study was to isolate and identify chemical compound from spon *Cliona celata* in Sulawesi sea waters. Isolation was carried out by extraction with ethanol 70% and partitioning with ethyl acetate. The separation was carried out using thin layer chromatography (TLC) and column chromatography. Identification of structure of the compound was done by mass spectrophotometry gas chromatography technique. The isolation results obtained the ethyl acetate fraction eluate vial-123 (0.2 mg) was determined as a compound with the proposed 2-methyl-1,3,5-trioxane.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang isolasi dan identifikasi senyawa kimia dari spons di perairan laut Sulawesi. Tujuan penelitian ini untuk mengisolasi dan mengidentifikasi senyawa kimia dari spons *Cliona celata* di perairan laut Sulawesi. Isolasi dilakukan melalui ekstraksi menggunakan etanol 70% dan dipartisi dengan etil asetat. Pemisahan dilakukan dengan teknik kromatografi lapis tipis (KLT) dan kromatografi kolom. Identifikasi struktur senyawa dilakukan dengan teknik kromatografi gas spektrofotometri massa. Hasil isolasi diperoleh eluat fraksi etil asetat vial-123 (0,2 mg) yang ditentukan strukturnya sebagai suatu senyawa dengan usulan 2-metil-1,3,5-trioksan.

e-mail:

jennykumajas@gmail.com
telp: 081244501244

Pendahuluan

Spons merupakan hewan berpori yang termasuk dalam filum Porifera, yang hidup di air. Sebagian besar hewan ini hidup di perairan laut sub tropis maupun tropis, dan sangat sedikit yang hidup di perairan air tawar. Umumnya hewan ini hidup pada ekosistem terumbu karang.

Spons merupakan salah satu jenis biota laut yang akhir-akhir ini banyak diteliti karena mengandung senyawa yang berpotensi untuk dikembangkan menjadi bahan sediaan obat. Beberapa peneliti melaporkan bahwa kandungan

spons laut bersifat sitotoksik[1], mempunyai aktivitas antifeedant atau anti pemangsa [2], antiinflamasi [3], antibakteri[4], anti jamur, antitumor [5] [6] [7] [8]. Kandungan metabolit sekunder dari sebagian spons yang diteliti mengandung alkaloid [8] [9] [10] [11] [12], terpenoid [13] dan steroid [14].

Perairan laut Sulawesi memiliki berbagai jenis sponge dalam jumlah yang cukup banyak. *Cliona celata* adalah salah satu jenis spons yang banyak terdapat di perairan laut Sulawesi, mudah

ditemukan karena berwarna kuning cerah dengan ukuran besar. Penelitian tentang jenis spons ini telah banyak dilakukan namun baru sebatas sifat biologi dan ekologi. Penelitian tentang sifat kimia termasuk kandungan senyawa kimia yang ada pada spons jenis ini belum banyak dilakukan. Penelitian ini dilakukan untuk mengisolasi dan mengidentifikasi senyawa kimia yang ada dalam spons *Cliona celata* di perairan laut Sulawesi.

Bahan dan Metode

Penelitian ini meliputi pengambilan sampel *Cliona celata* di pantai desa Popareng, isolasi dan identifikasi senyawa. Isolasi dilakukan di Laboratorium Kimia, Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Negeri Manado di Tondano. Identifikasi senyawa dilakukan dengan menganalisis berat molekul senyawa dengan metode GC-MS di Laboratorium Kimia Universitas Pendidikan Indonesia di Bandung.

Spons *C celata* yang diambil hanya bagian tubuh lunaknya saja (bagian atas). Setelah dibersihkan, spons dipotong-potong menjadi bagian kecil, ditimbang, kemudian diblender (untuk dihaluskan). Sampel spons yang sudah halus sebanyak 2101,98 g diekstraksi dengan cara dimaserasi menggunakan pelarut etanol yang kadarnya 70%, setiap kali penambahan pelarut sampel diaduk kemudian didiamkan. Hasil maserasi disaring menggunakan kertas saring dan filtratnya ditampung sedangkan residunya dimaserasi kembali. Hal ini dilakukan berulang-ulang sebanyak 6 x 24 jam. Filtrat yang diperoleh kemudian diuapkan dengan cara dievaporasi menggunakan rotary evaporator system sampai semua etanol menguap sehingga diperoleh ekstrak etanol spons.

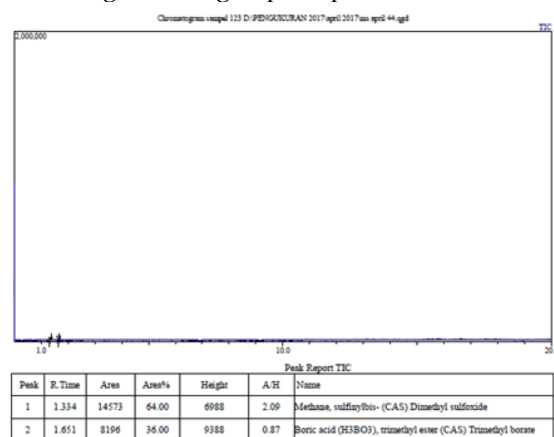
Sebanyak 44,16 g ekstrak etanol dilarutkan kedalam metanol dan aquades dengan perbandingan 95:5, metanol sebanyak 142,5 ml dan aquades 7,5 ml, dipartisi berulang-ulang dengan pelarut n-heksan, etil asetat, dan butanol teknis yang telah diredestilasi, untuk pemisahan komponen-komponen berdasarkan tingkat kelarutannya secara berturut-turut. Dimulai dari pelarut n-heksan (non polar). Saat dipartisi dengan n-heksan terbentuk tiga lapisan, lapisan atas (lapisan n-heksan), lapisan tengah (metanol-air) dan lapisan bawah (endapan). Filtrat n-heksan dievaporasi dan diperoleh ekstrak dari

fraksi n-heksan ini. Kemudian lapisan metanol-air dievaporasi untuk menghilangkan metanol, lalu dipartisi dengan etil asetat (semi polar) dan terbentuk lapisan atas (lapisan etil asetat) dan lapisan bawah (lapisan air). Filtrat etil asetat dievaporasi dan diperoleh ekstrak etil asetat.

Fraksi etil asetat dilarutkan dengan pelarut etil asetat, kemudian dianalisis menggunakan KLT dengan beberapa perbandingan volume pelarut yaitu Etil Asetat:n-Heksan (9:1, 8:2, 7:3, 6:4, 5:5). Hasil KLT masing-masing disinari di bawah lampu UV. Pelarut/eluat Perbandingan 9:1 menghasilkan pola pemisahan terbaik pada KLT, dan digunakan sebagai eluen pada kromatografi kolom gravitasi. Eluat dari fraksi etil asetat hasil kromatografi kolom, dipilih secara acak, eluat terpilih yakni vial dengan label 123 (eluat ke 123), diuapkan lalu ditimbang, kemudian eluat vial 123 sebanyak 0,2 mg dianalisis menggunakan alat GC-MS dan diidentifikasi untuk memperoleh struktur molekul senyawanya.

Hasil dan Pembahasan

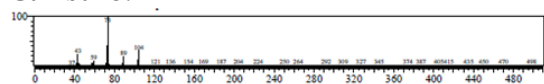
Eluat 123 kemudian dianalisis menggunakan GCMS dengan metode pengionan EI menggunakan alat GCMS-QP2010 Utra SHIMADZU, dengan gas pembawa Helium dengan tipe kolom Rxi 5MS, diperoleh kromatogram dengan peak pada Gambar 1.



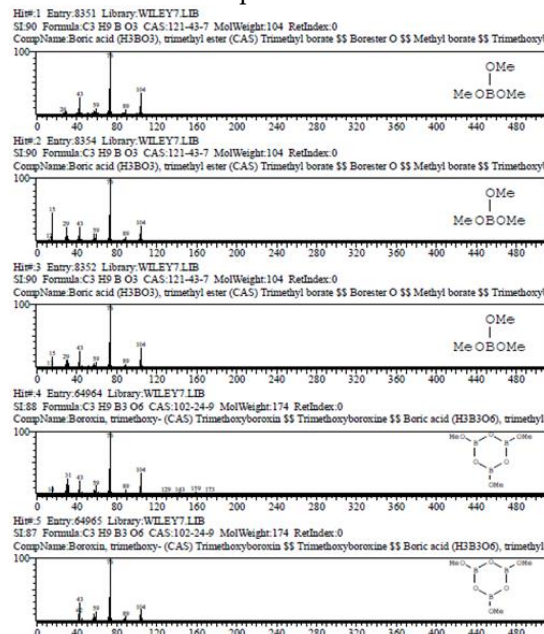
Gambar 1. Kromatogram eluat 123 fraksi etil asetat spons *Cliona celata*

Hasil kromatogram dari kromatografi gas pada Gambar 1 menunjukkan adanya 2 puncak senyawa. Analisis dengan spek-trometer massa menunjukkan bahwa spektro-gram senyawa puncak 2 dengan waktu retensi 1,651 menit dan luas area 36% ditampilkan pada Gambar 2, sedangkan spektrogram senyawa dengan acuan

data pada library Wiley7.LIB ditampilkan pada Gambar 3.

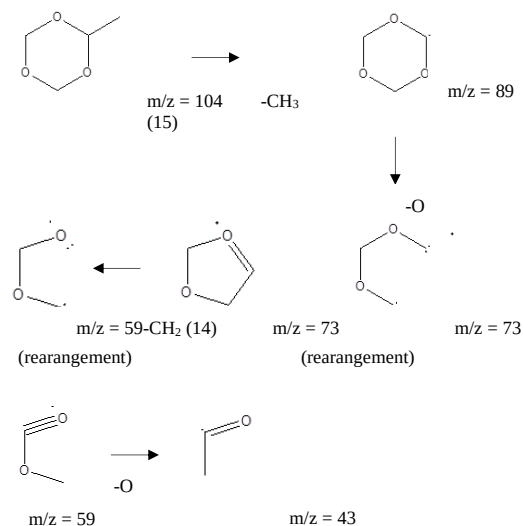


Gambar 2. Spektrogram puncak 2 dari fraksi etil asetat spons *C. celata*



Gambar 3. Spektrogram senyawa (library)

Spektrogram tersebut menunjukkan suatu prediksi senyawa yang memiliki berat molekul 104 m/z. Dari satuan masa atom 104 ke 89 terjadi pemecahan fragmen ion pertama yakni pelepasan molekul dengan m/z = 15 yang kemungkinan adalah $-\text{CH}_3$. Lalu pemecahan fragmen ion yang kedua dari satuan massa atom 89 ke 73 dimana terjadi pelepasan molekul dengan m/z = 16 ($-\text{O}$). Kemudian dari satuan massa atom 73 ke 59 terjadi pemecahan fragmen ion yang ketiga yakni pelepasan molekul dengan m/z = 14 ($-\text{CH}_2$). Selanjutnya pemecahan fragmen ion yang keempat dari satuan massa atom 59 ke 43 dimana terjadi pelepasan molekul dengan m/z = 16 ($-\text{O}$). Dan yang terakhir satuan massa atom 43 ke 37 sudah tidak diperhitungkan lagi. Untuk satuan massa atom dengan m/z = 43 berdasarkan Tabel 5-19 dari Hamming and Foster dan Tabel A-5 dari McLafferty [15] ditetapkan struktur molekulnya sebagai methyl ketones. Karena berat molekul senyawa tersebut 104 m/z, dan memiliki fragmentasi dengan m/z = 26, 43, 59, 73, 89, 104 (Gambar 4), sehingga berdasarkan pola fragmentasinya dapat ditetapkan rumus molekul senyawanya sebagai $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_3$.



Gambar 4. Pola fragmentasi 2-methyl-1,3,5-trioxane

Kesimpulan

Analisis GC-MS dari fraksi etil asetat spons *C. celata* menunjukkan puncak dengan berat molekul m/z=104 yang mengindikasikan adanya senyawa 2-methyl-1,3,5-trioxane dengan rumus molekul $\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_3$.

Ucapan Terimakasih

Kami mengucapkan terimakasih kepada pimpinan Universitas Negeri Manado Prof.Dr. Deitje A. Katuuk,M.Pd. sebagai Rektor UNIMA, dan Dr. Rymond J. Rumampuk, M.Si. sebagai Ketua Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat UNIMA, yang telah memfasilitasi lewat pemberian dana untuk penelitian ini.

Daftar Pustaka

1. Panggabean, J.A.; Adiguna, S.P.; Murniasih, T.; Rahmawati, S.I.; Bayu, A.; Putra, M.Y. Structure–Activity Relationship of Cytotoxic Natural Products from Indonesian Marine Sponges. *Rev. Bras. Farmacogn.* **2022**, *32*, 12–38, doi:10.1007/s43450-021-00195-w.
2. Assmann, M.; van Soest, R.W.M.; Köck, M. New Antifeedant Bromopyrrole Alkaloid from the Caribbean Sponge *Stylissa c. Aribica*.

- J. Nat. Prod.* **2001**, 64, 1345–1347, doi:10.1021/np000482s.
3. Alves, J.; Gaspar, H.; Silva, J.; Alves, C.; Martins, A.; Teodoro, F.; Susano, P.; Pinteus, S.; Pedrosa, R. Unravelling the Anti-Inflammatory and Antioxidant Potential of the Marine Sponge *Cliona Celata* from the Portuguese Coastline. *Marine Drugs* **2021**, 19, 632, doi:10.3390/md19110632.
4. Pasodung, A.; Losung, F.; Angkouw, E.; Lintang, R.; Mantiri, D.; Sumilat, D. Uji Aktivitas Antibakteri Spons Plakortis Sp. Yang Dikoleksi Dari Perairan Bunaken. *JPLT* **2018**, 6, 44, doi:10.35800/jplt.6.1.2018.20192.
5. Rombang, W.A.R. Potensi Antitumor Dari Beberapa Spons Laut Asal Teluk Manado. *fullerene journ of chem* **2017**, 2, 99, doi:10.37033/fjc.v2i2.19.
6. Forestieri, R.; Donohue, E.; Balgi, A.; Roberge, M.; Andersen, R.J. Synthesis of Clionamine B, an Autophagy Stimulating Aminosteroid Isolated from the Sponge *Cliona Celata*. *Org. Lett.* **2013**, 15, 3918–3921, doi:10.1021/ol4016783.
7. Keyzers, R.A.; Daoust, J.; Davies-Coleman, M.T.; Soest, R.V.; Balgi, A.; Donohue, E.; Roberge, M.; Andersen, R.J. Autophagy-Modulating Aminosteroids Isolated from the Sponge *Cliona Celata*. *Org. Lett.* **2008**, 10, 2959–2962, doi:10.1021/ol800937u.
8. Tsukamoto, S.; Katsuki, A.; Kato, H.; Ise, Y.; Losung, F.; E. P. Mangindaan, R. Agesamines A and B, New Dibromopyrrole Alkaloids from the Sponge *Agelas* Sp. *HETEROCYCLES* **2019**, 98, 558, doi:10.3987/COM-19-14054.
9. El-Desoky, A.H.; Kato, H.; Eguchi, K.; Kawabata, T.; Fujiwara, Y.; Losung, F.; Mangindaan, R.E.P.; de Voogd, N.J.; Takeya, M.; Yokosawa, H.; et al. Acantholactam and Pre- Neo -Kauluamine, Manzamine-Related Alkaloids from the Indonesian Marine Sponge *Acanthostrongylophora Ingens*. *J. Nat. Prod.* **2014**, 77, 1536–1540, doi:10.1021/np500290a.
10. Eguchi, K.; Fujiwara, Y.; Hayashida, A.; Horlad, H.; Kato, H.; Rotinsulu, H.; Losung, F.; Mangindaan, R.E.P.; de Voogd, N.J.; Takeya, M.; et al. Manzamine A, a Marine-Derived Alkaloid, Inhibits Accumulation of Cholesterol Ester in Macrophages and Suppresses Hyperlipidemia and Atherosclerosis in Vivo. *Bioorganic & Medicinal Chemistry* **2013**, 21, 3831–3838, doi:10.1016/j.bmc.2013.04.025.
11. Yamaguchi, M.; Miyazaki, M.; Kodrasov, M.P.; Rotinsulu, H.; Losung, F.; Mangindaan, R.E.P.; de Voogd, N.J.; Yokosawa, H.; Nicholson, B.; Tsukamoto, S. Spongiacidin C, a Pyrrole Alkaloid from the Marine Sponge *Stylissa Massa*, Functions as a USP7 Inhibitor. *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters* **2013**, 23, 3884–3886, doi:10.1016/j.bmcl.2013.04.066.
12. Herlt, A.; Mander, L.; Rombang, W.; Rumampuk, R.; Soemitro, S.; Steglich, W.; Tarigan, P.; von Nussbaum, F. Alkaloids from Marine Organisms. Part 8: Isolation of Bisdemethylaaptamine and Bisdemethylaaptamine-9-O-Sulfate from an Indonesian *Aaptos* Sp. Marine Sponge. *Tetrahedron* **2004**, 60, 6101–6104, doi:10.1016/j.tet.2004.05.068.
13. Ushiyama, S.; Umaoka, H.; Kato, H.; Suwa, Y.; Morioka, H.; Rotinsulu, H.; Losung, F.; Mangindaan, R.E.P.; de Voogd, N.J.; Yokosawa, H.; et al. Manadosterols A and B, Sulfonated Sterol Dimers Inhibiting the Ubc13–Uev1A Interaction, Isolated from the Marine Sponge *Lissodendryx Fibrosa*. *J. Nat. Prod.* **2012**, 75, 1495–1499, doi:10.1021/np300352u.
14. El-Desoky, A.H.; Kato, H.; Kagiya, I.; Hitora, Y.; Losung, F.; Mangindaan, R.E.P.; de Voogd, N.J.; Tsukamoto, S. Ceylonins A–F, Spongian Diterpene Derivatives That Inhibit RANKL-Induced Formation of Multinuclear Osteoclasts, from the Marine Sponge *Spongia Ceylonensis*. *J. Nat. Prod.* **2017**, 80, 90–95, doi:10.1021/acs.jnatprod.6b00725.
15. Silverstein, R.M.; Webster, F.X.; Kiemle, D.J.; Bryce, D.L. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*; Eighth edition.; Wiley: Hoboken, NJ, 2015; ISBN 978-0-470-61637-6.