



SKRIPSI

**ISOLASI DAN IDENTIFIKASI SENYAWA
 α -MANGOSTIN, RUBRASANTON DAN
MACLURASANTON DARI EKSTRAK KAYU
DAN KULIT AKAR *Garcinia tetrandra* Pierre**

AHMAD UBAIDILLAH IHSANY

NRP. 1413 100 073

Dosen Pembimbing

Prof. Dr. Taslim Ersam

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**



SCRIPT

ISOLATION AND IDENTIFICATION OF α -MANGOSTIN, RUBRAXANTHONE AND MACLURAXANTHONE FROM WOOD AND ROOT BARK OF *Garcinia tetrandra* Pierre

AHMAD UBAIDILLAH IHSANY

NRP. 1413 100 073

Advisor

Prof. Dr. Taslim Ersam

**DEPARTMENT OF CHEMISTRY
FACULTY OF MATHEMATICS AND SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

**ISOLASI DAN IDENTIFIKASI SENYAWA α -MANGOSTIN,
RUBRASANTON DAN MACLURASANTON DARI
EKSTRAK KAYU DAN KULIT AKAR *Garcinia tetrandra*
Pierre**

SKRIPSI

Disusun Untuk Memenuhi Salah Satu Syarat
Memperoleh Gelar Sarjana Sains
Pada
Program Studi S-1 Departemen Kimia
Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam
Institut Teknologi Sepuluh Nopember
Surabaya

Oleh:

**AHMAD UBAIDILLAH IHSANY
NRP 1413 100 073**

Surabaya, 28 Juli 2017

**DEPARTEMEN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUANALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

LEMBAR PENGESAHAN

**ISOLASI DAN IDENTIFIKASI SENYAWA α -MANGOSTIN,
RUBRASANTON DAN MACLURASANTON DARI
EKSTRAK KAYU DAN KULIT AKAR *Garcinia tetrandra*
Pierre**

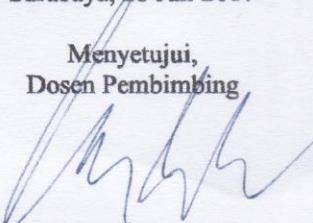
SKRIPSI

Oleh:

**AHMAD UBADILLAH IHSANY
NRP 1413 100 073**

Surabaya, 28 Juli 2017

Menyetujui,
Dosen Pembimbing


Prof. Dr. Taslim Ersam

NIP. 19520816 197903 1 004

Mengetahui,
Kepala Departemen Kimia,


Prof. Dr. Didik Prasetyoko, S.Si., M.Sc

NIP. 19710616 199703 1 002



Karya ini ku persembahkan kepada
Ayah dan Ibu tercinta
Adik-Adik tersayang dan Sahabat Anorthite serta
Teman-Teman Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis

**ISOLASI DAN IDENTIFIKASI SENYAWA α -MANGOSTIN,
RUBRASANTON DAN MACLURASANTON DARI
EKSTRAK KAYU DAN KULIT AKAR *Garcinia tetrandra*
Pierre**

Nama : Ahmad Ubaidillah Ihsany
NRP : 1413 100 073
Departemen : Kimia ITS
Dosen Pembimbing : Prof. Dr. Taslim Ersam

ABSTRAK

Garcinia tetrandra Pierre (wadung) merupakan salah satu famili Clusiaceae yang berpotensi sebagai sumber penghasil senyawa-senyawa santon. Tiga senyawa santon berhasil diisolasi dari ekstrak pekat metilen klorida kayu dan kulit akar dari *Garcinia tetrandra* yaitu α -Mangostin (1), Rubrasanton (2) dan Maclurasanton (3). Metode ekstraksi menggunakan pelarut metilen klorida dan fraksinasi dilakukan dengan kromatografi cair vakum, kromatografi kolom gravitasi dan kromatografi sistem radial atau kromatotron serta kromatografi kolom sephadex. Pemurnian dilakukan menggunakan metode kristalisasi dan rekristalisasi. Titik leleh masing-masing senyawa yaitu 177-178°C (1), 202-203°C (2) dan 197-198°C (3). Pembuktian senyawa murni dilakukan dengan tiga sistem kepolaran masing-masing dengan noda tunggal. Penentuan struktur dilakukan dengan memanfaatkan data dari spektrum UV-Vis, FT-IR, ¹H-NMR dan ¹³C-NMR.

Kata kunci: *Garcinia tetrandra* Pierre, santon, kromatografi

**ISOLATION AND IDENTIFICATION OF α -MANGOSTIN,
RUBRAXANTHONE AND MACLURAXANTHONE FROM
WOOD AND ROOT BARK OF *Garcinia tetrandra* Pierre**

Name : Ahmad Ubaidillah Ihsany
NRP : 1413 100 073
Department : Chemistry ITS
Advisor Lecturer : Prof. Dr. Taslim Ersam

ABSTRACT

Garcinia tetrandra Pierre (wadung) is one of the Clusiaceae family that has potential as the source of the producer of xanthone compounds. Three xanthone compounds, α -Mangostin (**1**), Rubraxanthone (**2**) and Macluraxanthone (**3**) was successfully isolated from wood and root bark of *Garcinia tetrandra* Pierre. The method of extraction was conducted using dichloromethane as solvent and was fractionated using vacuum liquid chromatography, gravity column chromatography, chromathotron and sephadex column chromatography. The purification of compounds were done using crystallitation and recrystalitation methods. The melting point of each compounds were 177-178°C (**1**), 202-203°C (**2**) dan 197-198°C (**3**) respectively. Proof of pure compounds were carried out by three systems of polarity with a single stain. The structures were elucidated by spectrum of UV-Vis, FTIR, ¹H-NMR and ¹³C-NMR.

Key word: *Garcinia tetrandra* Pierre, xanthone,
chromatography

KATA PENGANTAR

Alhamdulillahirobbil'alamin. Puji syukur penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah melimpahkan rahmat dan karunia-Nya sehingga naskah Skripsi berjudul "**Isolasi dan Identifikasi Senyawa α -Mangostin, Rubrasanton dan Maclurasanton dari Ekstrak Kayu dan Kulit Akar *Garcinia tetrandra* Pierre**" dapat diselesaikan dengan baik. Tulisan ini tidak akan terwujud dengan baik tanpa bantuan dan dukungan dari semua pihak. Untuk itu penulis sangat berterima kasih kepada:

1. Ayah dan ibu yang telah senantiasa memberikan motivasi serta doa yang tulus hingga penulis dapat menjadi seperti sekarang
2. Prof. Dr. Taslim Ersam, selaku dosen pembimbing yang telah memberikan pengarahan dan bimbingan selama proses penyusunan naskah Skripsi ini.
3. Prof. Dr. Didik Prasetyoko, M.Sc., selaku Ketua Jurusan Kimia atas fasilitas yang telah diberikan hingga naskah Kolokium ini dapat terselesaikan.
4. Dra. Ita Ulfin, M. Si yang telah menjadi dosen wali saya dari semester 1 hingga saat ini.
5. Seluruh jajaran Bapak Ibu dosen Jurusan Kimia FMIPA ITS atas segala dedikasinya.
6. Mas Edwin dan Bu Healthy yang telah banyak membantu penelitian ini hingga selesai.
7. Teman-teman Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis yang membantu dan memberikan semangat dalam pengerjaan skripsi ini.
8. Keluarga keduaku sahabat Anorthite terima kasih atas semua dukungan dan motivasi yang telah diberikan.

Penulis menyadari sepenuhnya bahwa penulisan naskah skripsi ini tidak lepas dari kekurangan. Oleh karena itu, penulis terbuka terhadap kritik dan saran yang membangun. Semoga Skripsi ini memberikan manfaat bagi penulis dan pembaca.

Surabaya, 28 Juli 2017

Penulis

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	iv
ABSTRAK.....	vi
KATA PENGANTAR	viii
DAFTAR ISI.....	x
DAFTAR GAMBAR.....	xii
DAFTAR TABEL.....	xiv
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 Latar Belakang.....	1
1.2 Rumusan Masalah	2
1.3 Hipotesis	2
1.4 Tujuan.....	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tinjauan Botani Famili Clusiaceae.....	5
2.2 Kajian Senyawa Santon dalam Garcinia.....	6
2.3 Senyawa Santon dalam G. tetrandra Pierre	11
2.4 Metode Isolasi dan Pemurnian Senyawa	13
2.4.1 Ekstraksi	13
2.4.2 Kromatografi	14
2.4.3 Rekrystalisasi.....	16
2.4.4 Uji Titik Leleh	16
2.5 Tinjauan Spektroskopi Senyawa Santon	17
2.5.1 Spektrometri Nuclear Magnetic Resonance (NMR).....	17
2.5.2 Spektrofotometri Infra Red (IR).....	18

2.5.3 Spektrofotometri UV-Vis	18
BAB III METODOLOGI PERCOBAAN.....	21
3.1 Alat	21
3.2 Bahan.....	21
3.3 Prosedur Penelitian	22
3.3.1 Uji Pendahuluan	22
3.3.2 Ekstraksi dan Fraksinasi	22
3.3.3 Uji Kemurnian dan Titik Leleh	26
3.3.4 Penentuan Struktur Senyawa	26
BAB IV PEMBAHASAN.....	29
4.1 Uji Pendahuluan	29
4.2 Maserasi.....	30
4.3 Fraksinasi Ekstrak Metilen Klorida	31
4.4 Penentuan Struktur Senyawa	36
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....	51
5.1 Kesimpulan.....	51
5.2 Saran	51
DAFTAR PUSTAKA	53
LAMPIRAN 1.....	59
LAMPIRAN 2.....	63
LAMPIRAN 3.....	73
BIODATA PENULIS	75

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1.1 Jalur biogenesis pembentukan senyawa santon hasil isolasi tumbuhan <i>G. tetrandra</i> Pierre.....	3
Gambar 2.1 Tumbuhan <i>G. tetrandra</i> Pierre.....	6
Gambar 4.1 Profil KLT hasil uji pendahuluan dengan masing- masing eluen. (a) n-heksan, (b) metilen klorida, (c) etil asetat, (d) metanol.....	29
Gambar 4.2 Profil kromatogram KLT hasil maserasi. (a) hari ke-1, (b) hari ke-2 dan (c) hari ke-3	30
Gambar 4.3 Profil kromatogram KLT hasil KCV	31
Gambar 4.4 Profil kromatogram KLT hasil gabungan dari pemisahan KCV	32
Gambar 4.5 Profil kromatogram KLT hasil KCV fraksi G ..	33
Gambar 4.6 Profil kromatogram KLT hasil KKG fraksi JN.	34
Gambar 4.7 Profil kromatogram KLT subfraksi JJ3.....	35
Gambar 4.8 Profil kromatogram KLT dari hasil uji 3 eluen, (a) n-heksan : metilen klorida (10:90), (b) etil asetat : n-heksan (25:75) dan (c) etil asetat : metilen klorida (15:85).....	35
Gambar 4.9 Spektrum UV-Vis senyawa (1) dalam MeOH dan NaOH	37
Gambar 4.10 Kestimbangan keto-enol dengan NaOH.....	37

Gambar 4.11 Spektrum UV-Vis senyawa (1) dalam AlCl ₃ dan HCl	38
Gambar 4.12 Spektrum IR senyawa (1) dalam pelet KBr	40
Gambar 4.13 Spektrum ¹ H-NMR senyawa (1) dalam CD ₃ OD	44
Gambar 4.14 Spektrum ¹³ C-NMR senyawa (1) dalam CD ₃ OD	47
Gambar 4.15 Saran jalur biogenesis baru pembentukan senyawa santon hasil isolasi <i>G. tetrandra</i>	50

DAFTAR TABEL

Tabel 4.1 Perbandingan δ H spektrum $^1\text{H-NMR}$ dalam CD_3OD antara senyawa (1) dan α -mangostin	43
Tabel 4.2 Perbandingan δ C spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ dalam CD_3OD antara senyawa (1) dan α -mangostin.....	46

BAB I

PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Indonesia merupakan negara kepulauan yang memiliki iklim tropis setiap tahun sehingga terdapat berbagai macam ekosistem. Oleh karena itu, negara Indonesia disebut sebagai megabiodiversitas. Di belahan dunia ini diperkirakan terdapat 250.000 spesies tumbuhan tingkat tinggi sedangkan 30.000 spesies lainnya terdapat di Indonesia. Keanekaragaman hayati ini memiliki peran yang sangat penting bagi kesejahteraan manusia serta kaya akan sumber senyawa-senyawa organik bahan alam yang memiliki aktifitas biologi yang beraneka ragam (Ersam, 2001).

Kawasan hutan tropis di Indonesia memiliki produk kimia hayati yang dihasilkan tumbuhan berupa senyawa metabolit primer dan metabolit sekunder. Metabolit primer digunakan untuk proses pertumbuhan makhluk hidup itu sendiri (Lenny, 2006). Sedangkan senyawa metabolit sekunder digunakan untuk mempertahankan eksistensinya dari pengaruh alam seperti perlindungan diri. Senyawa metabolit sekunder merupakan produk khas yang ditemukan pada tumbuhan tertentu seperti terpenoid, fenolat, alkaloid, steroid (Sumaryono, 1999).

Berdasarkan taksonominya tumbuhan tingkat tinggi diklasifikasikan menjadi beberapa family salah satunya adalah Clusiaceae (Guttiferae) yang sangat berpotensi sebagai sumber bahan kimia alam bersifat bioaktif. Clusiaceae memiliki empat genus yang paling utama salah satunya adalah *Garcinia*. *Garcinia* merupakan sumber senyawa-senyawa turunan fenolat dari golongan santon, kumarin dan benzofenon yang memiliki beraneka ragam bioaktifitas (Kosela, 2000).

Salah satu spesies dari genus *Garcinia* penghasil senyawa-senyawa kimia santon adalah *Garcinia tetrandra* Pierre, atau di masyarakat lebih dikenal dengan nama wadung.

G. tetrandra Pierre merupakan tumbuhan endemik yang terdapat di kawasan Taman Nasional Meru Betiri, Jember, Jawa Timur dan dijadikan objek pada penelitian ini. Berdasarkan penelitian sebelumnya, tumbuhan ini dikenal menghasilkan senyawa-senyawa santon terprenilasi dan memiliki sifat aktifitas sebagai antioksidan, antibakteri, antimikroba dan antimalaria. Beberapa senyawa santon telah berhasil diisolasi dari *G. tetrandra* Pierre oleh peneliti-peneliti sebelumnya seperti pada bagian kulit akar yaitu 1,6-dihidroksi-7-metoksi-8-prenil-(3,4)-kromanosanton (Meilani, 2006), kayu akar yaitu Dulsanton D (Riyanto, 2006) dan kulit batang yaitu 3-isomangostin (Astuti S. E., 2005).

Dari senyawa-senyawa yang dihasilkan oleh penelitian sebelumnya dapat disarankan jalur biogenesis pembentukan senyawa-senyawa santon berdasarkan urutan tingkat oksidasi atau kesederhanaan senyawa seperti peta pembentukan senyawa santon pada Gambar 1.1. Pada peta pembentukan ini diketahui bahwa masih terdapat peluang untuk menemukan senyawa-senyawa lain yang merupakan turunan dari senyawa santon.

1.2 Rumusan Masalah

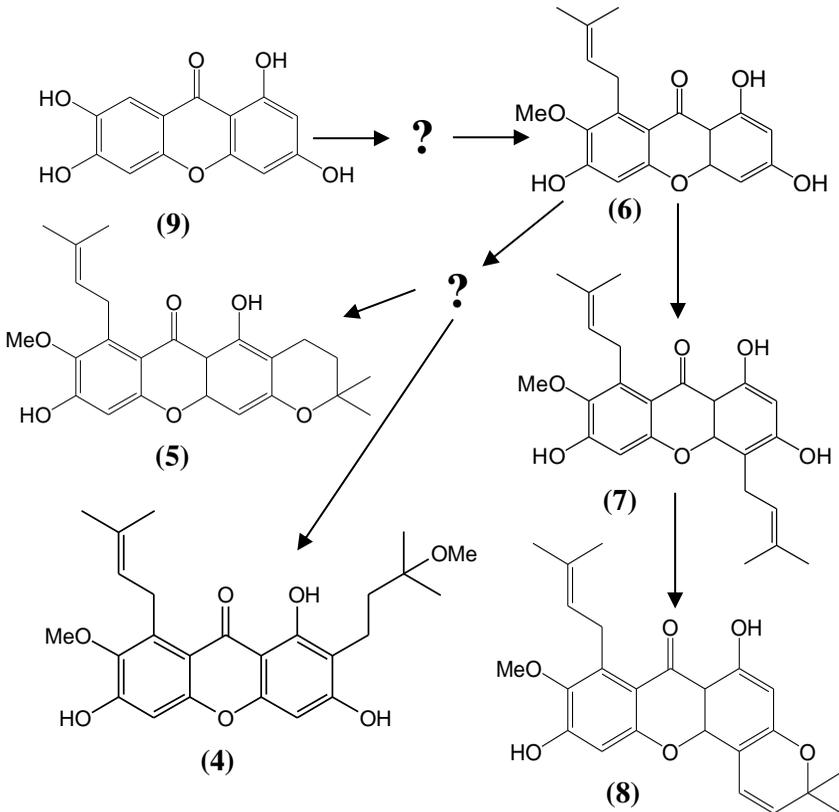
Berdasarkan peta pembentukan senyawa santon yang dihasilkan dari isolasi *G. tetrandra* Pierre (Gambar 1.1) yang sudah dikenal sebelumnya apakah pada penelitian ini masih terdapat peluang untuk mendapatkan senyawa santon lain dari kayu dan kulit akar *G. tetrandra* Pierre.

1.3 Hipotesis

Berdasarkan peta pembentukan senyawa santon yang dihasilkan dari isolasi *G. tetrandra* Pierre (Gambar 1.1) masih berpeluang ditemukannya senyawa santon lain dari kayu dan kulit akar *G. tetrandra* Pierre.

1.4 Tujuan

Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh senyawa santon lain dari kayu dan kulit akar *G. tetrandra* yang berbeda dengan penemuan sebelumnya sehingga dapat melengkapi peta pembentukan senyawa santon dari *G. tetrandra* (Gambar 1.1) serta untuk memperkaya afinitas kimia dari *G. tetrandra*.



Gambar 1.1 Jalur biogenesis pembentukan senyawa santon hasil isolasi tumbuhan *G. tetrandra* Pierre

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Tinjauan Botani Famili Clusiaceae

Clusiaceae termasuk famili tumbuhan tingkat tinggi yang hidup di daerah beriklim tropis dan subtropis. Famili ini memiliki 40 genus dan 1000 spesies yang tersebar merata di dunia dengan empat genus yang utama yaitu *Calophyllum*, *Mesua*, *Mammea*, dan *Garcinia*. Penyebaran terbanyak berada pada kawasan Asia Tenggara seperti Indonesia, Malaysia dan Thailand (Sultanbawa, 1980).

Genus *Garcinia* merupakan famili Guttiferae yang keberadaannya sekitar 300 spesies. Genus ini tersebar secara luas di daerah tropis maupun subtropis seperti Asia, Afrika, Amerika Selatan dan Polynesia. *Garcinia* merupakan tumbuhan tinggi yang tinggi, rata-rata tinggi tumbuhannya bisa mencapai 30-35 meter. Semua bagian tanamannya mengeluarkan getah putih atau kuning yang kental atau terasa lengket jika digores dan memiliki daun yang selalu berwarna hijau, tekstur kasar serta daging buah yang berisi 2-8 biji (Sosef, 1998).

Famili Clusiaceae (Guttiferae) yang memiliki potensi sebagai sumber bahan kimia hayati yang bersifat bioaktif. Taksa ini banyak dikenal oleh masyarakat luas karena dapat dimanfaatkan untuk memenuhi kebutuhan seperti bahan bangunan, bahan pangan, obat-obatan tradisional dan bahan bakar. Senyawa-senyawa fenolat dari golongan santon, kumarin, benzofenon dan sejumlah senyawa tersebut memiliki berbagai aktifitas seperti antimikroba, antifungal, antioksidan, antimalarial, sitotoksik dan antileukimia (Peres, 2000; Kosela, 2000).

Salah satu spesies dari *Garcinia* yaitu *G. tetrandra* Pierre yang merupakan tumbuhan yang hidup di hutan tropis sehingga persebarannya sangat luas di Indonesia. Pada umumnya masyarakat mengenal tumbuhan ini dengan nama "wadung". Tumbuhan ini dilestarikan di Kebun Raya

Bogor dan Taman Nasional Meru Betiri, Jember (Balai Taman Nasional Meru Betiri, 2002). *G. tetrandra* Pierre memiliki ciri-ciri yaitu tinggi tumbuhannya mencapai 18 meter dengan diameter batang 30 cm. Bentuk daun lonjong, mahkota merah maron yang berlekatan dengan benang sari empat. Buahnya bulat berwarna orange kemerahan. Secara taksonomi tumbuhan ini dapat diklasifikasikan sebagai berikut :

Divisio	: Spermatophyta
Subdivisio	: Angiospermae
Klas	: Dicotyledoneae
Subklas	: Archichlamideae
Ordo	: Parietales
Famili	: Clusiaceae/ Guttiferae
Genus	: <i>Garcinia</i>
Spesies	: <i>G. tetrandra</i> Pierre (Heyne, 1987)



Gambar 2. 1 Tumbuhan *G. tetrandra* Pierre

2.2 Kajian Senyawa Santon dalam *Garcinia*

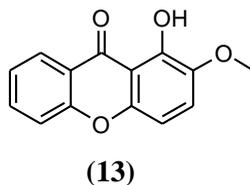
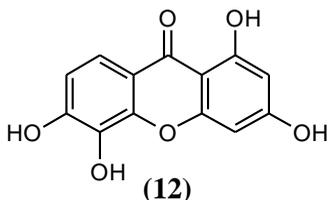
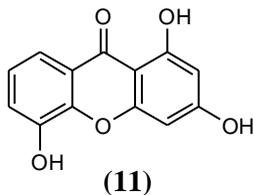
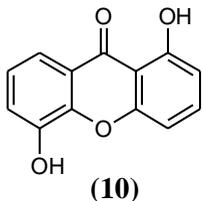
Senyawa santon dapat ditemukan pada tumbuhan tingkat tinggi, jamur dan lumut. Santon sendiri merupakan senyawa metabolit sekunder. Kerangka santon terdiri dari dua cincin benzen yang dihubungkan oleh jembatan keton dan eter

pada posisi orto dari kedua cincin benzen tersebut. Senyawa santon dalam *Garcinia* dapat ditemukan dalam beberapa struktur yaitu senyawa santon teroksigenasi sederhana, terprenilasi, yang mengalami siklisasi oksidatif dan termodifikasi rearrangement (Peres dkk., 2000).

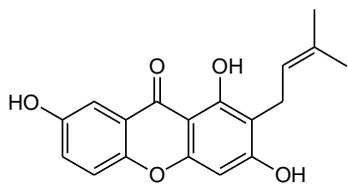
Berdasarkan kajian yang pernah dilaporkan sebelumnya menyatakan bahwa afinitas kimiawi *Garcinia* memperlihatkan sejumlah senyawa-senyawa turunan santon yang tersubstitusi oleh gugus hidroksil, metoksi, prenil, dan geranil yang merupakan kerangka dasarnya. Hal-hal yang kemungkinan menyebabkan terbentuknya cincin baru sehingga dapat meningkatkan keanekaragaman struktur molekul dari suatu senyawa sekaligus berpengaruh terhadap bioaktivitasnya yaitu posisi, jumlah, jenis, kepolaran serta adanya gugus prenil atau geranil yang dapat mengalami oksidasi maupun penataan ulang (Suksamrarn dkk., 2003).

Santon dapat diklasifikasikan mejadi lima jenis yaitu santon teroksigenasi sederhana, santon terakilasi, santonolignoid, glikosida santon dan santon berjenis. Pada umumnya *Garcinia* ditemukan dua jenis santon yaitu santon teroksigenasi sederhana dan santon terprenilasi (Peres dkk., 2000).

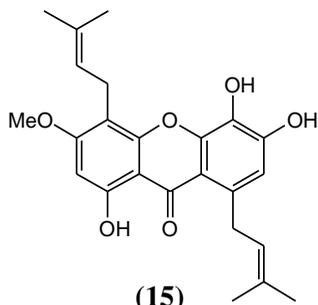
Santon teroksigenasi yaitu jenis santon dimana atom hidrogen pada cincin benzen tersubstitusi oleh gugus OH (hidroksi) atau OMe (metoksi). Struktur santon jenis ini ditemukan pada beberapa tumbuhan dari genus *Garcinia*. Berdasarkan penelitian yang pernah dilakukan yaitu pada *G. assigu* menghasilkan 1,5-dihidroksisanton (**10**) yang merupakan dioksidasi, 1,3,5-trihidroksisanton (**11**) yang merupakan trioksigenasi (Ito, 1997). 1,3,5,6-tetrahidroksisanton (**12**) berhasil diisolasi dari batang tumbuhan *Garcinia bracteata* (Niu, 2012) yang merupakan tetraoksigenasi dan 2-hydroxy-1-methoxyxanthone (**13**) berasal dari *Hypericum chinese* (Tanaka, 2009).



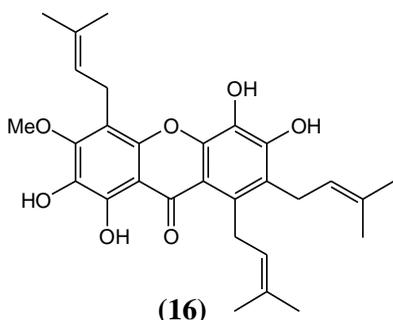
Santon terprenilasi yaitu jenis santon dengan atom hidrogen yang terikat pada cincin A dan cincin B tersubstitusi oleh gugus alkil. Gugus alkil tersebut dapat berupa prenil maupun geranyl. Struktur santon terprenilasi yang tersubstitusi oleh gugus prenil diantaranya yaitu *G. paniciform* terdapat 1,3,7-trihidroksi-2-prenilsanton (**14**) (Ito, 1997). Santon diprenilasi seperti Schomburgxanthone A (**15**) dari *Garcinia schomburgkiana* (Risky, 2016). Santon triprenilasi yaitu nujiangexanthones A (**16**) dan nujiangexanthones B (**17**) yang ditemukan pada *G. nujiangensis* (Tang, 2015). Selain itu Oxoethylmangostine (**18**) dari *Garcinia Mangostana* (Won, 2011) serta 1,3,7-trihidroksi-2-(2-hidroksi-3-metilbut-3-enil)-4-(3-metilbut-2-enil) (**19**) dari *C. cochincinese* (Won, 2011) juga merupakan santon diprenilasi.



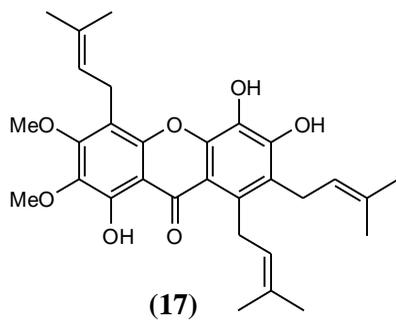
(14)



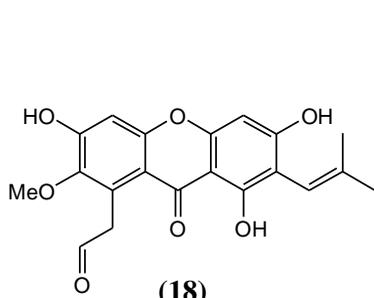
(15)



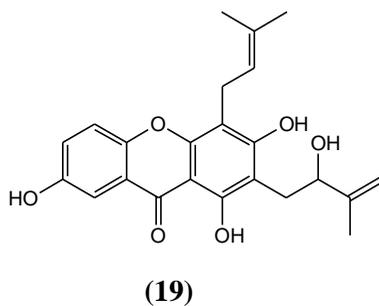
(16)



(17)

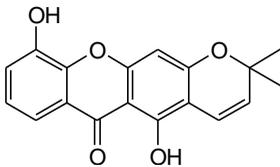


(18)

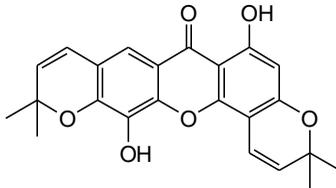


(19)

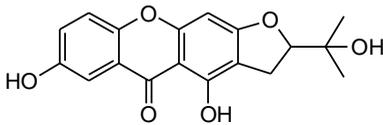
Santon tersiklisis yaitu santon terisoprenilasi yang telah mengalami siklisasi oksidatif antara atom karbon dari gugus isoprenil dengan atom oksigen di posisi orto sehingga dapat membentuk cincin siklik tambahan yaitu piran atau furan. Adapun senyawa yang berhasil diisolasi yaitu 6-deoxy-jacareubin (**20**) dari buah *G. nujiangensis* (Gottlieb dkk., 1968), Rheediasanton A (**21**) dari kulit kayu *G. merguensis* (Nguyen et al, 2002), atrovidrin (**22**) yang didapatkan dari *G. atrovodis* (Peres dkk, 1997), dan garciniasanton B (**23**) yang diisolasi dari *G. subelliptica* (Peres dkk., 1997) serta Garchimangosxanthone B (**24**) dari *G. mangostana* (Zhang, 2010).



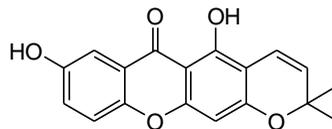
(20)



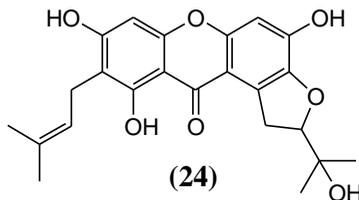
(21)



(22)



(23)

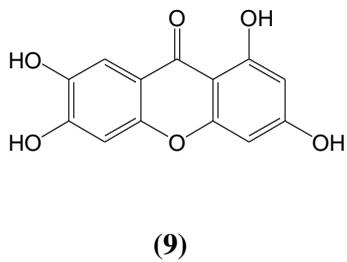
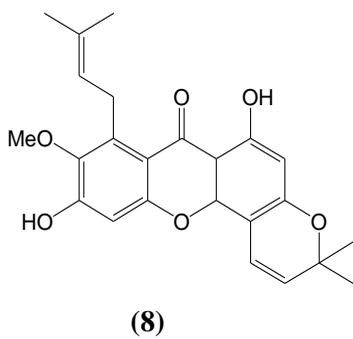
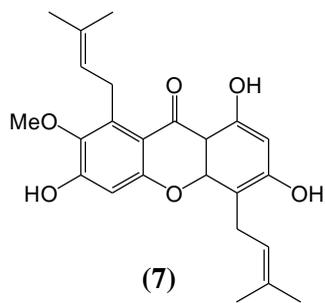
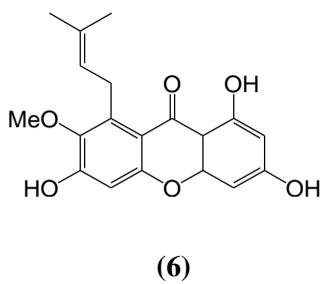
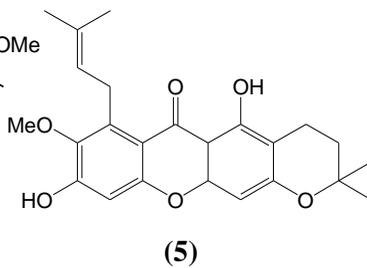
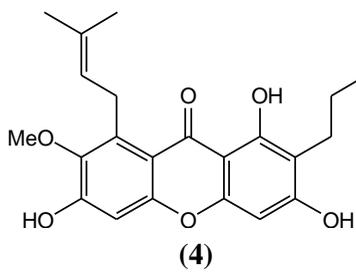


(24)

2.3 Senyawa Santon dalam *G. tetrandra* Pierre

Berdasarkan laporan dari kelompok Penelitian Kimia Tumbuhan Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS) mengenai senyawa santon yaitu terdapat beberapa senyawa santon trioksigenasi dan tetraoksigenasi yang telah termodifikasi pada *G. tetrandra* Pierre. Adapun bagian-bagian tumbuhan yang pernah diteliti yaitu bagian kulit akar dan kulit batang. Pada tumbuhan ini belum ditemukan manfaatnya sebagai obat walaupun sudah ada kajian dari fitokimia yang telah meneliti lebih dari 50 spesies *Garcinia*. Namun telah dilaporkan sebelumnya bahwa hasil isolasi dari *G. tetrandra* Pierre yaitu didapatkan senyawa thawaitesixanthone, 3- α -hopenol, cambogin dan camboginol (Hartati dkk., 2000, 2001, 2002).

Beberapa senyawa yang pernah dilaporkan pada *G. tetrandra* Pierre dari bagian kulit batang yaitu 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-8-isoprenil-2-(3-metoksi-3-metil-1-butenil)santon (**4**) (Wijayanto, 2006), 3-isomangostin (**5**) (Astuti S. E., 2005), dan 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-2-(3-metoksi-3-metilbut-1-enil)-8-prenilsanton (Wijayanto, 2006). Senyawa-senyawa santon yang diisolasi dari kulit akar adalah 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-4,8-diprenilsanton (**7**) (Rizani, 2006) serta 1,6-dihidroksi-7-metoksi-8-prenil-(3,4)-kromanosanton (**8**) (Meilani, 2006). Senyawa-senyawa santon yang ditemukan pada kayu akar yaitu 1,3,6,7-tetrahidroksi santon (**9**) dan Dulsanton D (**6**) (Riyanto, 2006).



2.4 Metode Isolasi dan Pemurnian Senyawa

Ada beberapa metode isolasi dan pemurnian senyawa yang biasa digunakan yaitu sebagai berikut :

2.4.1 Ekstraksi

Ekstraksi adalah teknik pemisahan campuran berdasarkan perbedaan kelarutan komponen zat terlarut dalam pelarut. Distribusi pemisahan tersebut mengikuti prinsip *like dissolve like* yang berdasarkan pada perbedaan kepolaran yaitu senyawa yang non-polar akan larut dalam pelarut non-polar dan senyawa yang polar akan larut dalam pelarut polar maka komponen atau senyawa yang diinginkan dapat dipisahkan dari campurannya secara selektif dalam pelarut yang digunakan.

Terdapat beberapa metode ekstraksi antara lain dengan cara dingin yaitu dengan maserasi dan perlokasi sedangkan dengan cara panas yaitu refluks, sokletasi, digesti, infus dan dekok. Maserasi adalah cara ekstraksi yang paling sederhana dimana sampel dalam bentuk serbuk direndam dalam pelarut sampai meresap dan melunakkan susunan sel sehingga zat-zat yang mudah larut akan segera larut. Adapun tujuan dari metode ekstraksi ini adalah untuk memperoleh komponen kimia yang terdapat dalam tumbuhan. Ekstraksi ini didasarkan pada prinsip perpindahan massa komponen zat ke dalam pelarut, dimana perpindahan mulai terjadi pada lapisan antar muka kemudian berdifusi masuk kedalam larutan (Harbone, 1987).

- Metode maserasi, yaitu suatu teknik ekstraksi dengan cara perendaman bahan yang sudah halus pada temperatur kamar dengan pelarut yang sesuai supaya zat-zat dapat larut secara sempurna.
- Metode perkolasi yaitu teknik ekstraksi dengan bahan yang sudah halus diekstraksi dalam pelarut yang sesuai dengan cara pelarut secara perlahan-lahan dialirkan ke dalam suatu kolom yang berisi sampel sehingga diperlukan pelarut yang lebih banyak. Pelarut yang digunakan tidak mudah menguap dan dapat melarutkan senyawa kimia yang akan

diisolasi dengan baik. Perkolator adalah alat yang digunakan untuk perkolasi, yang terdiri dari bejana dilengkapi kran untuk mengeluarkan pelarut pada bagian bawahnya. Proses ekstraksi dilakukan sampai seluruh senyawa metabolit habis terekstrak, pengamatan sederhana dilihat dari warna pelarut, bila pelarut sudah tidak berwarna biasanya metabolit sudah terekstrak. Kemudian dilakukan uji menggunakan KLT atau spektrometri UV (Hismiatiy, 2011).

- Metode sokletasi, yaitu teknik ekstraksi dengan menggunakan alat soklet. Pelarut pada labu alas bulat diuapkan dan mengalami kondensasi setelah sampai di kondensor, selanjutnya bersama ekstrak turun kembali ke dalam labu bundar (Pavia, 1990).

2.4.2 Kromatografi

Kromatografi merupakan teknik pemisahan campuran yang berdasarkan atas perbedaan distribusi dari komponen-komponen campurannya. Kromatografi terdiri dari dua fase yaitu fase diam dan fase gerak. Fase diam berfungsi sebagai absorben atau dapat bertindak melarutkan zat terlarut sehingga terjadi partisi antara fase diam dan fase gerak. Fase gerak berupa pelarut yang berfungsi membawa senyawa yang kepolarannya sama sehingga membawa zat terlarut melalui media, hingga terpisah dari zat terlarut lainnya. Adapun macam-macam kromatografi yaitu:

- Kromatografi Lapis Tipis (KLT) yaitu kromatografi yang menggunakan lempeng gelas atau aluminium yang dilapisi dengan lapisan tipis alumina, silika gel, atau bahan serbuk lainnya. Sampel yang berupa campuran senyawa organik yang diteteskan pada salah satu sisi lempeng dengan pipa kapiler. Noda yang telah ditetesi dengan senyawa organik dielusi dengan eluen yang sesuai. Pelarut bergerak keatas sepanjang lapis tipis zat padat dan bersamaan dengan noda senyawa yang dielusi (Poole dkk., 1991). Metode KLT

menggunakan nilai *Retardation factor* (Rf) yang memiliki persamaan seperti dibawah ini:

$$Rf = \frac{\text{Jarak yang digerakkan oleh senyawa}}{\text{Jarak yang digerakkan oleh permukaan pelarut}}$$

(Sastrohamidjojo, 2002)

- Kromatografi Cair Vakum (KCV) merupakan salah satu jenis kromatografi kolom yang didasarkan pada metode pemisahan campuran larutan dengan perbandingan pelarut dan kerapatan dengan menggunakan bahan kolom (Skoog dkk., 1980). Prinsip dasar KCV adalah pemisahan secara adsorpsi dan partisi yang dipercepat dengan pompa vakum. Kromatografi cair vakum menggunakan tekanan yang rendah untuk meningkatkan laju aliran fase gerak. Kolom dihisap perlahan-lahan kedalam wadah penampung fraksi sampai kering dengan memvakumkannya (Hostettmann dkk., 1994).
- Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG) adalah kromatografi yang menggunakan kolom sebagai alat untuk memisahkan komponen-komponen dalam campuran. Prinsip kerjanya berdasarkan pada distribusi kelarutan dan daya adsorpsi fasa diam berupa adsorben dan fase gerak berupa eluen. Penambahan eluen secara terus-menerus mengakibatkan masing-masing komponen akan bergerak turun melalui dan pada bagian atas kolom akan terjadi kesetimbangan baru antara adsorben, komponen campuran dan eluen. Elusi yang dimaksudkan agar campuran pelarut dalam berbagai komposisi turun melalui kolom hingga tercapai pemisahan sempurna sedangkan laju alir yang terjadi dipengaruhi oleh gaya gravitasi (Hostettmann dkk., 1994).
- Kromatografi Sistem Radial (Kromatotron) memiliki prinsip sama seperti kromatografi klasik dengan aliran fase gerak yang dipercepat oleh gaya sentrifugal. Kromatografi jenis ini menggunakan rotor yang dimiringkan dan terdapat dalam ruang tertutup oleh plat kaca kuarsa, sedangkan lapisan

penyerapnya berupa plat kaca yang dilapisi oleh silika gel. Plat tersebut dipasang pada motor listrik dan diputar dengan kecepatan 800 rpm. Pelarut pengelusi dimasukkan ke bagian tengah pelarut melalui pompa torak sehingga dapat mengalir dan merambat melalui lapis tipis karena gaya sentrifugal. Untuk mengetahui jalannya proses elusi dimonitor dengan lampu UV. Pemasukan sampel itu diikuti dengan pengelusan menghasilkan pita-pita komponen berupa lingkaran sepusat. Pada tepi plat, pita-pita akan terputar keluar dengan gaya sentrifugal dan ditampung dalam botol fraksi dan kemudian dimonitoring dengan KLT (Hostettmann dkk., 1994).

2.4.3 Rekristalisasi

Rekristalisasi merupakan suatu teknik pemurnian senyawa dari pengotornya dengan mengkristalkan kembali zat tersebut setelah dilarutkan dengan pelarut yang sesuai. Prinsipnya berdasarkan perbedaan kelarutan antara zat yang dimurnikan dengan pengotornya. Pemilihan pelarut yang tepat yaitu pelarut harus dapat melarutkan senyawa yang direkristalisasi dalam keadaan panas namun tidak melarutkan dalam keadaan dingin, tidak mudah bereaksi secara kimia dengan campuran yang akan dipisahkan komponen-komponennya, dan mempunyai titik didih yang lebih rendah dari senyawa yang direkristalisasi. Penyaringan dilakukan dalam keadaan panas karena untuk menghilangkan pengotor-pengotor yang tidak larut (Tanaka, 2009).

2.4.4 Uji Titik Leleh

Titik leleh adalah suhu dimana zat padat berubah menjadi zat cair pada tekanan satu atmosfer. Dengan kata lain titik leleh merupakan suhu ketika fase padat dan cair sama-sama berda dalam kesetimbangan. Titik leleh suatu zat padat adalah tidak mengalami perubahan yang berarti dengan adanya perubahan tekanan. Perbedaan titik leleh senyawa-senyawa

dapat dipengaruhi oleh beberapa hal yaitu perbedaan kuatnya ikatan yang dibentuk antara unsur dalam senyawa tersebut. Perbedaan titik leleh antara senyawa-senyawa pada golongan yang sama dapat dijelaskan dengan elektronegativitas unsur-unsur pembentuk senyawa-senyawa tersebut (Harbone, 1987).

2.5 Tinjauan Spektroskopi Senyawa Santon

Senyawa murni yang didapatkan dari pemisahan, selanjutnya dianalisa untuk mengetahui struktur serta komponen apa aja yang ada didalam senyawa yang dihasilkan dari proses isolasi tersebut. Penentuan struktur senyawa dapat ditentukan dengan beberapa metode yaitu:

2.5.1 Spektrometri *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR)

Spektrometri *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) digunakan untuk menentukan struktur dari suatu senyawa berdasarkan serapan gelombang elektromagnetik dengan frekuensi radio oleh inti atom yang berada dalam medan magnetic (Oxtoby, 2003).

Metode NMR akan memberikan gambaran mengenai jenis atom, jumlah maupun lingkungan atom hidrogen ($^1\text{H-NMR}$) maupun karbon ($^{13}\text{C-NMR}$). Spektroskopi NMR proton khusus untuk mengukur momen magnet atom dari hidrogennya sehingga muncul sinyal-sinyal spektrum yang menunjukkan banyaknya proton dibagian-bagian molekul. Sedangkan spektroskopi $^{13}\text{C-NMR}$ menunjukkan jumlah karbon yang terdapat dalam molekul yang diukur (Hart, 2003).

Mengidentifikasi suatu senyawa dengan NMR maka harus digunakan senyawa standar Tetrametilsilain (TMS). TMS ini paling sering digunakan karena atom-atomnya sangat stabil sehingga sangat terlindungi untuk diresonansi oleh medan magnet dari luar (B_0). Sedangkan untuk atom-atom lain dapat mengalami pergeseran kimia karena perbedaan lingkungan sekitar dari atom tersebut. Peak atom akan muncul pada daerah *upfield* (mendekati TMS), jika lingkungan sekitar

atom bersifat melindungi (*shielding*) dari B_0 , menyebabkan sulitnya terjadi resonansi. Sebaliknya jika peak atom muncul pada daerah *downfield* (menjauhi TMS) maka lingkungan sekitar atom bersifat *deshielding* terhadap B_0 dan akan mudah mengalami resonansi (Hart, 2003).

2.5.2 Spektrofotometri *Infra Red* (IR)

Identifikasi senyawa dengan menggunakan IR bertujuan untuk menentukan gugus fungsi serta jenis suatu ikatan senyawa dengan mengamati pita-pita serapan yang karakteristik dalam spektrum IR. Posisi pita pada spektra IR ditunjukkan dengan nilai gelombang satuan percentimeter (cm^{-1}). Suatu molekul yang menyerap sinar IR mengakibatkan besarnya sinar yang diserap akan diubah menjadi energi getaran molekul dan menyebabkan perubahan tingkat energi getaran molekul (Silverstein, 1991). IR digunakan sebagai analisis kuantitatif yaitu dalam menentukan indeks kemurnian (Mulja dkk., 1995).

Spektrometri IR juga dapat dimanfaatkan untuk melihat struktur sampel secara keseluruhan dengan cara membandingkan spektrum sampel dengan spektrum standar IR yang ada. Adapun puncak serapan khas untuk tiap ikatan dalam molekul seperti C-H pada 3300 cm^{-1} , C=C pada $1680\text{-}1620 \text{ cm}^{-1}$, C=O pada $1630\text{-}1850 \text{ cm}^{-1}$, O-H pada $3650\text{-}3200 \text{ cm}^{-1}$, dan N-H pada $3500\text{-}3300 \text{ cm}^{-1}$ (McMurry, 1999).

2.5.3 Spektrofotometri UV-Vis

Spektrofotometri UV-Vis merupakan analisis spektroskopik yang memakai sumber radiasi elektromagnetik ultraviolet dekat ($200\text{-}400 \text{ nm}$) dan sinar tampak ($400\text{-}780 \text{ nm}$) dengan memakai instrumen spektrometri untuk menentukan gugus pengabsorpsi dalam suatu molekul. Pada umumnya elucidasi struktur organik dengan spektroskopi UV

menggunakan daerah serapan antara 200-400 nm. Adsorpsi cahaya tampak dan radiasi ultraviolet meningkat energi elektronik untuk transisi elektronik sebuah molekul. Molekul-molekul yang memerlukan lebih banyak energi untuk bertransisi, maka akan menyerap gelombang yang lebih dekat selanjutnya saat relaksasi pada tingkat energi semula akan memancarkan foton yang akan teramati oleh detektor (Fessenden dkk., 1986)

Identifikasi senyawa organik dengan menggunakan spektrofotometri UV daerah spektrumnya jauh lebih terbatas dari pada daerah spektrum IR. Hal ini karena pita serapan terlalu lebar dan kurang terperinci akan tetapi gugus fungsional seperti karbonil dan nitro benar-benar menunjukkan puncak yang karakteristik (Underwood, 1978).

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB III

METODOLOGI PERCOBAAN

3.1 Alat

Alat yang diperlukan dalam percobaan ini adalah rotari evaporator vakum (BUCHI), gelas ukur, pipet tetes, pengaduk kaca, kaca arloji, pinset, pipa kapiler, botol vial, peralatan kromatografi cair vakum (KCV), chamber kromatografi lapis tipis preparatif (KLTp), seperangkat alat uji titik leleh Fisher-John, spektrometri UV (Shimadzu) pada panjang gelombang 200-600 nm, spektrometer FTIR (Shimadzu) dengan metode pelet KBR pada daerah $4000-400\text{ cm}^{-1}$, seperangkat alat kromatografi lapis tipis (KLT), kromatotron, lampu UV dengan panjang gelombang 254 nm dan 366 nm dan spektrometer NMR Bruker 400 AVANCE (400 MHz untuk $^1\text{H-NMR}$ dan 400 MHz untuk $^{13}\text{C-NMR}$).

3.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam percobaan ini adalah kayu dan kulit akar dari *G. tetrandra* Pierre sebanyak 6 kg yang didapatkan dari Taman Nasional Meru Betiri, Jember, Jawa Timur dan telah diidentifikasi di Kebun Raya Purwodadi dengan nomor spesimen XVII.J.11.22, silika gel 60 G untuk kromatografi kolom, alumunium *sheets* 20x20 cm silika gel 60 F₂₅₄ *merck* untuk kromatografi lapis tipis (KLT), SephadexTM LH-20, silika gel 60 (70-230 *mesh*) untuk impregnasi, larutan penampak noda serium sulfat $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]$ 1,5% dalam H_2SO_4 2N, KBr untuk spektrometri *infra red* (IR), pelarut teknis maupun pro analisis seperti n-heksan (C_6H_{12}), metilen klorida (CH_2Cl_2), etil asetat (EtOAc), metanol (MeOH), natrium hidroksida (NaOH), asam klorida (HCl) dan alumunium klorida (AlCl_3).

3.3 Prosedur Penelitian

3.3.1 Uji Pendahuluan

Pada penelitian ini sampel dari kayu dan kulit akar tumbuhan *G. tetrandra* Pierre yang didapatkan dari Taman Nasional Meru Betiri dipotong-potong hingga berbentuk serbuk berwarna kuning kecokelatan. Pada uji pertama, sampel sebanyak 1 g dilakukan maserasi menggunakan empat pelarut yang berbeda tingkat kepolarannya. Hal ini untuk mengetahui pelarut yang sesuai pada saat proses ekstraksi. Adapun pelarut yang digunakan yaitu n-heksan, metilen klorida, etil asetat dan metanol. Sampel direndam pada masing-masing pelarut selama 1x24 jam. Selanjutnya dilakukan monitoring untuk mengetahui profil dari ekstrak sampel dari masing-masing pelarut dengan menggunakan kromatografi lapis tipis (KLT). Eluen yang digunakan adalah n-heksan, metilen klorida, etil asetat dan metanol masing-masing 100%. Setelah dielusi, kromatogram KLT dapat dideteksi dibawah sinar ultraviolet yang selanjutnya disemprot dengan larutan Cerium sulfat $[Ce(SO_4)_2]$ 1,5% dalam asam sulfat (H_2SO_4) agar noda-noda senyawa lebih tampak kemudian dipanaskan dalam oven sekitar 2 menit pada suhu 60 °C. Noda yang sudah terlihat pada kromatogram KLT dilakukan perbandingan terhadap masing-masing pelarut untuk menentukan proses ekstraksi selanjutnya.

3.3.2 Ekstraksi dan Fraksinasi

Berat kering dari kayu dan kulit akar yang telah dihaluskan sebanyak 2,3 kg. Sampel tersebut dilakukan ekstraksi secara maserasi menggunakan pelarut metilen klorida selama 3x24 jam. Setiap 1x24 jam hasil ekstraksi ditampung dan pelarut diganti dengan yang baru. Hasil ekstraksi yang berupa cairan dilakukan uji KLT. Hal ini bertujuan untuk

mengetahui apakah maserasi bisa dilanjutkan atau tidak. Setiap hasil ekstraksi yang berupa cairan dievaporasi menggunakan rotari evaporator untuk mendapatkan ekstrak padat. Dari proses maserasi didapatkan ekstrak padat sebanyak 59,5 g. Selanjutnya dilakukan proses fraksinasi dengan menggunakan kromatografi cair vakum (KCV).

Pada awal proses KCV digunakan eluen 100% n-heksan dilanjutkan dengan eluen metilen klorida : n-heksan mulai dari perbandingan (25:75 ; 45:55 ; 65:35 dan 85:15). Kemudian digunakan eluen 100% metilen klorida. Selanjutnya dinaikkan kepolaran eluen menggunakan etil asetat : metilen klorida (5:95 ; 10:90) lalu 100% etil asetat dan diakhiri dengan 100% metanol. Hasil fraksinasi ditampung dalam vial 300 mL sehingga didapatkan 56 vial. Proses selanjutnya dimonitoring menggunakan KLT namun hanya vial yang bernomor ganjil yang diuji. Eluen yang digunakan adalah etil asetat : n-heksan (20:80) lalu dilihat dibawah sinar UV kemudian disemprot menggunakan Cerium sulfat sebagai penampak noda. Profil kromatogram yang memiliki Rf dan noda yang mirip maka akan dikelompokkan lagi. Hasil KCV didapatkan 6 fraksi yaitu fraksi A (5,1 g), B (14,25 g), C 3,37 g), D (2,7 g), E (19,82 g), dan F (36,33 g).

Berikutnya adalah fraksi C difraksinasi menggunakan sephadex dengan eluen metanol : metilen klorida (1:1). Hasil pemisahan ditampung dalam vial 10 mL maka didapatkan 16 vial. Selanjutnya dimonitoring menggunakan KLT dengan eluen etil asetat : n-heksan (20:80). Didapatkan 5 subfraksi yaitu CC1 (280 mg), CC2 (210 mg), CC3 (101 mg) , CC4 (80 mg) dan CC5 (20 mg). Kemudian dari 5 subfraksi tersebut dilakukan KLT dengan eluen etil asetat : n-heksan (20:80). CC3, CC4 dan CC5 digabung dikarenakan memiliki profil kromatogram yang mirip sehingga menjadi CC6 (201 mg).

Hal yang sama dilakukan pada fraksi D yaitu menggunakan sephadex untuk pemisahannya dan dimonitoring dengan KLT (etil asetat : metilen klorida; 20:80). Didapatkan 4

subfraksi yaitu DD1 (380 mg), DD2 (380 mg), DD3 (440 mg) dan DD4 (30 mg). Karena profil KLT dari DD3 dan DD4 ada kemiripan maka digabung kembali menjadi DD5 (470 mg). Dilakukan uji KLT antara subfraksi dari C, D dan fraksi E. Profil kromatogram menunjukkan CC6, DD5 dan fraksi E ada kemiripan Rf dan noda maka dikelompokkan menjadi fraksi G.

Pemisahan pada fraksi G digunakan metode KCV. Diawali dengan eluen etil asetat : n-heksan (3%, 5%, 10%, 15%, 25%, 30%, 50%, 75%). Selanjutnya digelontor menggunakan 100% etil asetat dan 100% metanol. Setiap hasil KCV ditampung dalam vial 100 mL maka didapatkan 77 vial. Selanjutnya dimonitoring menggunakan KLT dengan eluen etil asetat : n-heksan (15:85). Dari hasil KCV ini didapatkan 4 subfraksi yaitu H (2,02 g), I (1,43 g), J (5,57 g) dan K (1,31 g).

Fraksi J dilakukan pemisahan menggunakan sephadex. Eluen yang digunakan dalam sephadex ini adalah metanol : metilen klorida (1:1) sehingga didapatkan 57 vial. Setelah dimonitoring menggunakan KLT maka diperoleh JG1 (940 mg), JG2 (3930 mg) dan JG3 (380 mg).

Subfraksi JG2 difraksinasi menggunakan metode KCV. Eluen awal yang digunakan adalah etil asetat : n-heksan. Persentase perbandingan eluen dinaikkan kepolarannya (3%, 7%, 10%, 12%, 15%, 50%, dan 75%) serta digelontor menggunakan 100% etil asetat dan 100% metanol. Hasil fraksinasi diperoleh 55 vial kemudian dimonitoring menggunakan KLT namun hanya beberapa vial yang diuji. Profil kromatogram yang memiliki kemiripan Rf dan noda maka dikelompokkan lagi maka terdapat 9 subfraksi yaitu M, N (1,51 g), O (880 mg), P, Q, R, S, T dan U.

Subfraksi N difraksinasi menggunakan sephadex menghasilkan subfraksi GN2 yang memiliki Rf dan noda yang mirip seperti JG3 maka digabung menjadi fraksi JN (1280 mg). Fraksi JN dipisahkan menggunakan metode KKG dan dilusi dengan campuran etil asetat, n-heksan dan metilen klorida.

Diperoleh subfraksi GJN1, GJN2, GJN3, GJN4, GJN5, GJN6 dan GJN7.

GJN2 difraksinasi menggunakan metode KKG. Eluen yang digunakan adalah metilen klorida : n-heksan (30%, 35%, 40%, 45%, 60% dan 80%) selanjutnya digelontor dengan etil asetat dan metanol. Hasil fraksinasi dimonitoring menggunakan KLT dengan eluen etil asetat : metilen korida (2:98) sehingga didapatkan subfraksi JJ1 (7 mg), JJ2 (11mg) dan JJ3 (23 mg). Profil kromatogram JJ3 menunjukkan noda tunggal sehingga proses selanjutnya dilakukan uji kemurnian sehingga disebut senyawa (1). Kemudian GJN5 menunjukkan noda tunggal dan dilakukan uji kemurnian. Senyawa ini disebut senyawa (2).

Fraaksi O dibagi menjadi subfraksi OA dan OB. Subfraksi OA difraksinasi menggunakan kromatotron dengan eluen 15% etil asetat : n-heksan. Dihasilkan 28 vial dan dilakukan monitoring KLT dengan eluen 20% etil asetat : n-heksan. Pada profil kromatogram yang memiliki Rf dan noda yang mirip akan dikelompokkan kembali sehingga didapatkan 6 subfraksi yaitu OA1, OA2, OA3, OA4, OA5 dan OA6. Kemudian subfraksi OB juga diperlakukan sama seperti OA sehingga didapatkan 8 subfraksi. Subfraksi OA dan OB dilakukan KLT secara bersamaan sehingga dari profil kromatogram yang memiliki Rf dan noda yang sama akan digabung kembali, maka diperoleh 6 subfraksi yaitu P1 (180 mg), P2 (170 mg), P3 (70 mg), P4 260 mg), P5 61 mg), dan P6 (120 mg).

Subfraksi P4 difraksinasi menggunakan kromatotron dengan eluen 10% etil asetat : n-heksan. Didapatkan vial sebanyak 23 yang selanjutnya dilakukan KLT. Profil yang memiliki nilai Rf dan noda yang sama akan digabung kembali, maka diperoleh 6 subfraksi yaitu PP1, PP2, PP3, PP4, PP5 dan PP6. Dari profil KLT PP6 terlihat 1 noda tunggal yang selanjutnya diuji kemurniannya. Sehingga senyawa ini disebut senyawa (3).

3.3.3 Uji Kemurnian dan Titik Leleh

Hasil dari uji KLT sebelumnya menunjukkan bahwa senyawa (1), senyawa (2) dan senyawa (3) memiliki noda tunggal yang menunjukkan bahwa senyawa tersebut sudah murni. Untuk menguatkan hipotesa tersebut maka dilakukan uji tiga eluen dengan menggunakan eluen yang berbeda-beda.

Proses uji tiga eluen pada senyawa (1) menggunakan campuran eluen yaitu etil asetat : n-heksan (15:85), etil asetat : metilen klorida (2:98) dan metanol : aseton (20:80). Pada senyawa (2) menggunakan campuran metilen klorida : n-heksan (15:85), etil asetat : metilen klorida (10:90) dan metanol : aseton (15:85). Sedangkan pada senyawa (3) dengan campuran eluen etil asetat : n-heksan (10:90), etil asetat : metilen klorida (5:95) dan metanol : aseton (5:95).

Titik leleh sampel yang telah murni diukur dengan meletakkan padatan sampel pada plat titik leleh *Fisher john*. Suhu dinaikkan secara bertahap sehingga titik leleh diperoleh saat padatan mulai meleleh sampai meleleh sempurna dengan rentang suhu $\pm 1^{\circ}\text{C}$.

3.3.4 Penentuan Struktur Senyawa

3.3.4.1 Spektroskopi UV-Vis

Analisa spektroskopi UV-Vis dilakukan dengan menggunakan seperangkat alat spektrometer UV-Vis. Pertama-tama sampel sebanyak 1 mg dilarutkan dalam metanol p.a. dan dimasukkan dalam kuvet serasat satu kuvet lagi diisi metanol p.a. sebagai blanko. Selanjutnya kedua kuvet diletakkan pada tempat sampel dalam alat. Absorbansi sampel diukur pada panjang gelombang 200-600 nm. Dicatat λ_{max} yang diserap dalam bentuk spektrum antara λ dan absorbansi. Kemudian larutan pada sampel ditambah dengan 2-3 tetes NaOH sebagai reagen geser untuk melihat pergeseran puncak pada spektrum. Berikutnya sampel dalam kuvet ditambahkan 3 tetes AlCl_3 dan

diukur absorbansinya. Kemudian kuvet dikeluarkan ditambahkan 3 tetes HCl dan kembali diukur absorbansinya.

3.3.4.2 Spektroskopi IR

Analisa spektroskopi *Infra Red* (IR) diawali dengan sampel yang berupa padatan digerus dengan menggunakan KBr sampai homogen kemudian dipadatkan hingga membentuk pelet dengan menggunakan alat press tekanan. Selanjutnya pelet tersebut dimasukkan ke dalam alat spektrometri IR dan dianalisa pada bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} .

3.3.4.3 Spektroskopi $^1\text{H-NMR}$

Analisa spektroskopi $^1\text{H-NMR}$ dilakukan dengan menggunakan alat spektrometer NMR Bruker 400 AVANCE. Sampel yang akan dianalisa dilarutkan dalam metanol kemudian dimasukkan dalam tabung sampel dan diletakkan pada alat spektrometer. Pergeseran kimia pada proton diukur antara 0-15 ppm.

3.3.4.4 Spektroskopi $^{13}\text{C-NMR}$

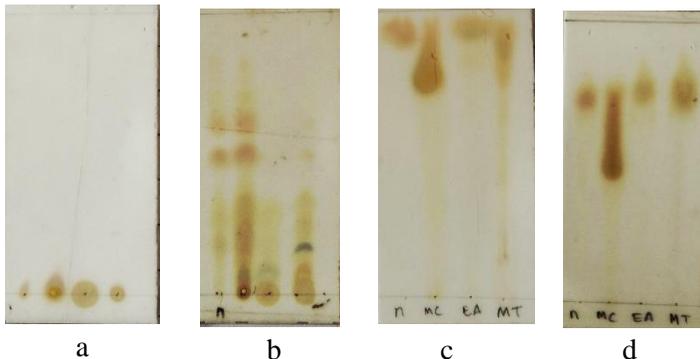
Analisa spektroskopi $^{13}\text{C-NMR}$ dilakukan dengan menggunakan alat spektrometer NMR Bruker 400 AVANCE. Sampel dilarutkan dalam metanol lalu dimasukkan dalam tabung sampel dan diletakkan pada alat spectrometer. Sinyal resonansi karbon diukur pada pergeseran 0-200 ppm.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BAB IV PEMBAHASAN

4.1 Uji Pendahuluan

Uji pendahuluan dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa-senyawa metabolit sekunder yang terdapat dalam sampel. Pada penelitian ini sampel yang digunakan adalah bagian kayu dan kulit akar *G. tetrandra* Pierre yang didapatkan dari Taman Nasional Meru Betiri Jember, Jawa Timur. Pengujian ini menggunakan metode ekstraksi maserasi yaitu sebanyak 1 g sampel yang telah dihaluskan dimasukkan dalam vial dan masing-masing ditambahkan pelarut dengan kepolaran yang berbeda. Pelarut yang digunakan adalah n-heksan, metilen klorida, etil asetat dan metanol. Proses ini dilakukan 24 jam supaya kandungan senyawanya larut dalam pelarut secara maksimal. Selanjutnya dimonitoring dengan KLT dan disemprot dengan cerium penampak noda untuk mengetahui profil senyawa. Kromatogram KLT hasil uji pendahuluan dapat dilihat pada Gambar 4.1.

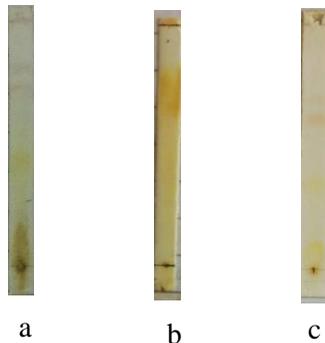


Gambar 4.1 Profil KLT hasil uji pendahuluan dengan masing-masing eluen. (a) n-heksan, (b) metilen klorida, (c) etil asetat, (d) metanol

Berdasarkan profil KLT pada Gambar 4.1 dapat ditarik kesimpulan bahwa pemisahan yang baik ditunjukkan oleh pelarut metilen klorida. Proses maserasi berikutnya adalah dengan menggunakan pelarut metilen klorida.

4.2 Maserasi

Sampel sebanyak 2,3 kg diekstraksi dengan cara maserasi menggunakan pelarut metilen klorida. Lamanya maserasi ditentukan dari hasil monitoring KLT hingga profil nodanya tipis. Setiap 1 x 24 jam maserasi dimonitoring dengan KLT menggunakan eluen etil asetat : n-heksan (15:85). Hasil KLT diamati dibawah sinar UV kemudian disemprot menggunakan penampak noda cerium sulfat dan dipanaskan hingga noda senyawa tampak lebih jelas. Pada kromatogram hasil maserasi yang ke-3 profil noda sudah tipis sehingga proses maserasi dihentikan. Kromatogram hasil maserasi seperti tampak pada Gambar 4.2.



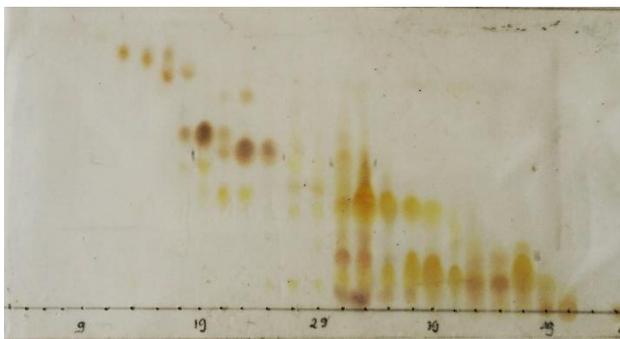
Gambar 4.2 Profil kromatogram KLT hasil maserasi. (a) hari ke-1, (b) hari ke-2 dan (c) hari ke-3

Ekstrak cair metilen klorida yang diperoleh dari proses maserasi kemudian diuapkan menggunakan *rotary evaporator*. Sehingga menjadi ekstrak pekat berwarna coklat kehitaman. Ekstrak pekat dari hasil maserasi tersebut didapatkan sebanyak 59,5 g.

4.3 Fraksinasi Ekstrak Metilen Klorida

Ekstraksi pekat dari metilen klorida difraksinasi menggunakan kromatografi cair vakum (KCV). Metode ini dipilih berdasarkan atas pemisahan yang lebih cepat dengan sampel yang jumlahnya relative banyak dan dapat memisahkan senyawa-senyawa target kedalam fraksi-fraksi yang lebih sederhana.

Berdasarkan hasil uji pendahuluan maka dipilih eluen metilen klorida : n-heksan untuk proses KCV. Selanjutnya kepolaran eluen dinaikkan. Hasil fraksinasi didapatkan 56 vial. Uji KLT ini menggunakan eluen etil asetat : n-heksan (20:80). Hasil dari kromatogram dengan nilai Rf dan pola noda yang sama dikelompokkan menjadi satu fraksi seperti tampak pada Gambar 4.3.



Gambar 4.3 Profil kromatogram KLT hasil KCV

Hasil KCV didapatkan 6 fraksi yaitu fraksi A, B, C, D, E, dan F. Kromatogram hasil KLT 6 fraksi seperti terlihat pada Gambar 4.4.



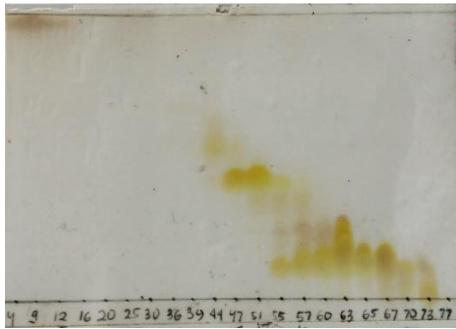
Gambar 4. 4 Profil kromatogram KLT hasil gabungan dari pemisahan KCV

Fraksi C dilakukan pemisahan menggunakan sepadhex dengan eluen metanol : metilen klorida (1:1). Sepadhex merupakan metode pemisahan berdasarkan berat molekul. Hasil fraksinasi kemudian dimonitoring menggunakan KLT. Profil kromatogram dikelompokkan berdasarkan kemiripan Rf dan noda senyawa. Pada tahapan pemisahan ini didapatkan 5 subfraksi yaitu CC1, CC2, CC3, CC4 dan CC5. Kemudian dari 5 subfraksi tersebut dilakukan KLT jika ada kemiripan Rf dan profil noda yang sama maka digabung. Karena CC3, CC4 dan CC5 memiliki kemiripan maka digabung kembali menjadi CC6.

Fraksi D dilakukan pemisahan menggunakan sepadhex dengan eluen metanol: metilen klorida (1:1). Hasil pemisahan ditampung dalam vial dan didapatkan 20 vial. Selanjutnya dimonitoring dengan KLT jika ada kemiripan Rf dan noda yang sama maka digabung kembali sehingga didapatkan 3 subfraksi yaitu DD1, DD2 dan DD5. Ternyata CC6, DD5 dan fraksi E memiliki kemiripan noda sehingga digabung maka menjadi fraksi G. Penggabungan dilakukan untuk memperoleh massa

yang lebih banyak sehingga pemisahannya berlangsung optimal.

Fraksi G memiliki massa yang cukup banyak sehingga pemisahannya menggunakan KCV. Selama proses KCV kepolaran dari eluen dinaikkan. Hal ini bertujuan untuk mendapatkan senyawa-senyawa yang lebih polar. Hasil kromatogram setelah dimonitoring menggunakan KLT seperti tampak pada Gambar 4.5.

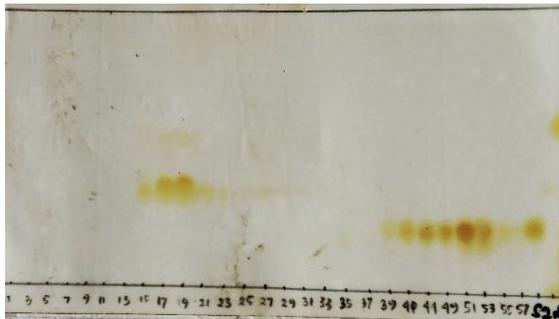


Gambar 4. 5 Profil kromatogram KLT hasil KCV fraksi G

Profil kromatogram yang memiliki kemiripan Rf dan noda digabung sehingga diperoleh 4 subfraksi yaitu H, I, J dan K. Fraksi J dilakukan pemisahan menggunakan sephadex supaya noda yang dihasilkan lebih sederhana. Selanjutnya dimonitoring dengan KLT jika profil kromatogram memiliki kemiripan Rf dan noda maka akan dikelompokkan kembali. Diperoleh 3 subfraksi yaitu JG1, JG2 dan JG3. Selanjutnya JG2 dilakukan pemisahan dengan menggunakan metode KCV karena massa JG2 yang cukup banyak dan metode ini yang relatif cepat. Hasil dari fraksinasi dimonitoring menggunakan KLT. Profil kromatogram yang memiliki kemiripan Rf dan noda maka dikelompokkan lagi maka terdapat 9 subfraksi yaitu M, N, O, P, Q, R, S, T da U.

Subfraksi GN2 dari subfraksi N dimonitoring menggunakan KLT ternyata GN2 dan JG3 memiliki Rf dan noda

yang sama sehingga digabung menjadi fraksi JN. Kemudian fraksi JN dipisahkan dengan metode Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG). Hal ini dikarenakan massa yang relatif banyak dan noda sudah sederhana. Eluen untuk KKG menggunakan campuran 3 eluen dikarenakan noda hanya dapat terpisah dengan campuran etil asetat, n-heksan dan metil klorida. Hasil KKG diperoleh 7 subfraksi yaitu GJN1, GJN2, GJN3, GJN4, GJN5, GJN6 dan GJN7. Profil kromatogram terlihat pada Gambar 4.6.



Gambar 4. 6 Profil kromatogram KLT hasil KKG fraksi JN

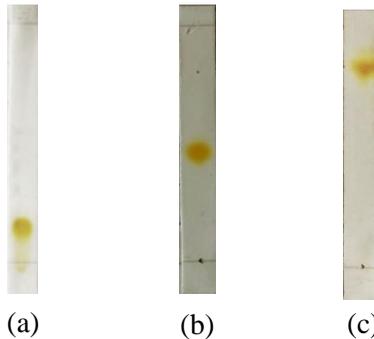
Senyawa-senyawa yang terdapat dalam subfraksi GJN2 sudah sederhana. Kemudian subfraksi tersebut dipisahkan menggunakan metode KKG. Hasil dari KKG didapatkan 63 vial. Profil kromatogram yang mempunyai Rf dan noda yang sama maka digabung. Sehingga terbagi menjadi 3 subfraksi yaitu JJ1, JJ2 dan JJ3.

Subfraksi JJ3 (23 mg) memiliki profil penampakan noda yang cenderung tunggal sehingga dilakukan proses pemurnian. Hasil kromatogram subfraksi JJ3 dengan eluen etil asetat : n-heksan (25:75) terlihat pada Gambar 4.7.



Gambar 4. 7 Profil kromatogram KLT subfraksi JJ3

Selanjutnya dilakukan uji kemurnian senyawa JJ3 dengan KLT menggunakan campuran 3 eluen yang memiliki kepolaran berbeda dan uji titik leleh. Pengujian dapat dilakukan dengan menggunakan tiga komposisi eluen diantaranya adalah n-heksan : metilen klorida (10:90) noda tunggal berada dibawah, etil asetat : n-heksan (25:75) noda tunggal berada di tengah dan etil asetat : metilen klorida (15:85) noda tunggal berada diatas seperti terlihat pada Gambar 4.8.



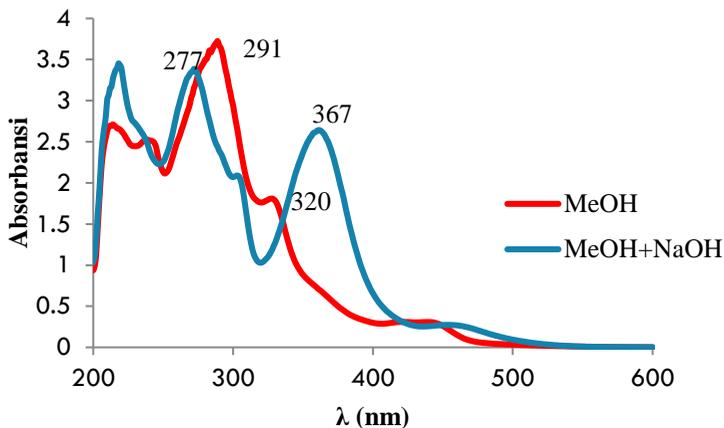
Gambar 4. 8 Profil kromatogram KLT dari hasil uji 3 eluen, (a) n-heksan : metilen klorida (10:90), (b) etil asetat : n-heksan (25:75) dan (c) etil asetat : metilen klorida (15:85)

Kemudian dilakukan uji titik leleh dengan meletakkan sampel pada plat titik leleh *Fisher John*. Maka didapatkan titik leleh 177-178°C. Hasil tersebut menunjukkan bahwa senyawa sudah murni karena memiliki rentang titik leleh $\pm 1^\circ\text{C}$ yang merupakan rentang suhu saat mulai meleleh hingga meleleh sempurna. Untuk lebih mempermudah analisa maka subfraksi JJ3 disebut senyawa (**1**).

4.4 Penentuan Struktur Senyawa

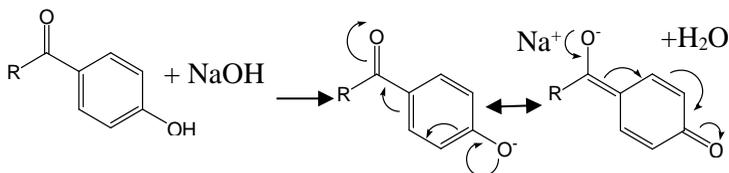
Penentuan struktur senyawa (**1**) dilakukan dengan analisis data dan pengujian menggunakan spektrofotometri UV-Vis, IR, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$. Spektrum UV senyawa (**1**) dengan λ_{maks} (nm) dalam (MeOH) adalah 291 nm dan 320 nm; (MeOH + NaOH) adalah 277 nm dan 367 nm seperti yang terlihat pada Gambar 4.8. Spektrum UV senyawa (**1**) dengan λ_{maks} (nm) dalam (MeOH + AlCl_3) adalah 291 nm dan 320 nm; (MeOH + AlCl_3 + HCl) adalah 291 nm dan 316 nm seperti yang terlihat pada Gambar 4.9.

Puncak serapan spektrum UV pada pita II λ_{maks} 291 nm menunjukkan adanya eksitasi elektron dari π ke π^* . Ini merupakan kromofor yang khas untuk sistem ikatan rangkap terkonjugasi (-C=C-C=C-) pada cincin aromatik. Sedangkan serapan pada pita I λ_{maks} 320 nm menunjukkan adanya eksitasi n ke π^* . Ini merupakan kromofor khas untuk sistem terkonjugasi dari heteroatom dengan ikatan rangkap terkonjugasi (-C=C-C=C=O).



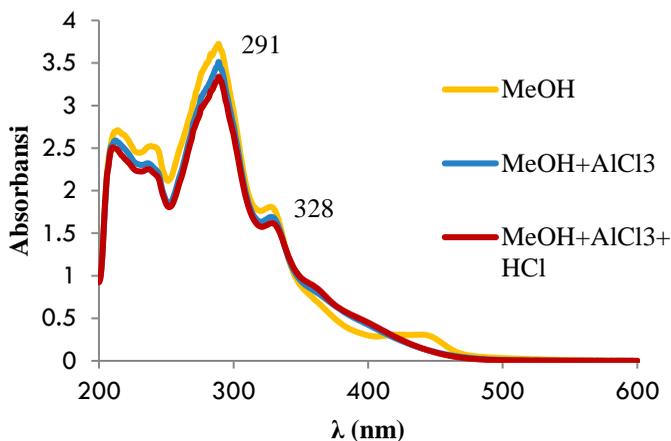
Gambar 4. 9 Spektrum UV-Vis senyawa (1) dalam MeOH dan NaOH

Penambahan pereaksi geser pada pengujian spektrometri UV-Vis bertujuan untuk mengetahui ada tidaknya gugus hidroksi yang tersubstitusi pada posisi orto dan para. Adanya pereaksi geser dapat menyebabkan perubahan panjang gelombang yang lebih besar maupun lebih kecil. Penambahan NaOH menyebabkan pergeseran batokromik pada pita I dari λ_{maks} 320 nm ke 367 nm. Hal ini menunjukkan adanya gugus hidroksi yang merupakan pendorong elektron kemudian mengalami kesetimbangan keto-enol dengan gugus karbonil pada posisi para (Gambar 4.10).



Gambar 4. 10 Kesetimbangan keto-enol dengan NaOH

Penambahan pereaksi geser AlCl_3 bertujuan untuk mengetahui adanya gugus orto hidroksi yang ditandai dengan pergeseran batokromik setelah penambahan AlCl_3 . Setelah penambahan AlCl_3 pada spektrum UV tidak menunjukkan adanya pergeseran batokromik dan setelah penambaha HCl nilai pergeseran relatif sama atau berhimpit sehingga pada senyawa (**1**) tidak adanya gugus hidroksi yang berada pada posisi orto (Gambar 4.11). Berdasarkan analisa spektrum UV senyawa (**1**) dimungkinkan golongan santon yang memiliki khelat namun tidak memiliki sistem hidroksi yang tersubstitusi pada posisi orto.



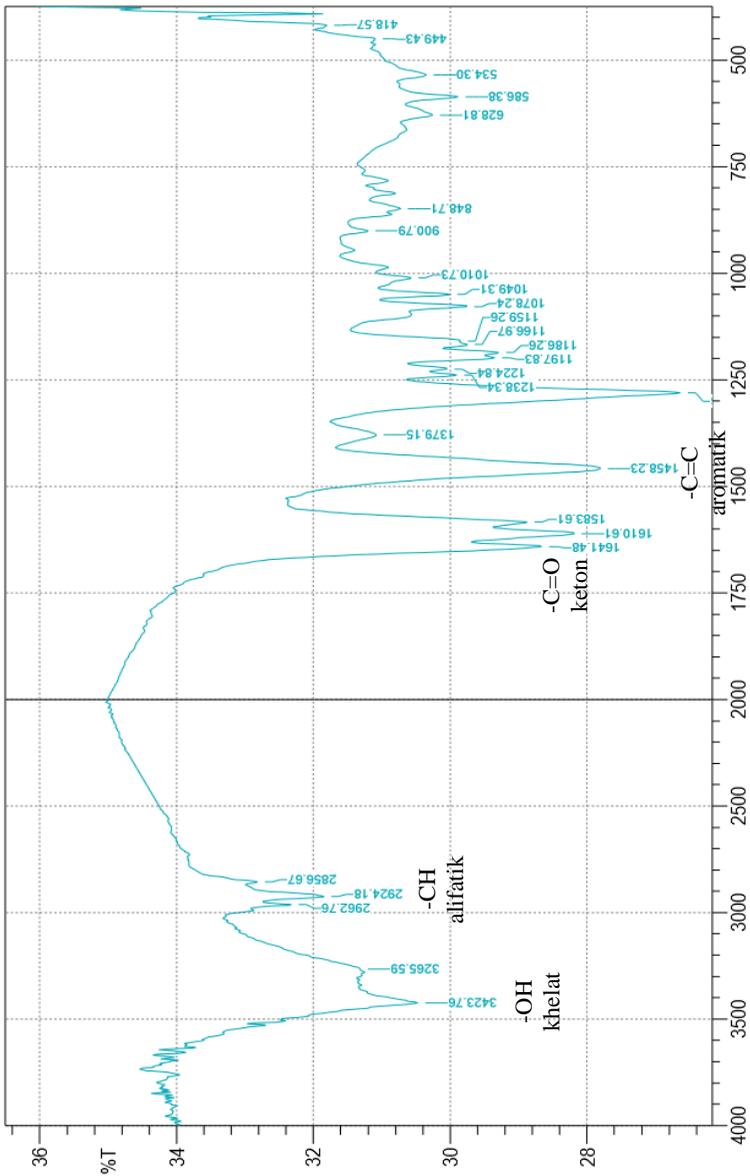
Gambar 4. 11 Spektrum UV-Vis senyawa (**1**) dalam AlCl_3 dan HCl

Berdasarkan spektra infra merah pada bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} seperti yang ditunjukkan pada Gambar 4.12 memperlihatkan pita-pita yang khas untuk beberapa gugus fungsi. Adapun pita-pita serapan senyawa (**1**) sebagai berikut (ν_{maks}) cm^{-1} : 3423; 3265; 2924; 1642; 1611; 1458; 1275. Serapan pita pada bilangan gelombang 3423 cm^{-1} merupakan ciri khas adanya gugus hidroksi bebas (-OH) sedangkan pada bilangan gelombang 3265 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus hidroksi terkhelat dengan gugus karbonil (-C=O) pada bilangan gelombang 1642 cm^{-1} . Pita pada bilangan gelombang 1611 cm^{-1} dan 1458 cm^{-1} memperlihatkan adanya serapan yang khusus untuk ikatan rangkap pada sistem aromatik (-C=C).

Pada bilangan gelombang 1275 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus eter (-C-O). Selanjutnya adanya gugus -CH sp^3 pada bilangan gelombang 2924 cm^{-1} . Hal ini merupakan gugus alifatik yang tersubstitusi pada kerangka dasar senyawa santon. Berdasarkan analisis spektra UV-Vis dan IR dapat diperoleh informasi bahwa senyawa (**1**) merupakan struktur dasar santon yang memiliki yang memiliki gugus hidroksi terkhelat dengan gugus karbonil, gugus hidroksi terletak pada posisi para dengan gugus karbonil dan terdapat gugus -CH alifatik serta berada dalam sistem aromatik.

Analisis pada spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa (**1**) dengan pelarut CD_3OD memiliki nilai pergeseran kimia (δ_{H} ppm) sebagai berikut 13,66 (1H, s, OH); 6,22 (1H, s); 6,67 (1H, s); 4,03 (2H, d, $J=7,0$ Hz); 5,28 (2H, t, $J=7,0$ Hz); 1,78 (3H, s); 1,82 (3H, s); 3,27 (2H, d, $J=7,0$ Hz); 5,28 (2H, t, $J=7,0$ Hz); 1,68 (3H, s); 1,67 (3H, s); 3,76 (3H, s) seperti tampak pada Gambar 4.14.

Spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa (**1**) menunjukkan adanya beberapa kelompok sinyal yang terdiri dari 26 proton. Sinyal pada pergeseran kimia (δ_{H}) 13,66 ppm (1H, s, OH) berada pada daerah *downfield* karena memperlihatkan adanya proton



Gambar 4. 12 Spektrum IR senyawa (1) dalam pelet KBr

dari gugus hidroksi yang mengalami ikatan hidrogen (terkhelat) dengan gugus karbonil. Hal ini merupakan ciri khas untuk senyawa santon. Pernyataan ini diperkuat dari spektra IR pada bilangan gelombang 3265 cm^{-1} dan 1642 cm^{-1} yang merupakan adanya gugus hidroksi terkhelat dengan karbonil.

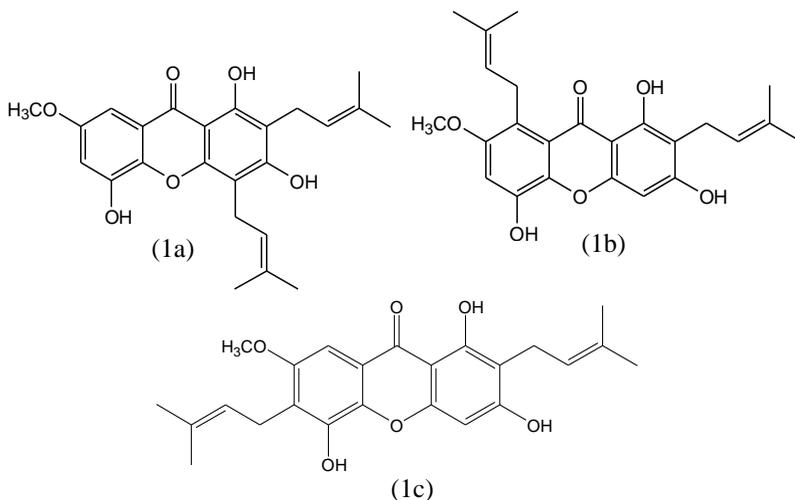
Sedangkan sinyal dengan multiplisitas singlet $\delta_{\text{H}} 3,76$ (3H, s) merupakan sinyal khas dari gugus metoksi dan sinyal singlet pada $\delta_{\text{H}} 6,22$ (1H), $\delta_{\text{H}} 6,67$ (1H) merupakan sinyal dari proton aromatik. Kemudian pada pergeseran kimia $\delta_{\text{H}} 6,91$ dan $\delta_{\text{H}} 6,93$ menunjukkan adanya dua gugus hidroksi bebas namun tidak memiliki sistem hidroksi yang tersubstitusi pada posisi orto seperti yang dijelaskan pada analisis UV diatas. Gugus hidroksi ini cenderung berada diposisi C-3 atau C-6 pada kerangka santon. Hal ini diperkuat dari spektrum UV adanya pergeseran batokromik pada pita I dari $\lambda_{\text{maks}} 320\text{ nm}$ ke 367 nm yang mengalami kesetimbangan keto-enol.

Selanjutnya adanya kelompok sinyal dengan multiplisitas triplet pada $\delta_{\text{H}} 5,28$ (2H, t, $J=7,0\text{ Hz}$) menunjukkan adanya gugus metin. Selanjutnya kelompok sinyal dengan multiplisitas duplet pada $\delta_{\text{H}} 4,03$ dan $3,27$ dengan konstanta kopling 7 Hz mengindikasikan adanya dua gugus metilen serta sinyal dengan multiplisitas singlet pada $\delta_{\text{H}} 1,78$; $1,82$; $1,68$ dan $1,67$ (3H, s) sehingga ada empat gugus metil. Hal ini diperkuat dengan spektra IR pada bilangan gelombang 2924 cm^{-1} yang menunjukkan adanya gugus $-\text{CH sp}^3$.

Berdasarkan analisis data pergeseran proton maka terdapat sinyal untuk 2 proton metin, 4 proton metilen dan 12 proton metil. Hal ini menunjukkan sinyal yang khas dari dua gugus prenil (Ito dkk., 1997). Kecenderungan gugus prenil tersubstitusi pada C-8 dari kerangka santon yaitu adanya sinyal proton metilen pada pergeseran kimia $\delta_{\text{H}} 4,03$ (Dutta dkk, 1987).

Berdasarkan data spektrum $^1\text{H-NMR}$, UV dan IR pada senyawa (**1**) memiliki kerangka santon yang tersubstitusi 1

gugus metoksi, 2 proton aromatik, 2 gugus hidroksi bebas dan 2 gugus prenil. Dengan demikian dari analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$, UV dan IR dapat disarankan isomer struktur senyawa **(1)** sebagai berikut:



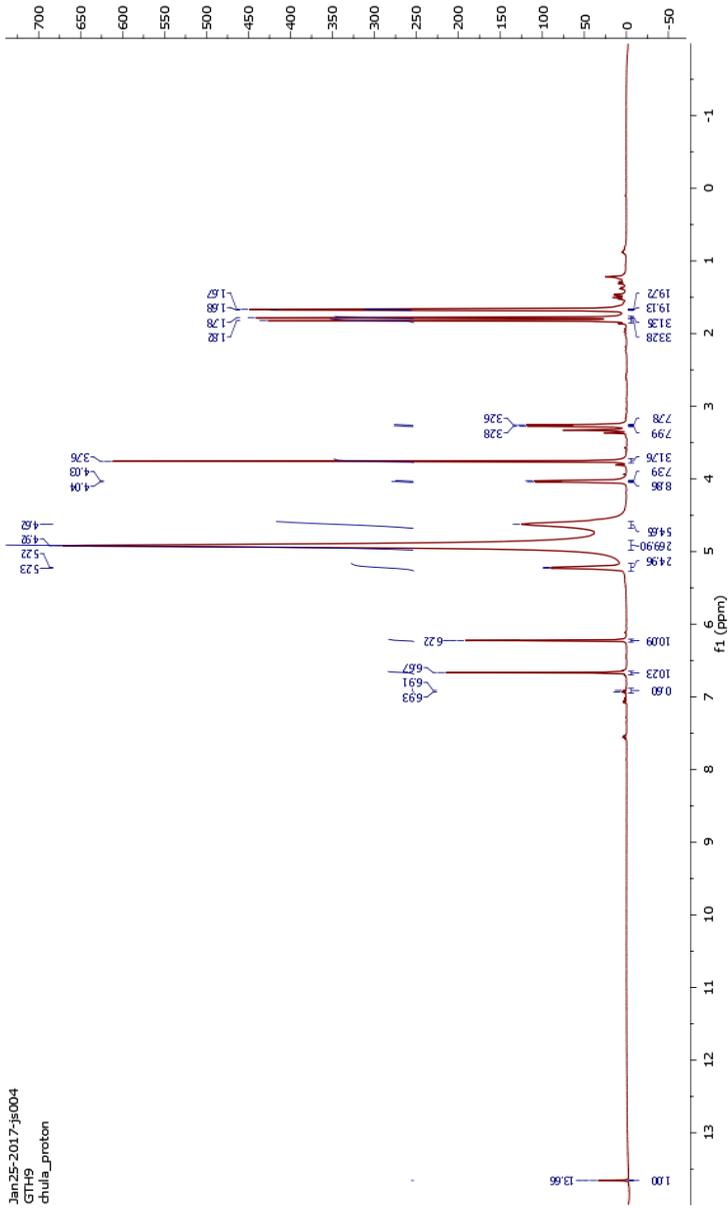
Isomer struktur terhadap senyawa **(1)**, (1a) prenil tersubstitusi pada C-4, (1b) prenil tersubstitusi pada C-8 dan (1c) prenil tersubstitusi pada C-6

Selanjutnya untuk mengetahui letak kedua gugus prenil dan untuk memperkuat dugaan sementara dari senyawa **(1)** maka dibandingkan dengan data pembandingan dari α -mangostin (Liandhajani, 2013) yang memiliki pergeseran kimia yang relatif sama. Seperti yang ditunjukkan pada Tabel 4.1.

Tabel 4.1 Perbandingan δ_H spektrum 1H -NMR dalam CD_3OD antara senyawa (**1**) dan α -mangostin

Posisi H	Senyawa 1	α -mangostin
1	13,66 (1H, s, OH)	13,69 (1H, s, OH)
2	-	-
3	-	-
4	6,22 (1H, s)	6,21 (1H, s)
4a	-	-
5	6,67 (1H, s)	6,67 (1H, s)
6	-	-
7	3,76 (3H, s, OCH ₃)	3,78 (3H, s, OCH ₃)
8	-	-
8a	-	-
9	-	-
9a	-	-
10a	-	-
11	4,03 (2H, d, J=7,0 Hz)	4,08 (2H, d, J=7,0 Hz)
12	5,28 (2H, t, J=7,0 Hz)	5,23 (2H, t, J=7,0 Hz)
13	-	-
14	1,78 (3H, s)	1,78 (3H, s)
15	1,82 (3H, s)	1,82 (3H, s)
16	3,27 (2H, d, J=7,0 Hz)	3,31 (2H, d, J=7,0 Hz)
17	5,28 (2H, t, J=7,0 Hz)	5,23 (2H, t, J=7,0 Hz)
18	-	-
19	1,68 (3H, s)	1,67 (3H, s)
20	1,67 (3H, s)	1,65 (3H, s)

Jan25-2017-js004
G1H9
chula_proton



Gambar 4. 13 Spektrum ¹H-NMR senyawa (1) dalam CD₃OD

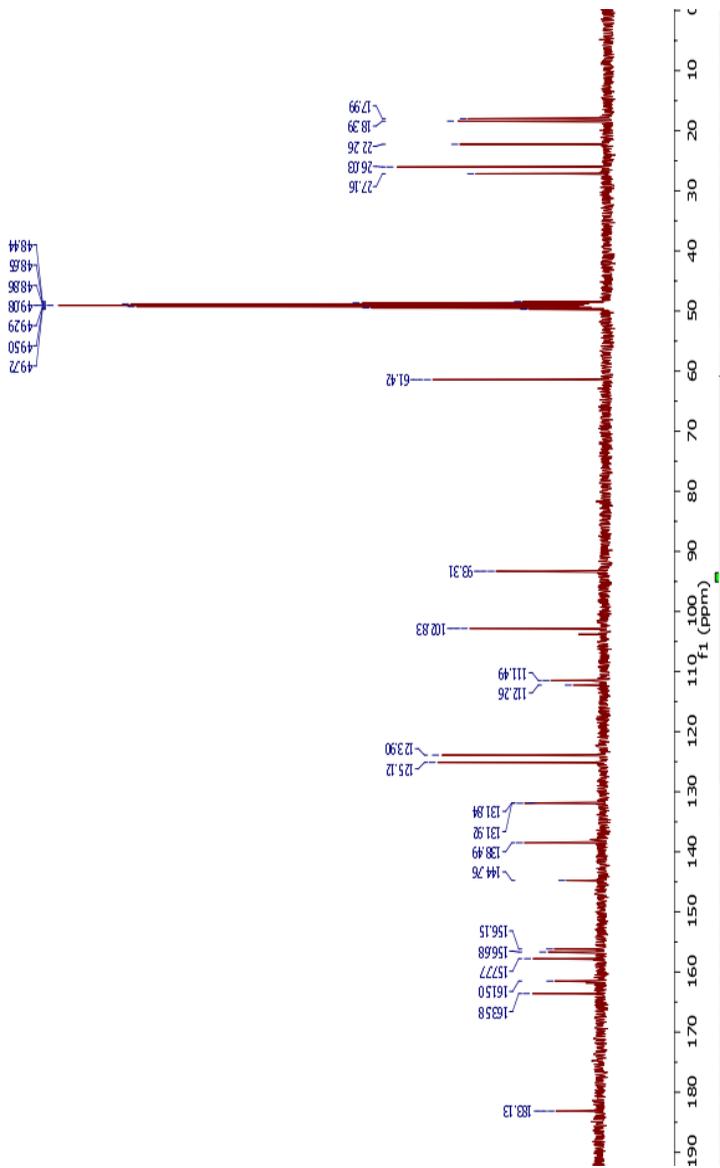
Analisis pada spektrum ^{13}C -NMR senyawa (**1**) dengan pelarut CD_3OD memiliki nilai pergeseran kimia (δ_{C} ppm) sebagai berikut: 161,50; 111,49; 161,83; 93,31; 156,15; 103,80; 157,77; 144,76; 138,49; 112,26; 183,13; 102,83; 156,68; 22,26; 123,90; 131,84; 26,03; 17,99; 27,16; 125,12; 131,92; 26,03; 18,39; 61,42; seperti tampak pada Gambar 4.12.

Berdasarkan sinyal ^{13}C -NMR bahwa jumlah atom C ada 24. Hal ini diperkuat oleh data spektrum ^1H -NMR pada senyawa (**1**) yang memiliki kerangka santon (dengan 13 karbon) yang tersubstitusi 1 gugus metoksi (1 karbon), 2 proton aromatik, 2 gugus hidroksi bebas dan 2 gugus prenil (10 karbon).

Pada pergeseran karbon δ_{C} 183,13 ppm merupakan sinyal khas untuk karbonil terkhelat pada senyawa santon. Sedangkan kelompok sinyal pada pergeseran kimia δ_{C} 22,26; 123,90; 131,84; 26,03; 17,99; 27,16; 125,12; 131,92; 26,03; 18,39 menunjukkan pola yang sama dengan serapan karbon untuk dua gugus prenil. Pada pergeseran karbon δ_{C} 61,42 merupakan kelompok C metoksi. Hal ini diperkuat oleh δ_{H} 3,76 (3H, s) merupakan sinyal khas dari gugus metoksi. Selanjutnya δ_{C} 144,76; 138,49; 112,26; 111,49; 103,80; 102,83 dan 93,31 merupakan sinyal dari pada kelompok C kuartener dan CH aromatis. Adapun kelompok sinyal dari C-oksi aril seperti δ_{C} 161,50; 161,83; 157,77; 156,68 dan 156,15. Kemudian dibandingkan dengan data spektrum ^{13}C -NMR α -mangostin seperti tampak pada Tabel 4.2.

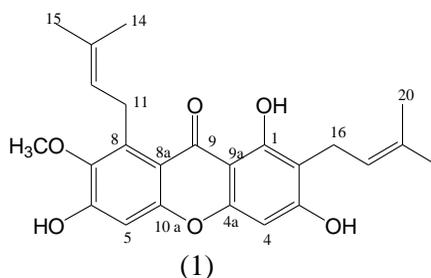
Tabel 4.2 Perbandingan δC spektrum ^{13}C -NMR dalam CD_3OD antara senyawa (**1**) dan α -mangostin

Posisi C	Senyawa 1	α -mangostin
1	161,50	161,66
2	111,49	111,50
3	161,83	163,68
4	93,31	93,21
4a	156,15	156,76
5	103,80	102,82
6	157,77	156,24
7	144,76	144,82
8	138,49	138,54
8a	112,26	112,29
9	183,13	183,20
9a	102,83	103,83
10a	156,68	157,92
11	22,26	22,31
12	123,90	123,99
13	131,84	131,73
14	26,03	26,08
15	17,99	18,02
16	27,16	27,21
17	125,12	125,25
18	131,92	131,85
19	26,03	26,10
20	18,39	18,43
7-OCH ₃	61,42	61,41



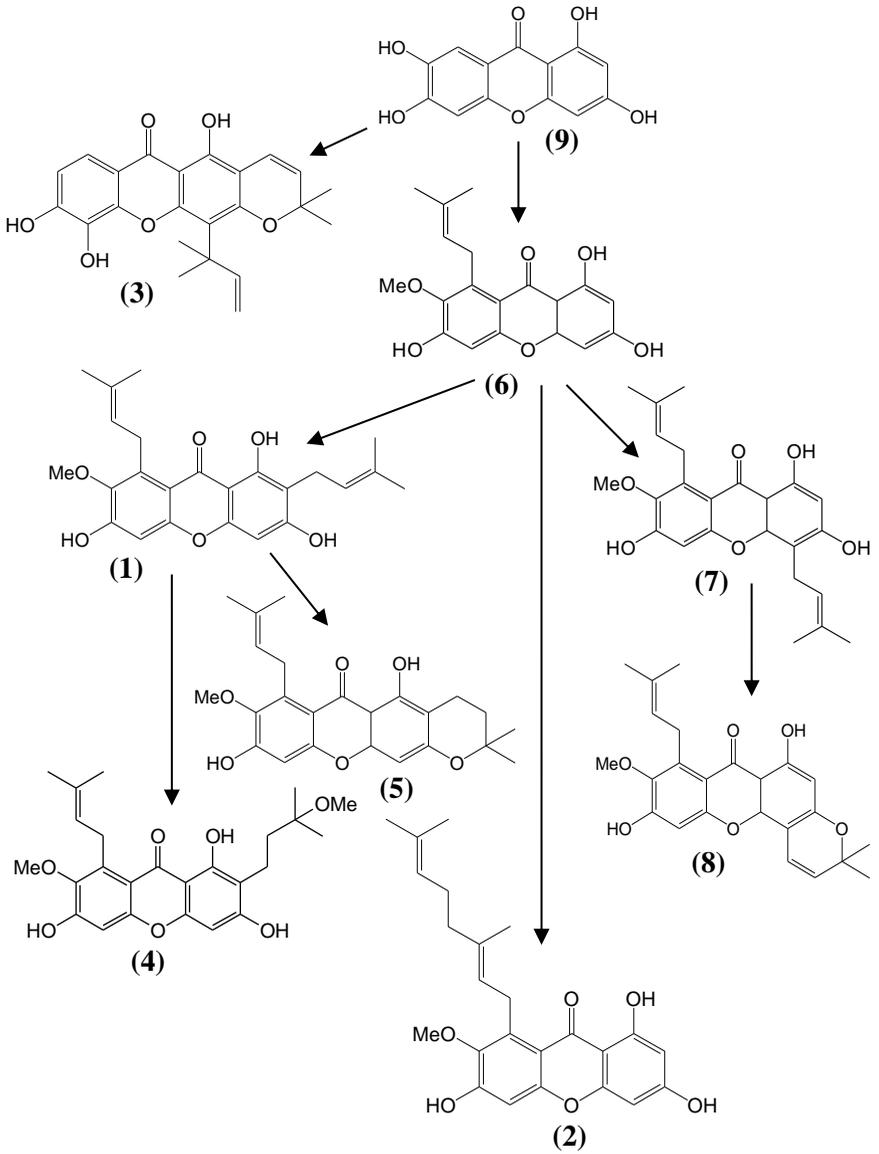
Gambar 4. 14 Spektrum ^{13}C -NMR senyawa (**1**) dalam CD_3OD

Berdasarkan data UV-Vis, IR, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ bahwa senyawa **(1)** yang telah diisolasi dari ekstrak metilen klorida pada kayu dan kulit akar *G. tetrandra* adalah 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-2,8-diprenil santon atau α -mangostin yang sebelumnya pernah ditemukan pada ekstrak n-heksan kulit batang *G. tetrandra* (Astuti S. E., 2005) dan pada ekstrak diklorometana dari kulit akar *G. tetrandra* (Rizani, 2006). Maka struktur senyawa **(1)** sebagai berikut:



Selain senyawa **(1)**, pada penelitian ini juga berhasil mendapatkan senyawa **(2)** 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-8-(3,7-dimetil-2,6-oktadienil) santon atau Rubrasanton yang telah dibahas oleh (Wahyu, 2017). Data senyawa **(2)** yang meliputi spektrum UV-Vis, FT-IR, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ selengkapnya terlampir dalam Lampiran 2. Dan juga mendapatkan senyawa **(3)** 1,5,6-trihidroksi-4-(1,1-dimetil-allyl)-(3',3':2,3)-dimetilpyransanton atau Maclurasanton yang telah dibahas oleh (Muthiah, 2017). Data senyawa **(3)** yang meliputi spektrum UV-Vis, FT-IR, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ selengkapnya terlampir dalam Lampiran 2.

Dari ketiga senyawa yang telah ditemukan pada penelitian ini maka disarankan jalur biogenesis baru pembentukan senyawa santon hasil isolasi dari *G.tetandra* (Gambar 4.16). Pada jalur biogenesis menunjukkan senyawa (2) dan (3) merupakan senyawa baru yang ditemukan pada *G. tetrandra* sehingga dapat memperkaya molekul senyawa santon dari *G. tetrandra*. Senyawa (1) merupakan turunan dari senyawa (6) yang mengalami prenilasi pada C-2. Senyawa (2) juga merupakan turunan dari senyawa (6) yang mengalami prenilasi sehingga membentuk sistem geranil pada C-8. Sedangkan senyawa (3) merupakan turunan derivat dari senyawa (9) yang mengalami siklisasi oksidatif membentuk cincin kromen dan adanya substitusi (1,1-dimetil-allyl) pada C-4. Masih ada peluang ditemukannya senyawa lain antara senyawa (3) dan senyawa (9) seperti tersubstitusinya prenil pada C-2.



Gambar 4. 15 Saran jalur biogenesis baru pembentukan senyawa santon hasil isolasi *G. tetrandra*

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan terhadap ekstrak metilen klorida pada kayu dan kulit akar *G. tetrandra* Pierre didapatkan tiga senyawa murni yaitu α -Mangostin **(1)**, Rubrasanton **(2)** dan Maclurasanton **(3)**. Senyawa **(1)** sudah pernah ditemukan pada *G. tetrandra* sedangkan senyawa **(2)** dan **(3)** merupakan senyawa baru yang ditemukan pada *G. tetrandra*. Maka senyawa **(2)** dan **(3)** dapat memperkaya afinitas kimia tumbuhan *G. tetrandra* Pierre sehingga bisa memenuhi peta pembentukan senyawa santon hasil isolasi *G. tetrandra* Pierre.

5.2 Saran

Berdasarkan saran jalur biogenesis baru pembentukan senyawa santon dari *G. tetrandra* masih berpeluang besar untuk ditemukannya senyawa-senyawa santon lain yang belum ditemukan oleh peneliti-peneliti sebelumnya. Sehingga dapat memperkaya kimiawi pada *G. tetrandra*. Oleh karena itu sangatlah perlu dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap *G. tetrandra*.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

DAFTAR PUSTAKA

- Astuti, S. (2005). *Dua Diprenilsanton pada Kulit Batang Wadung (Garcinia tetranda Pierre)*. Surabaya: ITS.
- Astuti, S. E. (2005). *α -mangostin dan 3-isomangostin dari Fraksi Polar Diklorometana pada Ekstrak Metanol Kulit Batang Wadung (Garcinia tetranda Pierre)*. Surabaya: ITS.
- Betiri, B. T. (2002). *Laporan Identifikasi dan Inventarisasi Tanaman Obat di Tanaman Meru Betiri*. Jember: Departemen Kehutanan Direktur Jendral Perlindungan Hutan dan Konservasi Alam Taman Nasional Maru Betiri.
- Carey, F. (2000). *Organic Chemistry* (4th ed.). USA: The McGraw-Hill Companies.
- Dutta, P., Sen, A., Sakkar, K., & Banerji, N. (1987). Acid-catalyzed Cyclization of Xanthenes : Structure of New Xanthone from *Garcinia mangostana* Linn. *Indian Journal of Chemistry*, 281-282.
- Ersam, T. (2001). *Senyawa Kimia Mikromolekul Beberapa Tumbuhan Artocarpus Hutan Tropika Sumatera Barat*. Disertasi, ITB, Bandung.
- Ersam, T. (2005). PEMBERDAYAAN KEANEKARAGAMAN HAYATI HUTAN TROPIKA: Fenolat Terprenilasi dari *Artocarpus* dan *Garcinia* (Nangka dan Manggis). *Prosiding Seminar Nasional Kimia* (hal. 22-23). Surabaya: Universitas Negeri Surabaya.
- Fessenden, & Fessenden. (1986). *Kimia Organik*. Jakarta: Erlangga.
- Gottlieb, O. R., Magalhaes, M. T., Pereira, M. O., Mesquita, A. A., Correa, D. B., & Oliveira, G. G. (1968). The Chemistry of Brazillian Guttiferae-XII: Isopentenylated Xanthenes from *Kielmeyera* and *Calophyllum* species. *Tetrahedron*, 24, 1601-1610.

- Harbone, J. B. (1987). *Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*. Bandung: ITB Press.
- Hart, H. (2003). *Organic Chemistry A Short Course* (6th ed.). Boston: Houghton Mifflin Company.
- Hartati, S., Kardono, L., & Hanafi, M. (2002). Bioactivity Cambogin and Camboginol (poly-isoprenyl benzophenones) from *Garcinia tetranda* Pierre. *Proceeding National Seminar on Chemical, Industry and Environmental Chemistry*. Yogyakarta.
- Hartati, S., Kosela, S., Hanafi, M., & Leonardus, L. (2000). Isolation and Elucidation Structure of Coumpounds of Stem Bark of *Garcinia tetranda* Pierre. *J. Applied Chem*, *10*(1), 344-349.
- Hartati, S., Kosela, S., Kardono, L., & Sim, K. (2001). Chemical Constituents of Stem Bark of *Garcinia tetranda* Pierre. *Proceeding International Seminar of Natural Resources* (hal. 344-349). Depok: UNESCO, Universitas Indonesia.
- Heyne, K. (1987). *Tumbuhan Berguna Indonesia*. Jakarta: Yayasan Sarana Wana Jaya.
- Hismiatty, B., Swasmi, P., & Endah, P. (2011). Perbandingan Metode Maserasi, remaserasi, Perkolasi, Reperkolasi dalam Pembuatan Ekstrak Pegagan. *Seminar Nasional Perhipba XV*. Serpong: Pusat Teknologi Farmasi dan Medika (BPPT).
- Hostettmann, K., & Marston, A. (1994). Search for Nem Antifungal Compounds from Higher Plants. *Pure and Appl*, 232-234.
- Ito, C., Miyamoto, Y., & Kawai, M. D. (1997). A Novel Depsidone and Some New Xanthone From *Garcinia* Species. *Chem.Pharm.Bull*, *45*, 1403-1413.
- Kosela. (1999). Penggalan Sumber Bahan Baku Obat dari Tumbuhan. *Prosiding Seminar Kimia Bahan Alam*. Jakarta: Universitas Indonesia.

- Kosela, S., Rachmalia, T., & Hanafi, M. (2000). Dilxhantones F-H, Three New Pyranoxhantones from *Garcinia dulcis*. *J. Nat. Prod*, *63*, 2351-2355.
- Lenny, S. (2006). *Karya Tulis Ilmiah Senyawa Terpenoid dan Steroid*. Medan: Kimia USU.
- Liandhajani, L., Immaculat, M., Sukrasno, & Hanafi, M. (2013). Sunscreen Activity of alpha mangostin from the pericarps of *Garcinia mangostana*. *Journal of Applied Pharmaceutical Science*, 70-73.
- Maulina, D., & Ersam, T. (2006). Santon Diprenilasi dan Triprenilasi dari Fraksi Kloroform Kulit Batang *Garcinia tetranda* Pierre. *Prosiding Seminar Nasional Kimia* (hal. 162-171). Surabaya: Unesa.
- McMurry, J. (1999). *Organic Chemistry*. USA: Brooks/Cole.
- Meilani, A. (2006). *Santon Terprenilasi dan Tersiklisisasi Baru Fraksi Non-polar dari Ekstrak n-heksan pada Akar *Garcinia tetranda* Pierre*. Surabaya: ITS.
- Merza, J., Aumonnd, Rondeau, D., V., D., & Le Ray, A. (2004). Prenylated Xanthenes and Tocotrienols from *Garcinia virgata*. *Phytochemistry*, *65*, 2915-2920.
- Mulja, M., & Suharman. (1995). *Analisis Instrumental*. Surabaya: Airlangga University Press.
- Nguyen, L., Hau, T., Pham, H. D., & Conolly, J. D. (2002). Xanthenes from The Bark of *Garcinia Merguensis*. *Phytochemistry*, *63*, 467-470.
- Niu, S., Zhao, N., Liu, X., Jing, Y. K., & Hua, M. (2012). Xanthone From The Stem Bark Of *Garcinia Bracteata* With Growth Inhibitory Effect Against HL-60 Cells. *Phytochemistry*, *77*, 280-286.
- Oxtoby, & David, W. (2008). *Prinsip-Prinsip Kimia Modern*. Jakarta: Erlangga.
- Pavia, D., Lampman, G., & Knitz, G. (1990). *Introduction to Organic Laboratory Techniques A Contemporary* (2nd ed.). New York: Sainders.

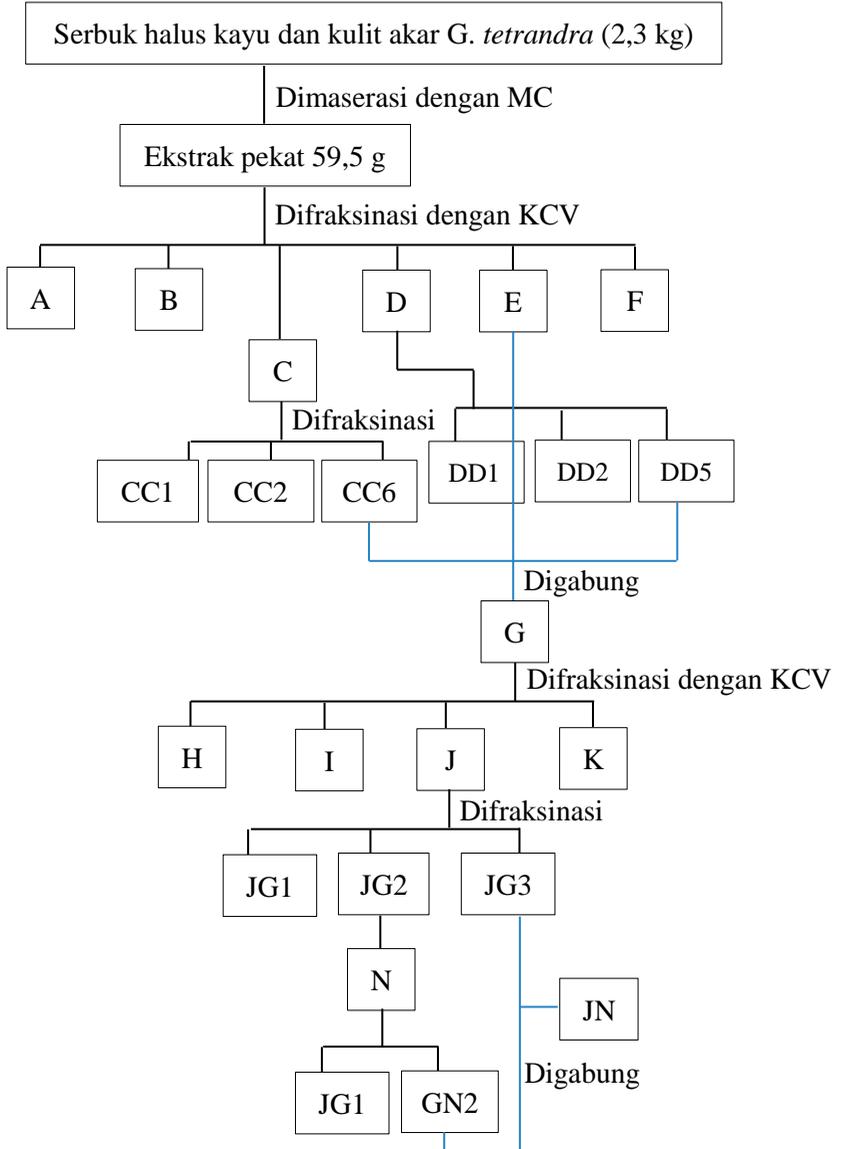
- Peres, V., & Nagem, T. J. (1997). Trioxigenated Naturally Occuring Xanthones. *Phytochemistry*, *44*, 191-214.
- Peres, V., Nagem, T., & Oliveira, F. (2000). Tetraoxygenated Naturally Occuring Xanthones. *Phytochemistry*, *64*, 976-979.
- Poole, C., & Salwa, K. (1991). *Chromatography Today*. Amsterdam: Elsevier Science Publisher.
- Purwaningsih, Y. (2006). *Dua Senyawa Santon Sebagai Anti Oksidan dari Kayu Batang Garcinia tetranda Pierre*. Surabaya: Kimia ITS.
- Risky, E., Siripong, P., & Khumkratok, S. (2016). New Depsidones and Xanthone From The Roots Of *Garcinia Schomburgkian*. *Fitoterapia*, *111*, 73-77.
- Riyanto, A. (2006). *Isolasi dan Uji Bakterial Senyawa Santon dari Kayu Akar Garcinia tetranda Pierre*. Surabaya: ITS.
- Rizani, N., & Ersam, T. (2006). Dua Senyawa Santon Diprenilasi dari Ekstrak Diklorometana Kulit Akar (*Garcinia tetranda Pierre*). *Prosiding Seminar Nasional Kimia* (hal. 370-378). Surabaya: Unesa.
- Sastrohamidjojo, H. (2002). *Kromatografi*. Yogyakarta: Liberty.
- Skoog, D., & West, D. (1980). *Principles of Instrumental Analysis* (Kedua ed.). Philadelphia: Saunders College.
- Sosef, M., Hong, L., & Prawirohatmodjo, S. (1998). *PROSEA (Plant Resources of South East Asia) Timbel trees: Lesser-known Timber*. Leyden: Backhuys.
- Suksamrarn, S., Suwannapoch, N., Phakhodee, W., Thanuhiranlert, J., Ratananukul, P., Chimnoi, N., & Suksamrarn, A. (2003). Antimycobacterial Activity of Prenylated Xanthones from The Fruits of *Garcinia Mangostana*. *J. Nat. Prod*, *65*, 761-763.
- Sultanbawa, M. (1980). Xanthonoids of tropical plants. *Tetrahedron*, *36*, 1465-1506.

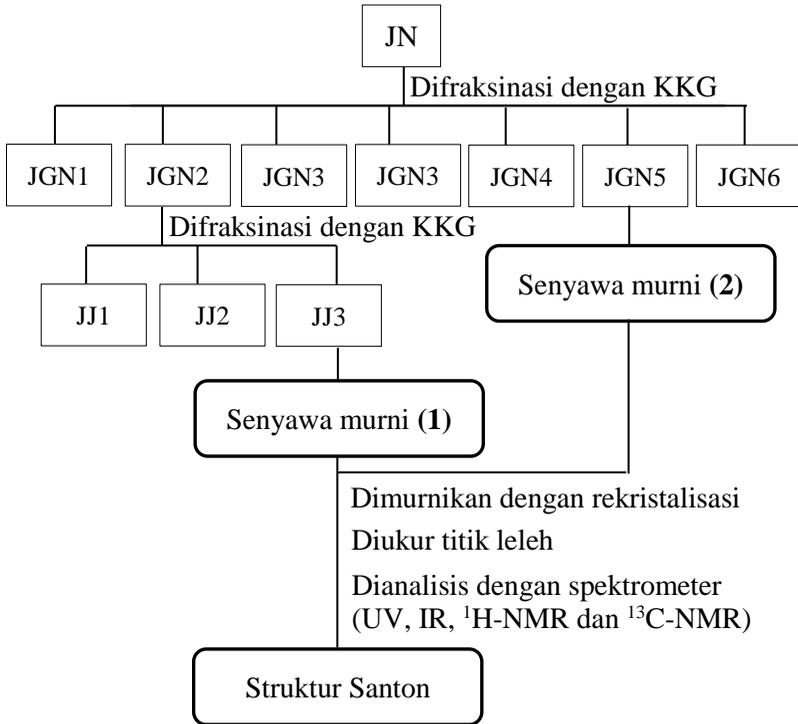
- Sumaryono, W. (1999). Produksi Metabolit Sekunder Tanaman Secara Bioteknologi. *Prosiding Seminar Nasional Kimia Bahan Alam*. Jakarta: Universitas Indonesia.
- Tanaka, N., Kashiwada, Y., Yong, S., & Takaishi, Y. (2009). Xanthenes From *Hypericum Chinense* and Their Cytotoxicity Evaluation. *Phytochemistry*, *70*, 1456-1461.
- Tang, Z., Xia, Z., Qiao, S., & Jiang, C. (2015). Four New Cytotoxic Xanthenes from *Garcinia nuijiangensis*. *Fitoterapia*, *102*, 109-1114.
- Underwood, A. L. (1978). *Analisis Kimia Kuantitatif* (6th ed.). Jakarta: Erlangga.
- Wijayanto, B. (2006). *Isolasi Santon Terprenilasi dari Fraksi Polar Diklorometana pada Ekstrak Metanol Kulit Batang Wadung*. Surabaya: ITS.
- Wijayanto, B., & Ersam, T. (2006). Isolasi 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-2-(3-metoksi-3-metilbut-1-enil)-8-prenilsanton dari Fraksi Polar Diklorometana pada Ekstrak Metanol Kulit Batang Wadung (*Garcinia tetranda* Pierre). *Prosiding Seminar Nasional Kimia* (hal. 114-122). Surabaya: Unesa.
- Won, H., Keun, J., Joo, H., Suk, Y., & Jung, S. (2011). - Glucosidase inhibition and antihyperglycemic activity of prenylated xanthenes from *Garcinia mangostana*. *Phytochemistry*, *72*, 2148-2154.
- Zhang, Y., Song, Z., & Hao, J. (2010). Two New Prenylated Xanthenes and A New Prenylated Tetrahydroxanthone from The Pericarp of *Garcinia mangostana*. *Fitoterapia*, *81*, 595-599.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

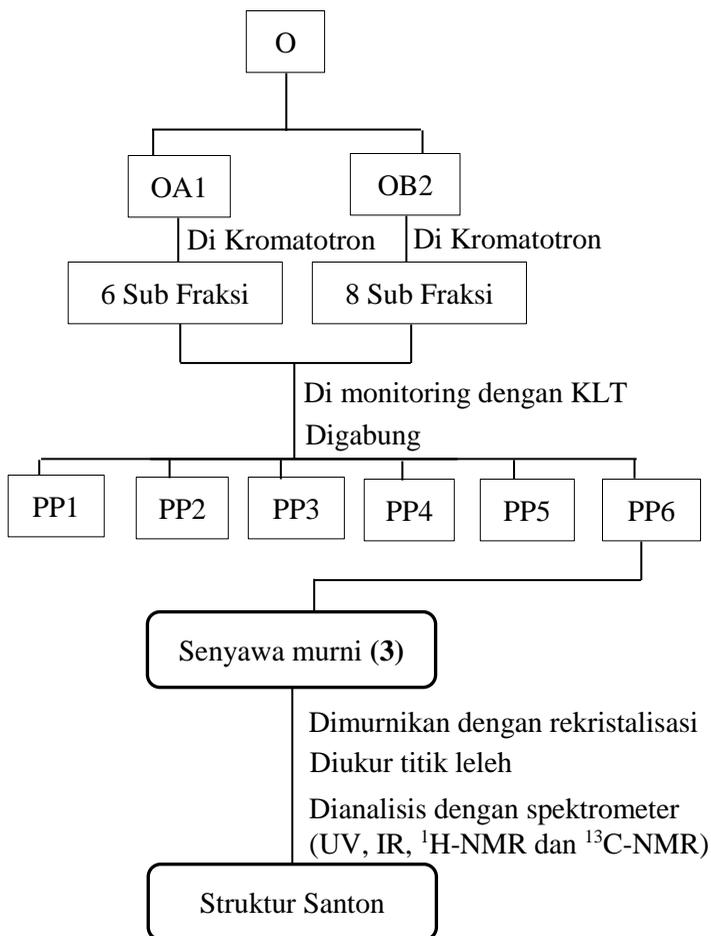
LAMPIRAN 1

1. Skema Kerja Isolasi Senyawa 1 dan Senyawa 2





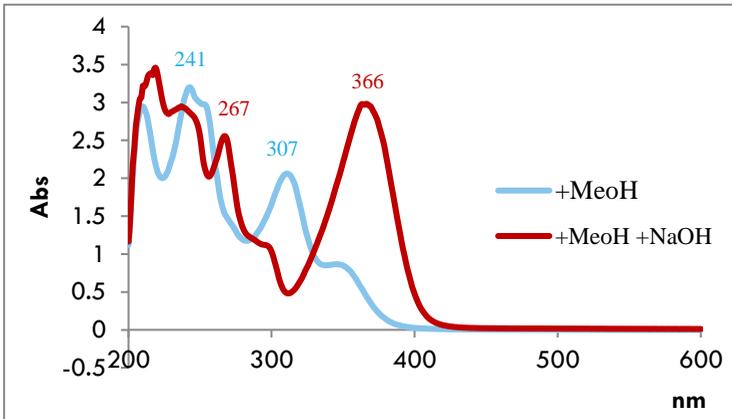
2. Skema Kerja Isolasi Senyawa 3



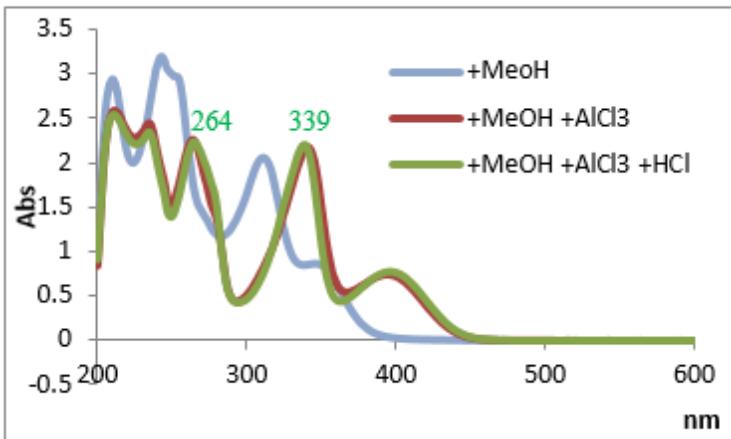
"Halaman ini sengaja dikosongkan"

LAMPIRAN 2

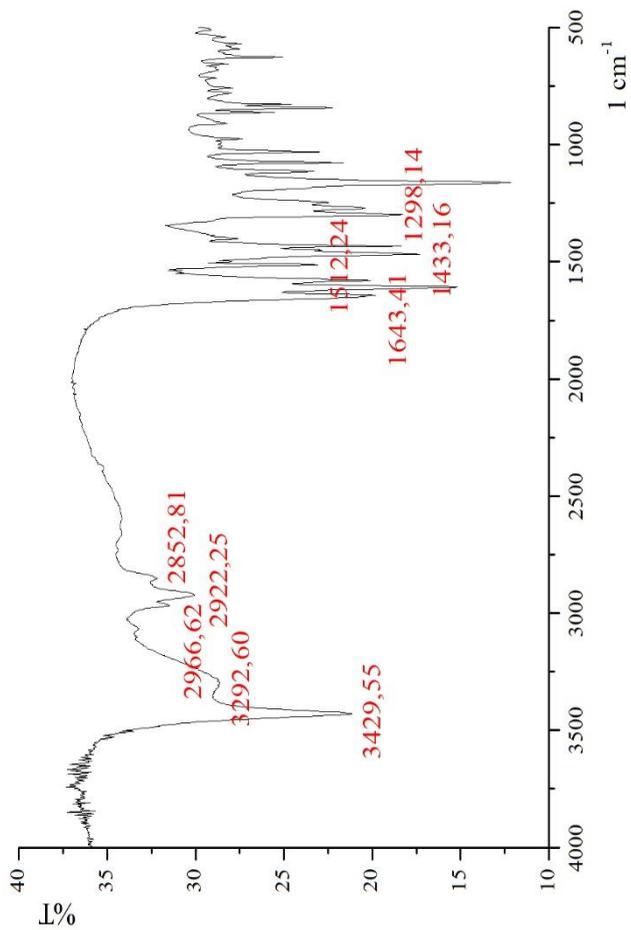
1. Data Korelasi $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$, spektrum UV, IR, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ senyawa (2)



Spektrum UV-Vis senyawa (2) dalam MeOH dan NaOH



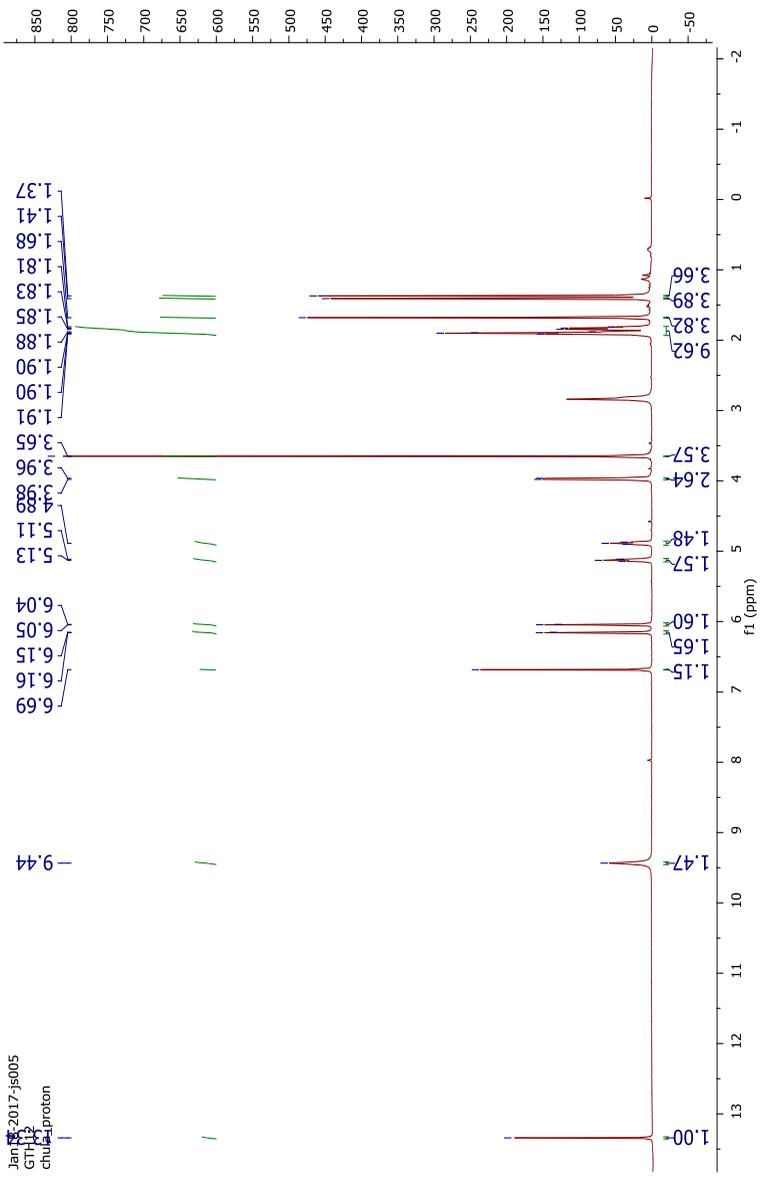
Spektrum UV-Vis senyawa (2) dalam AlCl₃ dan HCl



Spektrum IR senyawa (2) dalam pelet KBr

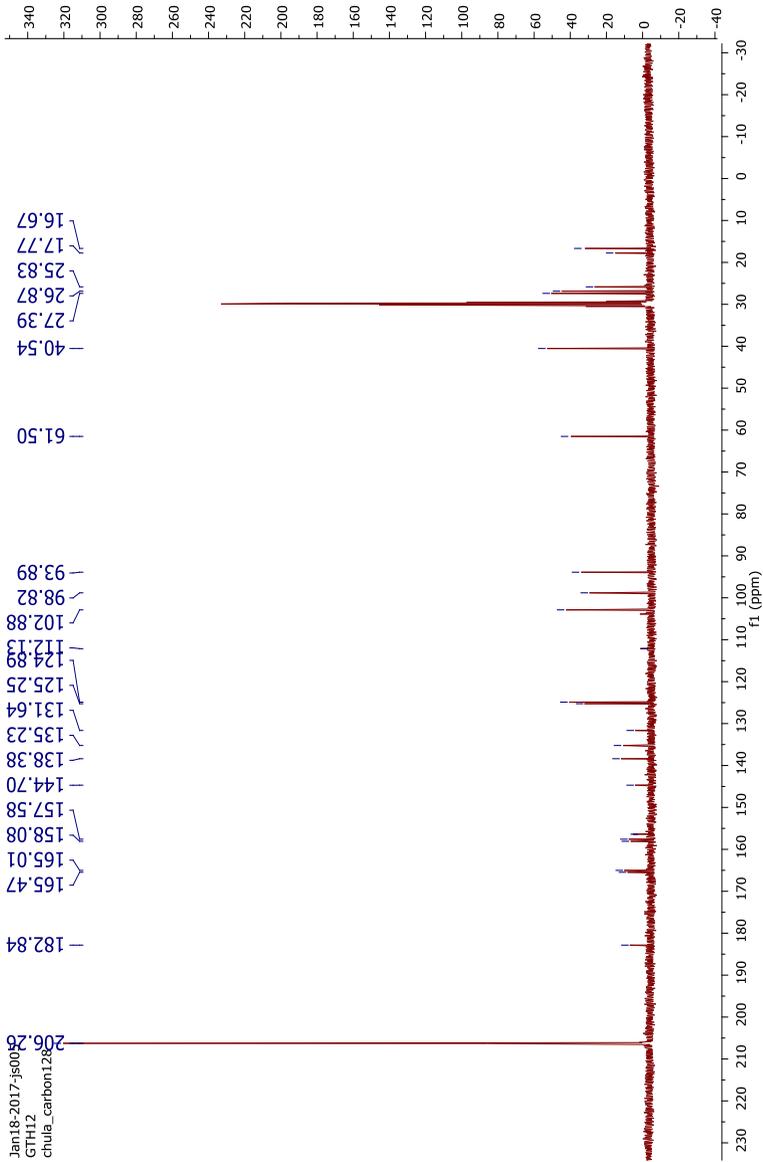
Tabel Perbandingan spektrum $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ dalam CD_3OD antara senyawa (3) dan Maclurasanton

Posisi C	Senyawa (2)		Rubrasanton	
	$^{13}\text{C NMR}$	$^1\text{H NMR}$	$^{13}\text{C NMR}$	$^1\text{H NMR}$
1	165,38		165,4	
2	98,82	6.04 (d, $J = 2.0$ Hz)	98,8	6,19 (d, $J = 2$ Hz)
3	164,92	-	164,9	
4	93,89	6.16 (d, $J = 2.0$ Hz)	93,8	6,29 ($J=2$ Hz)
4a	156,31	-	156,3	-
5	102,88	6,69 (1H, s)	102,8	6,81 (1H,s)
5a	156,31	-	156,6	-
6	157,5	-	157,5	-
7	144,70	-	144,7	-
8	138,38	-	138,3	-
8a	112,13	-	112,0	-
9	182,75	-	182,7	-
9a	103,79	-	103,0	-
1'	27,39	3.97 (d, $J = 8.0$ Hz)	27,3	4,12 (d, $J = 7$ Hz)
2'	24,89	5,13 (1H, t, $J = 8,0$ Hz)	124,8	5,29 (1H,t, $J = 7$ Hz)
3'	135,23	-	135,1	-
4'	40,54	1,88 (4H, m)	40,2	
5'	26,87	1,88 (4H, m)	26,8	
6'	125,89	4,89 (1H, t, $J=6,3$ Hz)	125,2	5,05 (1H,m)
7'	131,64	-	131,5	-
8'	25,83	1.37 (3H,s).	25,8	1,57 (3H, s)
9'	17,77	1.41 (3H,s)	17,7	17,7
10'	16,67	1.68 (3H,s)	16,6	1,83 (3H,s)
7-OMe	61,50	3,65 (3H, s)	61,4	3,80 (3H,s)
1-OH		13.34 (1H, s)		13,38 (1H,s)



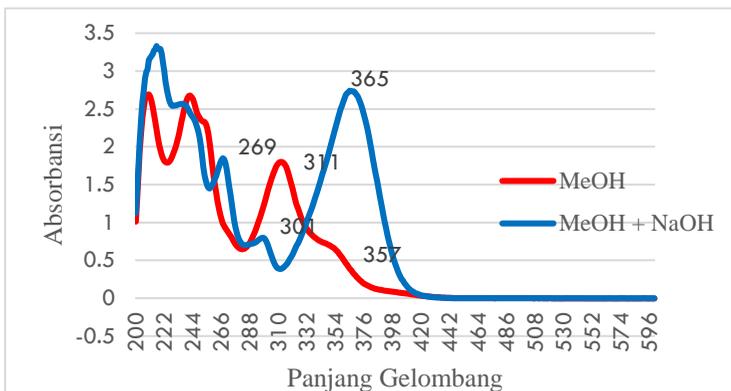
Spektrum ¹H-NMR senyawa (2) dalam CD₃OD

Jan 17, 2017, js005
 CTH131
 chulab-pronton

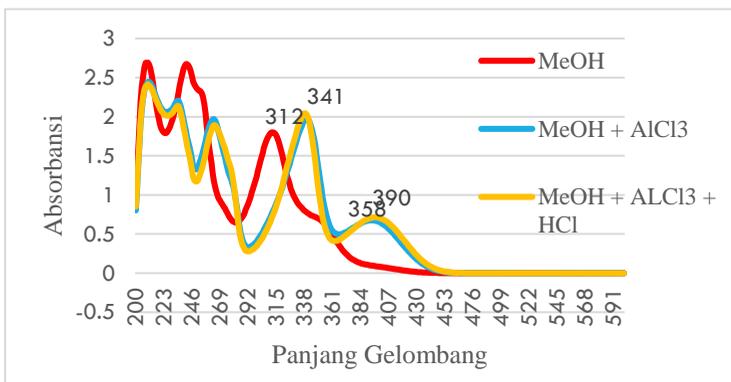


Spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ senyawa (**2**) dalam CD_3OD

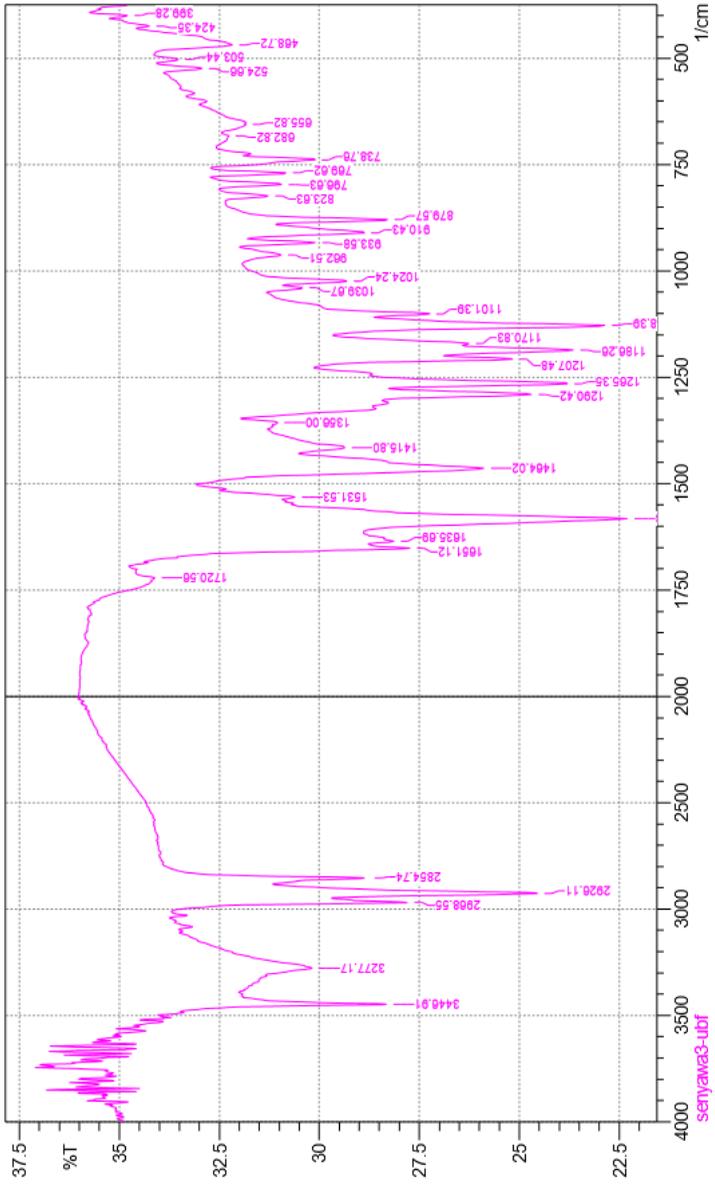
2. Data Korelasi $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$, spektrum UV, IR, $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ senyawa (3)



Spektrum UV-Vis senyawa (3) dalam MeOH dan NaOH



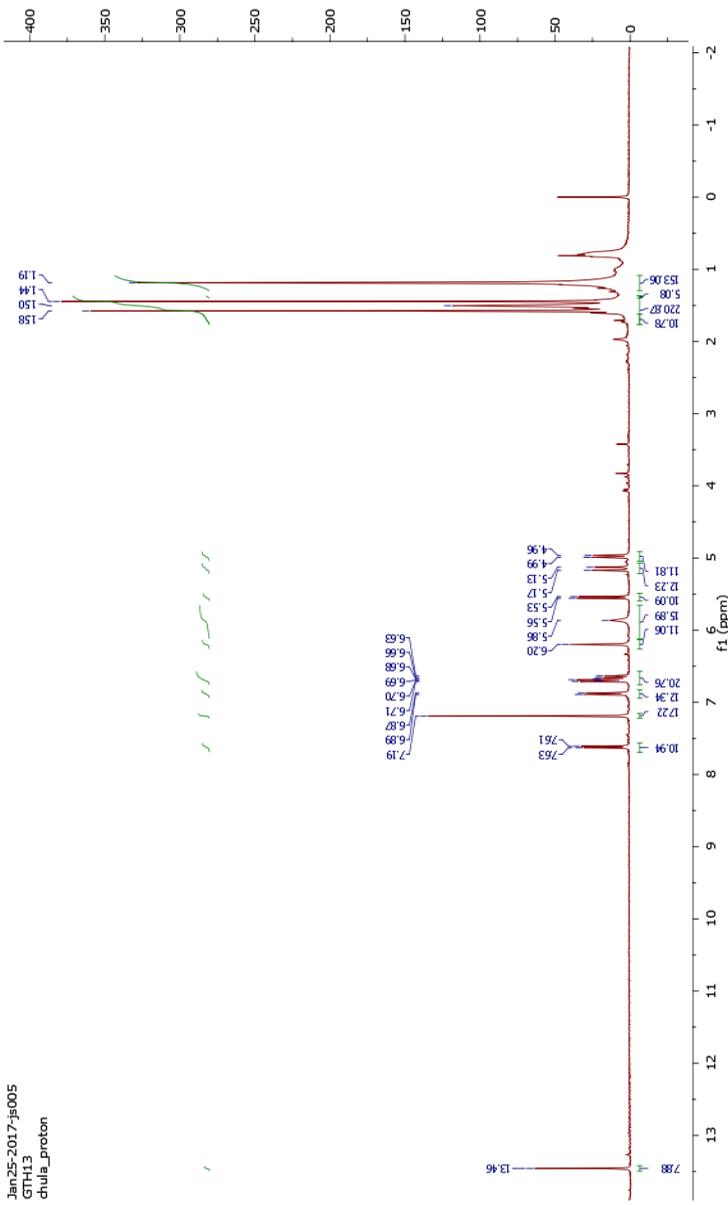
Spektrum UV-Vis senyawa (3) dalam AlCl₃ dan HCl



Spektrum IR senyawa (3) dalam pelet KBr

Tabel Perbandingan spektrum $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ dalam CDCl_3 antara senyawa (**3**) dan Maclurasanton

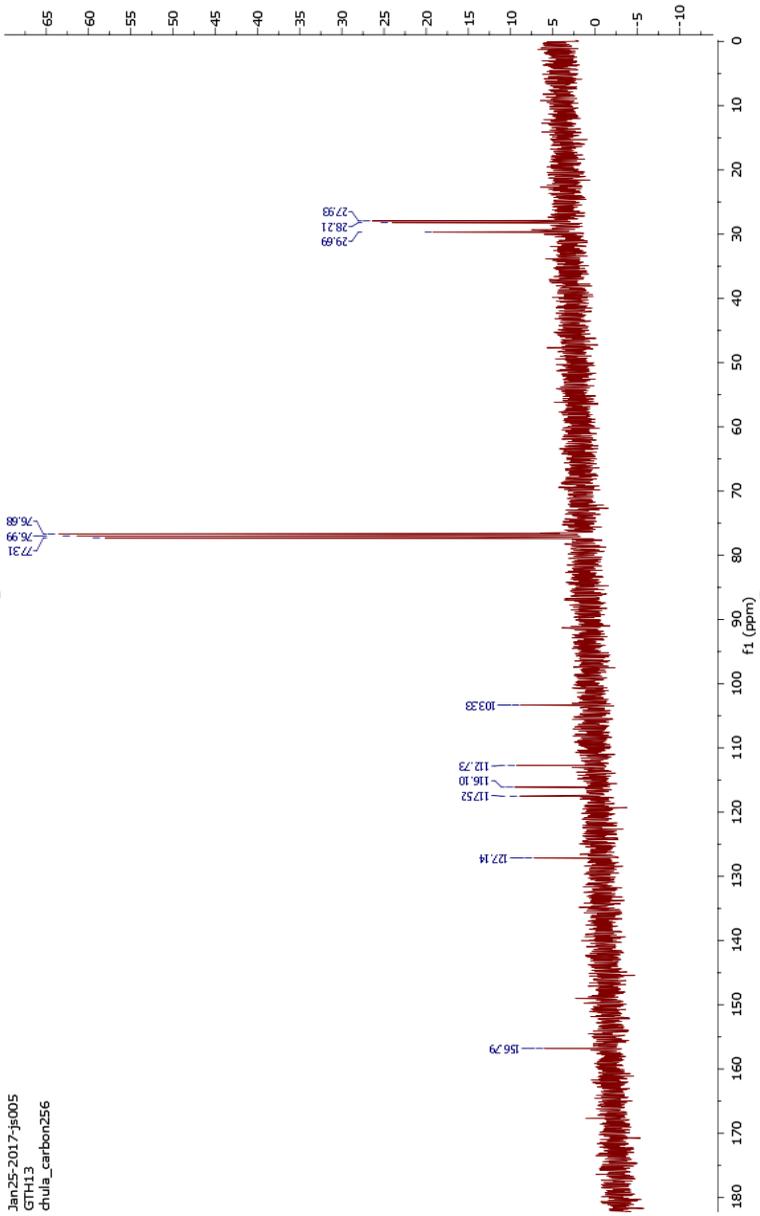
Posisi C	Maclurasanton		Senyawa (3)	
	$^{13}\text{C-NMR}$	$^1\text{H-NMR}$	$^{13}\text{C-NMR}$	$^1\text{H-NMR}$
1	157,3	13,9 (1H,s)	157,76	13,53 (1H, s)
2	105,7		105,71	
3	156		156,95	
4	114,2		114,45	
4a	159,1		159,3	
4b	133,7		134,35	
5	150,6		150,67	
6	151,9		151,17	
7	113,7	6,88 (1H, d, J=9 Hz)	112,89	6,95 (1H, d, J = 8,8 Hz)
8	117,1	7,65 (1H, d, J=9 Hz)	117,68	7,69 (1H, d, J = 8,8 Hz)
8a	114,3		114,96	
9	180,9		180,81	
9a	103,1		103,63	
11	116,1	6,69 (1H, d, J = 10 Hz)	116,71	6,77 (1H, d, J = 10 Hz)
12	128,2	5,55 (1H, d, J = 10 Hz)	128,52	5,62 (1H, d, J = 10 Hz)
13	78,9		78,42	
14	27,9	1,4 (6H, s)	28,10	1,51 (6H, s)
15	27,9	1,4 (6H, s)	28,10	1,51 (6H, s)
16	41,3		41,61	
17	28,5	1,65 (6H, s)	29,85	1,65 (6H, s)
18	28,5	1,65 (6H, s)	29,85	1,65 (6H, s)
19	152,7	6,65 (1H, dd, J=17,4 Hz)	152,93	6,73 (1H, dd, J = 17,5 Hz)
20	107,4	4,95 (1H, d, J=10 Hz cis) 5,1 (1H, d, 17,4 Hz trans)	107,54	5,05 (1H, d, J = 10,6 Hz) 5,22 (1H, d, J = 17,5 Hz)



Jan 25-2017-jr005
 GTH113
 dhulia_pretan

Spektrum ¹H-NMR senyawa (3) dalam CDCl₃

Jan25-2017-js005
GTH13
dhula_carbon256



Spektrum ^{13}C -NMR senyawa (3) dalam CDCl_3

LAMPIRAN 3

Surat keterangan Identifikasi tumbuhan dari *Garcinia tetrandra* Pierre



LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA
(INDONESIAN INSTITUTE OF SCIENCES)
UPT BALAI KONSERVASI TUMBUHAN
KEBUN RAYA PURWODADI
Jl. Raya Surabaya - Malang Km. 65 Purwodadi - Pasuruan 67163
Telp. (+62 343) 615033, Faks. (+62 341) 4266046
website : <http://www.kr.purwodadi.lipi.go.id>



SURAT KETERANGAN IDENTIFIKASI

No. ~~250~~ /IPH.6/HM/II/2017

Kepala UPT Balai Konservasi Tumbuhan Kebun Raya Purwodadi dengan ini menerangkan bahwa material tanaman yang dibawa oleh :

Ahmad Ubaidillah Ihsany, NRP : 1413 100 073

Mahasiswa Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Institut Teknologi Sepuluh Nopember, datang di UPT Balai Konservasi Tumbuhan Kebun Raya Purwodadi pada tanggal 10 Februari 2017, berdasarkan hasil identifikasi/determinasi spesimen herbarium, dan koleksi kebun serta menurut buku, An Alphabetical List of Plant Species Cultivated in The Purwodadi Botanic Garden, tahun 2013

nama ilmiahnya adalah :

Genus : *Garcinia*
Species : *Garcinia tetrandra* Pierre

Adapun menurut buku An Integrated System of Classification of Flowering plants, karangan Arthur Cronquist tahun 1981, halaman XVI klasifikasinya adalah

sebagai berikut :

Divisio : *Magnoliophyta*
Class : *Magnoliopsida*
Subclass : *Dilleniidae*
Ordo : *Theales*
Family : *Clusiaceae*

Demikian surat keterangan ini dibuat untuk dapat dipergunakan sebagaimana mestinya.

Purwodadi, 17 Februari 2017

An. Kepala

Kepala Seksi Eksplorasi dan Koleksi Tumbuhan



Deden Mudiarta, S.Hut, M.Si

"Halaman ini sengaja dikosongkan"

BIODATA PENULIS



Penulis bernama Ahmad Ubaidillah Ihsany dilahirkan di Bangkalan, 26 Oktober 1994 merupakan anak pertama dari tiga bersaudara dari pasangan Fathorrhakman dan Siti Zaliha. Penulis telah menempuh Pendidikan formal yaitu di SDN Bancaran 01, SMPN 1 Bangkalan dan SMAN 3 Pamekasan. Setelah lulus dari SMAN 3 Pamekasan tahun 2013, penulis diterima di Jurusan Kimia FMIPA ITS melalui jalur SBMPTN dan terdaftar dengan NRP 1413 100 073. Selama menempuh pendidikan di ITS penulis aktif dalam berbagai kepanitiaan dan organisasi mahasiswa diantaranya yaitu staf Departemen Hubungan Luar Himpunan Mahasiswa Kimia 2014-2015 dan sebagai kepala Departemen Hubungan Luar Himpunan Mahasiswa Kimia 2015-2016. Penulis pernah menempuh kerja praktik di PT. Pertamina Direktorat Pengolahan Research dan Development pada Juli 2016. Dalam menyelesaikan tugas akhir, penulis mengambil bidang Kimia Organik Bahan Alam. Penulis dapat dihubungi melalui email ahmadubaidillahisany@gmail.com.

"Halaman ini sengaja dikosongkan"