

Skrining Metabolit Sekunder pada Sirip Ekor Hiu *Carcharhinus melanopterus*

Secondary Metabolite Screening of Shark Tail Fin *Carcharhinus melanopterus*

Andi Annisar Dzati Iffah*, Chair Rani, dan Muhammad Farid Samawi

Departemen Ilmu Kelautan, Fakultas Ilmu Kelautan dan Perikanan, Universitas Hasanuddin
Jl. Perintis Kemerdekaan Km. 10 Tamalanrea, Makassar 90245

*e-mail: andiannisar3@gmail.com

ABSTRAK

Hiu merupakan ikan laut yang banyak dimanfaatkan metabolit primernya untuk kebutuhan konsumsi, sedangkan senyawa metabolit sekunder khususnya pada bagian sirip hiu dikatakan memiliki banyak manfaat di bidang kesehatan. Penelitian ini bertujuan untuk mengetahui golongan senyawa metabolit sekunder pada sirip ekor hiu *Carcharhinus melanopterus*. Pengambilan sampel dilakukan di Pangkalan Pendaratan Ikan Paotere Kota Makassar. Sampel yang diambil adalah bagian sirip ekor ikan hiu jenis *Carcharhinus melanopterus*. Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi dengan pelarut *metanol*, *kloroform* dan *n-heksan* p.a. Hasil ekstrak yang diperoleh dari proses maserasi (*metanol*: 1,03%, *kloroform*: 0,49%, dan *n-heksan*: 0,034%). Pada ekstrak *C. melanopterus* menggunakan ketiga pelarut diidentifikasi golongan senyawa metabolit sekunder jenis alkaloid, flavonoid, saponin, steroid, dan poliphenol. Hasil identifikasi senyawa metabolit sekunder pada ekstrak sirip *C. melanopterus* dilakukan dengan uji warna. Skrining senyawa metabolit sekunder yang didapatkan pada ekstrak dengan pelarut *metanol* yaitu senyawa flavonoid dan saponin, pada ekstrak dengan pelarut *kloroform* mengandung senyawa saponin, sedangkan pada ekstrak dengan pelarut *n-heksan* positif mengandung senyawa alkaloid; flavonoid; dan saponin. Berdasarkan hasil uji warna terhadap identifikasi golongan senyawa terhadap ketiga jenis pelarut positif mengandung senyawa saponin sedangkan nilai negatif pada keberadaan senyawa steroid dan poliphenol.

Kata Kunci: *Carcharhinus melanopterus*, Sirip Hiu, Metabolit Sekunder, Ekstraksi, Uji Warna.

Pendahuluan

Perairan Indonesia memiliki potensi kekayaan alam yang besar dengan tingkat keragaman hayati yang tinggi, dimana di dalamnya terdapat berbagai jenis organisme laut. Dari 200 jenis ikan hiu di dunia, ada 118 jenis hiu yang sudah teridentifikasi di Indonesia (Sadili, 2013). Berdasarkan hasil pendataan monitoring penangkapan hiu yang dilakukan selama periode Juni-Agustus 2016, ditemukan 31,8% hiu jenis *Carcharhinus melanopterus* menjadi target sampingan oleh beberapa nelayan di PPI Paotere Kota Makassar (Iffah, 2016). Hiu ini merupakan jenis yang paling banyak dimanfaatkan metabolit primernya dengan mengonsumsi daging maupun sirip secara langsung. Sedangkan bagian tubuh lain seperti insang, hati, hingga usus mulai diolah dengan memanfaatkan senyawa metabolit sekunder yang dimiliki menjadi beberapa produk di bidang farmasi.

Seiring dengan perkembangan pengetahuan dan teknologi, beberapa pakar mulai melakukan penelitian tentang hiu. Penelitian terbaru di bidang farmasi menemukan adanya kandungan senyawa bioaktif dari beberapa bagian tubuh hiu yang dapat digunakan untuk bahan obat-obatan seperti senyawa *acetylenic* pada bagian insang (Zhang *et al*, 2017) maupun senyawa *squalen* pada minyak hati sebagai bahan kosmetik (Undjung, 2005). Sedangkan bagian tubuh seperti sirip hiu diinformasikan memiliki banyak manfaat sehingga mulai diuji potensinya (BPSPL Padang, 2017).

Hiu dari jenis *Carcharhinus melanopterus* merupakan salah satu spesies yang banyak diperdagangkan tidak hanya terbatas sebagai bahan makanan, tetapi juga dianggap sebagai sumber bahan kimia alam yang diduga berpotensi sebagai obat terutama pada bagian sirip. Adanya informasi mengenai khasiat kesehatan yang diperoleh setelah mengonsumsi sirip tentunya memicu kegiatan penangkapan hiu secara besar-besaran. Oleh karena itu, untuk pengelolaan lanjut dari pemanfaatan sirip ini maka perlu dilakukan skrining ekstrak sirip ekor hiu *Carcharhinus melanopterus* terhadap golongan senyawa metabolit sekunder. Bahan informasi dasar tentang potensi sirip ekor hiu *C. melanopterus* dalam memproduksi metabolit sekunder dapat menjadi acuan dalam melakukan penelitian lebih lanjut mengenai produksi senyawa biosintesis yang dapat diperoleh dari bahan alam lain.

Metode Penelitian

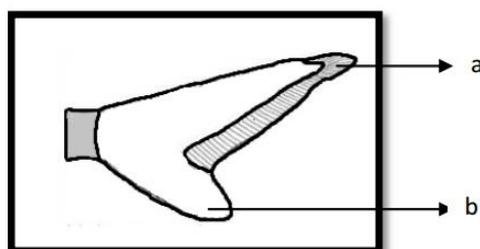
Waktu dan Tempat Penelitian

Penelitian ini dilakukan pada bulan September-Desember 2017. Lokasi pengambilan sampel sirip ekor hiu jenis *Carcharhinus melanopterus* dilakukan di Pangkalan Pendaratan Ikan Paotere Kota Makassar. Proses skrining metabolit sekunder dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Islam Negeri Alauddin Makassar.

Prosedur Penelitian

Sebelum pengambilan sampel sirip, tubuh ikan diukur panjang tubuh dan bobot tubuh terlebih dahulu. Sampel yang diambil adalah sirip ekor hiu yang masuk dalam kategori dewasa dengan panjang total tubuh ikan yang berkisar >100 cm dan ditandai dengan hilangnya tanda pusar pada bagian ventral tubuh dekat mulut (BPSPL, 2017). Sirip ekor hiu yang masih segar diambil dalam kondisi terpisah dari bagian tubuh utama. Selanjutnya, beberapa sirip ekor ditimbang hingga beratnya mencapai 1kg. Kemudian, sampel tersebut dimasukkan dalam *coolbox*.

Penyiapan awal bahan sirip ekor hiu *Carcharhinus melanopterus* dibersihkan terlebih dahulu. Kemudian sirip ekor dipisahkan dari tulang rawan dan kulitnya sehingga menyisakan bagian daging (Gambar 1). Selanjutnya daging sirip ekor dipotong-potong, lalu dicuci sampai bersih hingga tidak ada darah kemudian ditimbang. Daging sirip ekor ikan dicincang/dihancurkan untuk kemudian dilakukan maserasi.



Gambar 1. a) Bagian sampel yang tidak diambil (tulang rawan), b) Bagian sampel yang diambil

Sampel yang telah dicincang halus diekstraksi dengan menggunakan 3 jenis pelarut pro analisis, yaitu: pelarut polar (*metanol*), semipolar (*kloroform*) dan non polar (*n-heksan*). Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi. Sampel sirip direndam dengan pelarut *n-heksan* sebanyak 900ml untuk 300gr sampel daging sirip dalam labu *erlenmeyer* pada suhu kamar (Nimah *et al*, 2012). Selanjutnya pemberian perlakuan yang sama dilakukan pula pada pelarut *kloroform* dan *metanol*.

Proses maserasi dilakukan selama 2x24 jam dengan pengulangan sebanyak 3 kali, lalu sampel akan disaring menggunakan kertas saring Whatman. Kemudian, hasil penyaringan diuapkan secara vakum menggunakan *rotavapor* pada suhu $\pm 40^{\circ}\text{C}$ untuk mendapatkan ekstrak pekat. Hasil dari penyaringan (filtrat) lalu dimasukkan ke dalam botol vial yang sebelumnya telah ditimbang bobot untuk mendapat nilai rendemennya. Rendemen hasil ekstraksi dapat dihitung menggunakan rumus (Sani *et al*, 2014):

$$\text{Rendemen} = \frac{\text{Berat Akhir}}{\text{Berat Awal}} \times 100\%$$

Hasil *rotavapor* dituang ke dalam cawan untuk diuapkan dengan menggunakan kipas angin agar mempercepat proses penguapan. Ekstrak yang diperoleh kemudian ditimbang untuk kemudian disimpan di *freezer* ($\pm 200\text{C}$) yang nantinya akan digunakan untuk uji selanjutnya.

Identifikasi golongan senyawa metabolit sekunder (Harborne, 1998):

- a. Uji alkaloid sampel ekstrak 2 mL ($\pm 0,05\%$ b/v) dilarutkan dalam asam klorida 2 N (v/v) sebanyak 5 ml, ditambahkan 3 tetes pereaksi Wagner yang dibuat dengan cara 10 ml akuades dipipet kemudian ditambahkan 2,5 gram iodin dan 2 gram kalium iodida lalu dilarutkan dan diencerkan dengan akuades menjadi 200 ml dalam labu takar. Pereaksi ini berwarna coklat dan hasil uji dinyatakan positif bila dengan pereaksi Wagner terdapat endapan coklat.
- b. Uji flavonoid dilakukan dengan menggunakan sebanyak 2 mL sampel (0,05% b/v) ditambahkan serbuk Mg dan HCL pekat. Senyawa flavonoid ditunjukkan dengan terbentuknya warna merah atau jingga hingga kuning.
- c. Uji saponin dilakukan dengan menggunakan sebanyak 2 mL sampel ($\pm 0,05\%$ b/v) dilarutkan dalam aquades pada tabung reaksi, ditambah 10 tetes KOH dan dipanaskan dalam penangas air 50°C selama 5 menit, dan dikocok selama 15 menit. Jika terbentuk busa mantap dan tetap stabil selama 15 menit menunjukkan adanya senyawa saponin.
- d. Uji steroid dilakukan dengan menggunakan sebanyak 2 mL sampel ($\pm 0,05\%$ b/v) ditambah dengan pereaksi Liberman Burchard 1 mL. Senyawa steroid ditunjukkan dengan terbentuknya warna biru tua atau hijau kehitaman.
- e. Uji polifenol dilakukan dengan menggunakan sebanyak 2 mL sampel ($\pm 0,05\%$ b/v) dilarutkan dalam aquades 10 mL, dipanaskan 5 menit dan disaring. Filtrat

yang terbentuk ditambahkan 4-5 tetes FeCl_3 5% (b/v). Senyawa polifenol ditunjukkan dengan terbentuknya warna hijau kehitaman.

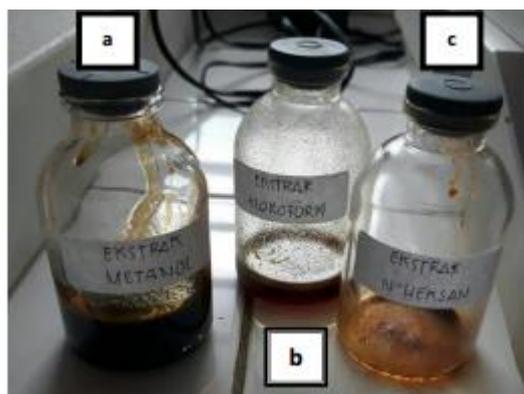
Analisis Data

Hasil skrining kandungan metabolit sekunder menggunakan metode Harborne (1998) dibuat dalam bentuk tabel dan dianalisis secara deskriptif.

Hasil dan Pembahasan

Ekstrak Sirip Ikan Hiu

Ekstraksi senyawa metabolit sekunder diambil dari beberapa potong sirip ekor ikan hiu jenis *Carcharhinus melanopterus*. Sirip ekor diperoleh dari hiu dengan panjang tubuh berkisar antara 117,9 – 140,5cm dan bobot tubuh berkisar antara 3,0 – 3,3kg. Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi bertingkat menggunakan pelarut *metanol*, *kloroform*, dan *n-heksan* yang disajikan pada Gambar 2. Hasil ekstrak yang diperoleh dari proses maserasi berdasarkan masing-masing pelarut didapatkan nilai rendemen yakni ekstrak *n-heksan* sebesar 0,034%, ekstrak *kloroform* sebesar 0,49%, dan ekstrak *metanol* sebesar 1,03%.



Gambar 2. Hasil ekstraksi sirip ekor ikan hiu *Carcharhinus melanopterus*. a. Ekstrak dengan pelarut *metanol*; b. Ekstrak dengan pelarut *kloroform*; c. Ekstrak dengan pelarut *n-heksan*.

Skrining Senyawa Metabolit Sekunder

Uji warna digunakan untuk mengetahui jenis golongan senyawa metabolit sekunder pada ekstrak kasar sirip ekor hiu *Carcharhinus melanopterus* yang ditandai dengan adanya perubahan warna dari ekstrak setelah penambahan reagen tertentu. Hasil pengujian menunjukkan adanya perbedaan kandungan jenis golongan senyawa seperti alkaloid, flavanoid, saponin, steroid, dan polifenol pada ekstrak dengan masing-masing pelarut. Hasil uji warna ekstrak yang aktif dapat dilihat pada Tabel 1.

Hasil uji metabolit sekunder dengan menggunakan pelarut *n-heksan* menunjukkan adanya kandungan jenis senyawa alkaloid, flavonoid, dan saponin. Senyawa alkaloid yang umumnya bersifat semi polar (Dewi dkk, 2013) hanya terikat oleh pelarut yang bersifat non polar. Hal ini menunjukkan pelarut *n-heksan* yang cukup selektif dalam mengisolasi senyawa. Adanya senyawa alkaloid ditandai dengan terbentuknya warna jingga pada ekstrak yang apabila dibiarkan

beberapa saat akan menghasilkan endapan berwarna oranye kecoklatan pada dasar tabung. Selain itu, senyawa flavonoid dan saponin teridentifikasi pada ekstrak dengan pelarut yang bersifat non polar dan polar.

Tabel 1. Hasil uji metabolit sekunder ekstrak sirip ekor ikan hiu dengan uji warna.

No.	Pelarut	Pereaksi	Golongan Senyawa	Hasil	Kesimpulan
1.		Wagner	Alkaloid	Terbentuknya endapan Jingga	Positif
2.	N-heksan	Mg+HCl Pekat	Flavonoid	Terbentuk warna Kuning	Positif
3.		Air +KOH	Saponin	Terbentuk Busa	Positif
4.		Liebermann-Burchard	Steroid	Tidak terbentuk perubahan warna	Negatif
5.		FeCl ₃ 5%	Poliphenol	Terbentuk warna Kuning kecoklatan	Negatif
6.		Wagner	Alkaloid	Tidak terbentuknya endapan	Negatif
7.	Kloroform	Mg+HCl Pekat	Flavonoid	Tidak terbentuk perubahan warna	Negatif
8.		Air +KOH	Saponin	Terbentuk Busa	Positif
9.		Liebermann-Burchard	Steroid	Tidak terbentuk perubahan warna	Negatif
10.		FeCl ₃ 5%	Poliphenol	Terbentuk warna Kuning kecoklatan	Negatif
11.	Metanol	Wagner	Alkaloid	Tidak terbentuknya endapan	Negatif
12.		Mg+HCl Pekat	Flavonoid	Terbentuk warna Kuning	Positif
13.		Air +KOH	Saponin	Terbentuk Busa	Positif
14.		Liebermann-Burchard	Steroid	Tidak terbentuk perubahan warna	Negatif
15.		FeCl ₃ 5%	Poliphenol	Terbentuk warna Kuning kecoklatan	Negatif

Pada penelitian Fukai *et al* (2002) ditemukan metode yang tepat dalam melakukan pemisahan antar senyawa flavonoid menggunakan senyawa yang bersifat nonpolar. Oleh karena itu, diduga senyawa flavonoid pada ekstrak dengan pelarut *n-heksan* dan *metanol* merupakan senyawa flavonoid dengan fungsi yang berbeda. Seperti halnya senyawa polifenol dan flavonoid yang merupakan senyawa fenolik, ekstrak tidak menunjukkan nilai positif setelah penambahan reagen FeCl₃ 5% terhadap senyawa polifenol.

Senyawa saponin juga bersifat non polar yang ditunjukkan melalui adanya busa stabil yang terbentuk setelah penambahan reagen. Hal ini bisa terjadi karena senyawa saponin juga memiliki gugus hidrofobik yaitu aglikon (Octaviani, 2009). Di sisi lain, meskipun senyawa steroid banyak terdapat di alam sebagai fraksi lipid dari hewan yang berfungsi sebagai pengatur aktivitas biologis (Ningsih *et al*, 2016), namun jumlah rendemen yang rendah didapatkan dari ekstrak sirip dengan pelarut yang bersifat non polar. Kemungkinan menumpuknya senyawa ini pada

saat pengujian sangat besar terutama keberadaan steroid pada fraksi lipid sedangkan ekstrak yang digunakan pada saat pengujian berupa ekstrak kasar.

Hasil uji metabolit sekunder dengan menggunakan pelarut *kloroform* hanya menunjukkan adanya senyawa saponin. Ekstrak yang menggunakan pelarut *kloroform* sebagai ekstrak kental banyak mengandung golongan-golongan senyawa yang kompleks. Jenis pelarut ini mampu menarik senyawa dalam 2 fase yakni non polar maupun polar sehingga kemungkinan besar menumpuknya senyawa alkaloid atau flavonoid pada ekstrak kasar sirip *Carcharhinus melanopterus* saat dilakukan pengujian. Hal ini sejalan dengan pendapat Ningsih (2016), kemungkinan senyawa yang diidentifikasi menumpuk dengan senyawa lain dalam jumlah yang lebih besar. Ekstrak sirip ekor ikan hiu diduga mengandung senyawa saponin yang tinggi karena mampu terikat pada tiga jenis pelarut yang berbeda yang ditandai dengan terbentuknya busa stabil. Menurut Marliana *et al* (2005), timbulnya busa menunjukkan adanya glikosida yang mempunyai kemampuan membentuk buih dalam air yang terhidrolisis menjadi glukosa dan senyawa lainnya. Proses sintesa senyawa glikosida merupakan proses detoksifikasi. Pada proses detoksifikasi ini, memungkinkan senyawa yang bersifat racun terikat pada ekstrak kasar sirip *Carcharhinus melanopterus*.

Hasil uji metabolit sekunder dengan menggunakan pelarut *metanol* menunjukkan kandungan senyawa flavonoid, dan saponin. Identifikasi senyawa flavonoid yang menggunakan reagen serbuk Mg dan HCl pekat menunjukkan nilai positif terhadap ekstrak dengan pelarut *n-heksan* menunjukkan perubahan warna kuning pucat sedangkan ekstrak dengan pelarut *metanol* menghasilkan warna kuning terang. Tidak teridentifikasinya senyawa alkaloid yang dikatakan cenderung bersifat semipolar (Harborne, 1984), Kemungkinan telah terikat langsung oleh pelarut yang bersifat non polar ketika proses maserasi awal. Uji steroid menunjukkan hasil negatif terhadap ketiga ekstrak yang ditandai dengan tidak adanya perubahan warna setelah pemberian pereaksi Lieberman Burchard. Sedangkan hasil pengujian senyawa polifenol menggunakan pereaksi FeCl_3 5% dikatakan positif apabila terbentuk larutan warna Hijau kehitaman. Namun hasil reaksi membentuk warna kuning kecoklatan yang menandakan hasil negatif pada ketiga ekstrak sirip ekor *Carcharhinus melanopterus*. Senyawa steroid dan polifenol yang tidak teridentifikasi pada pelarut *n-heksan*, *kloroform* hingga *metanol* (pelarut universal) menunjukkan bahwa kedua senyawa tersebut memang tidak dimiliki oleh sirip ekor *Carcharhinus melanopterus*. Untuk tujuan praktis dalam ekstraksi sirip ekor ikan hiu, golongan senyawa saponin dapat diekstrak dengan menggunakan salah satu dari ketiga pelarut yang dicobakan (*n-heksan*, *kloroform*, dan *metanol*). Sedangkan golongan senyawa flavonoid dapat diekstrak dengan menggunakan pelarut *n-heksan* atau *metanol*. Adapun senyawa alkaloid dapat diperoleh dengan menggunakan pelarut *n-heksan*.

Simpulan

Golongan senyawa metabolit sekunder dari sirip ekor hiu *Carcharhinus melanopterus* dengan pelarut *n*-heksan mengandung senyawa alkaloid, flavonoid, dan saponin. Golongan senyawa pada ekstrak dengan pelarut *kloroform* hanya positif mengandung senyawa saponin. Golongan senyawa yang terkandung pada ekstrak yang menggunakan pelarut *metanol* adalah senyawa flavonoid dan saponin.

Daftar Pustaka

- Balai Pengelolaan Sumberdaya Pesisir dan Laut Padang. 2017. Sirip hiu dan manfaatnya. <http://bpsplpadang.kkp.go.id/sirip-hiu--manfaat-dan-bahayanya>. Diakses pada tanggal 30 Januari 2018.
- Dewi, I.D.A.D.Y., Astuti, K.W., Warditiani, N.K. 2013. Skrining fitokimia ekstrak etanol 95% kulit buah manggis (*Garcinia mangostana* L.). *Jurnal Farmasi Udayana*, Vol.2: 15-22.
- Fukai, T., Marumo, A., Kaitou, K., Kanda, T., Terada, S. and Nomura, T. 2002. Anti-*Helicobacter pylori* flavonoids from licorice extract. *Life Science publication* Vol 71: 1449–1463.
- Iffah, A.A.D. 2016. *Monitoring Pemanfaatan Sirip Hiu Serta Pemantauan Produksi dan Retribusi Di PPI Paotere Kota Makassar*. Laporan Praktek Kerja Lapang. Fakultas Ilmu Kelautan dan Perikanan, Universitas Hasanuddin, Makassar.
- Marliana, S., V. Suryanti, dan Suyono. 2005. Skrining Fitokimia dan Analisis Kromatografi Lapis Tipis Komponen Kimia Buah Labu Siam (*Sechium edule* Jacq. Swartz.) dalam Ekstrak Etanol. *Jurnal Biofarmasi* Vol. 3(1): 26-31.
- Harborne, J.B. 1984. *Phytochemical methods*, 2nd edition. *Chapman And Hall Publications*, Vol. 288.
- Harborne, A. 1998. *Phytochemical Methods A Guide To Modern Techniques of Plant Analysis*. Springer Science & Business Media. UK.
- Nimah, S., Ma'ruf, W. F., & Trianto, A. (2012). Uji Bioaktivitas Ekstrak Teripang Pasir (*Holothuria scabra*) terhadap bakteri *Pseudomonas aeruginosa* dan *Bacillus cereus*. *Jurnal Pengolahan dan Bioteknologi Hasil Perikanan* Vol. 1: 9-17.
- Ningsih, D.R., Zufahair, dan D. Kartika. 2016. Identifikasi Senyawa Metabolit Sekunder serta Uji Aktivitas Ekstrak Daun Sirsak sebagai Antibakteri. *Jurnal Molekul*, Vol. 11(1): 101 - 111
- Octaviani, Y. 2009. *Isolasi dan Identifikasi Aglikon Saponin Kecambah Kacang Hijau (Phaseolus radiates L.)*. Skripsi. Jurusan Farmasi. Universitas Sanata Dharma. Yogyakarta.
- Sadili, D. 2013. *Upaya meningkatkan konservasi ikan hiu perlu aturannya yang memadai*. <http://www.didisadili.com/2013/12/upaya-meningkatkan-konservasi-ikan-hiu.html>. Diakses pada tanggal 5 Juni 2017.
- Sani, R.N., F.C. Nisa, R.D. Andriani, dan J.M. Maligan. 2014. Analisis rendemen dan skrining fitokimia ekstrak etanol mikroalga laut *Tetraselmis Chuii*. *Jurnal Pangan dan Agroindustri* Vol. 2(2):121-126.
- Undjung, D. 2005. Produksi skualen murni secara sinambung menggunakan kromatografi kolom. *Journal of Chemistry* 5 (3): 251 – 254.
- Zhang, Y., J. Mu, Y. Feng, K. Markus, F. Essmann, B. Hai-yan, and S. Grond. 2017. A New *Acetylenic* compound and other bioactive metabolites from a shark gill-derived *Penicillium* Strain. *Academy of Chemistry of Globe Publication*, Vol. 31: 985-989.

