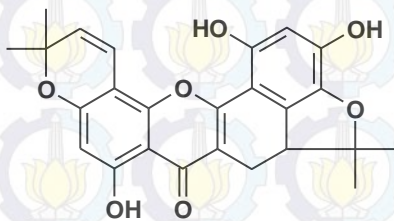


# Senyawa Sikloartobiloksanton dari Kulit Akar *Artocarpus elasticus*

Ika Febriana Syafitri dan Taslim Ersam  
Jurusan Kimia, Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam  
Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)  
Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111  
E-mail: paktichem@gmail.com

**Abstrak**—Senyawa sikloartobiloksanton (**1**) telah berhasil diisolasi dari kulit akar *Artocarpus elasticus* yang berasal dari Pulau Flores NTT. Senyawa berupa padatan kuning dengan titik leleh 205-207°C. Penentuan struktur senyawa dilakukan menggunakan analisis UV, IR, <sup>1</sup>H dan <sup>13</sup>C-NMR, dan perbandingan senyawa. Senyawa tersebut merupakan senyawa santon turunan flavonoid yang pernah dilaporkan sebelumnya.



**Kata Kunci**—*Artocarpus elasticus*, Sikloartobiloksanton

## I. PENDAHULUAN

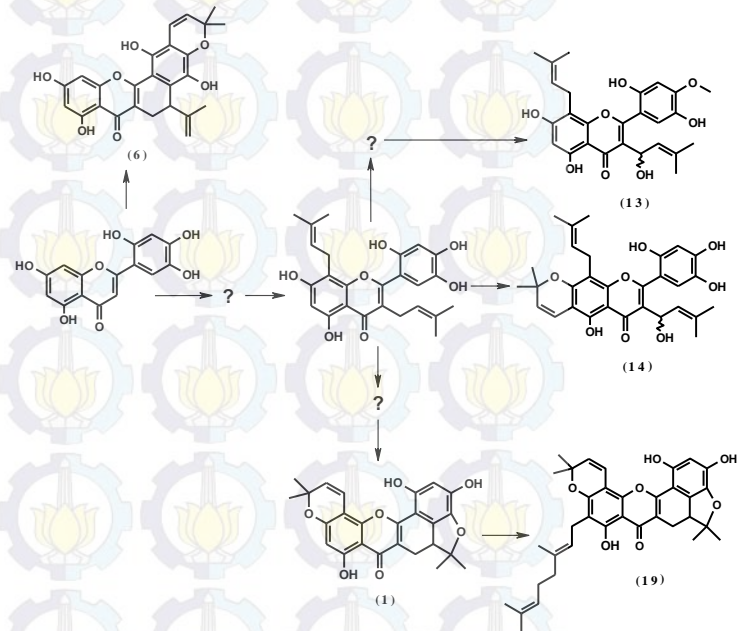
Indonesia merupakan negara tropis yang memiliki hutan sangat luas dan menjadi salah satu dari tujuh negara megabiodiversity kedua setelah Brazilia karena kaya keanekaragaman hayatinya. Ilmu pengetahuan dan teknologi saat ini telah banyak dikembangkan untuk mendukung sarana kesehatan dengan menggunakan tumbuhan sebagai obat karena kandungan senyawa kimianya yang memiliki berbagai macam khasiat. Tumbuhan hutan tropis digunakan sebagai sumber senyawa kimia hasil metabolit primer dan metabolit sekunder. Salah satu famili tumbuhan tropis yang tersebar luas adalah famili Moraceae. Moraceae terdiri dari 40 genus dan lebih dari 3000 spesies, salah satu genus yang banyak dilaporkan mempunyai manfaat sebagai tumbuhan obat adalah genus *Artocarpus* [1].

Genus *Artocarpus* dapat digunakan sebagai sumber metabolit sekunder seperti flavonoid, calcon, santon, dan arilbenzofuan. Beberapa penelitian telah melaporkan senyawa tersebut mempunyai sifat sitotoksik, antiproliferatif, antimalaria, antiinflamasi, dan lainnya [2][3][4][5][6]. Buah, akar, batang, dan daunnya dapat digunakan sebagai obat tradisional yaitu malaria, liver, hipertensi, dan diabetes [7][8].

Spesies-spesies dalam satu genus memiliki afinitas kimia yang sama. Afinitas kimia ini adalah kemampuan untuk membentuk suatu senyawa kimia yang identik atau khas. Pada setiap bagian tumbuhan menghasilkan kandungan senyawa kimia yang berbeda. Kandungan kimia yang berbeda dipengaruhi oleh perbedaan lingkungan hidup dari setiap tumbuhan. Lingkungan akan mempengaruhi produksi

metabolit sekunder pada tiap bagian tumbuhan yang digunakan sebagai usaha pertahanan diri [9].

Penelitian yang telah ada dari spesies *A. elasticus* melaporkan beberapa senyawa yang dapat disusun menjadi jalur biogenesis senyawa flavonoid (Gambar 1). Senyawa-senyawa tersebut yaitu artelastisin (**6**), artelastoheterol (**13**), artelasticinol (**14**), sikloartobiloksanton (**19**), sikloartelastosantendiol (**18**), dan sikloartelastosanton (**20**) [10][11].



Gambar 1. Biogenesis beberapa senyawa flavonoid hasil isolasi dari *A. elasticus*

Berdasarkan jalur biogenesis tersebut masih terdapat kemungkinan diperoleh senyawa flavonoid baru. Oleh karena itu, perlu dilakukan penelitian tentang isolasi senyawa metabolit sekunder khususnya senyawa flavonoid dari tumbuhan *A. elasticus* dari Pulau Flores, Nusa Tenggara Timur (NTT).

## II. METODOLOGI PENELITIAN

### A. Uji Pendahuluan

Sampel yang akan digunakan untuk isolasi senyawa adalah kulit tumbuhan *A. elasticus* yang berasal dari Pulau Flores, Nusa Tenggara Timur (NTT). Sampel dikeringkan beberapa hari kemudian digiling hingga menjadi serbuk halus



yang siap diekstraksi. Uji pendahuluan dilakukan dengan dengan cara mengekstraksi serbuk kering kulit akar tumbuhan *A. elasticus* sebanyak 5 g dengan pelarut organik yang berbeda masing-masing 20 mL *n*-heksana, metilen klorida, etil asetat, dan metanol selama 24 jam. Hasil ekstraksi diamati dengan menggunakan KLT. Berdasarkan penampakan noda KLT dapat disimpulkan bahwa pelarut yang tepat untuk maserasi adalah pelarut metanol.

#### B. Ekstraksi

Sampel kering kulit akar *A. elasticus* sebanyak 5 Kg dimaserasi selama 2 x 24 jam menggunakan pelarut metanol sebanyak 20 L. Setiap 24 jam sekali hasil ekstrak diambil dan diganti menggunakan pelarut metanol yang baru serta dimonitoring dengan KLT untuk mengetahui konsentrasi senyawa yang telah terekstrak. Hasil ekstrak metanol berwarna coklat kemudian disaring untuk mendapatkan ekstrak cair yang terpisah dari residu. Selanjutnya ekstrak metanol cair hasil maserasi dihilangkan pelarutnya dengan *rotary vacuum evaporator* sehingga didapat ekstrak pekat berwarna coklat.

#### C. Fraksinasi dan Pemurnian

Prosedur Penelitian yang digunakan adalah prosedur standar isolasi bahan alam dengan variasi kenaikan kepolaran pelarut. Ekstrak pekat metanol kulit akar *A. elasticus* sebanyak 46,3226 g difraksinasi menggunakan metode kromatografi cair vakum (KCV) dengan pelarut metilen klorida 100%, metanol:metilen klorida (5%, 10%, 15%). Proses dimonitoring KLT dengan eluen metanol:metilen klorida 5% dan 10%. Dari KCV, dihasilkan 4 fraksi gabungan yaitu A (2,2349 g), B (0,7867 g), C (1,4037 g), dan D (2,5115 g). Fraksi B dan C digabungkan dan selanjutnya difraksinasi menggunakan metode KCV dengan pelarut etil asetat:*n*-heksana (15%, 25%, 35%) dan metanol:metilen klorida (1%, 2%, dan 5%). Proses dimonitoring KLT dengan eluen metanol:metilen klorida 5% dan dihasilkan lima subfraksi gabungan yaitu F (0,5682 g), G (0,3322 g), H (0,2505 g), I (0,5265 g), dan J (0,4803 g). Subfraksi H dan I digabungkan dan kemudian difraksinasi menggunakan metode kromatografi kolom gravitasi (KKG) dengan pelarut metanol 1%:metil klorida/*n*-heksana (2:1). Proses dimonitoring KLT dengan eluen metanol:metilen klorida 5% dan diperoleh lima subfraksi yaitu HI<sub>1</sub> (15,2 mg), HI<sub>2</sub> (3,9 mg), HI<sub>3</sub> (61,9 mg), HI<sub>4</sub> (31,8 mg), dan HI<sub>5</sub> (13,6 mg). Subfraksi HI<sub>2</sub>-HI<sub>4</sub> digabungkan dan ditambahkan *n*-heksana, sehingga diperoleh endapan subfraksi Y (73,9 mg). Selanjutnya endapan yang diperoleh direkristalisasi dengan metilen klorida dan *n*-heksana dan didapatkan subfraksi Y<sub>R</sub> (40,7 mg). Subfraksi Y<sub>R</sub> difraksinasi menggunakan metode KLTP dengan eluen etil asetat:*n*-heksana 30% dan diperoleh subfraksi Y<sub>3</sub> seberat 14,2 mg. Subfraksi Y<sub>3</sub> diuji tiga eluen yaitu metanol:metilen klorida 5%, etil asetat:metilen klorida 20%, etil asetat:*n*-heksana 70%.

#### D. Pengujian Spektrofotometer UV-Vis

Subfraksi Y<sub>3</sub> yang berhasil diisolasi diambil 1 mg dan dilarutkan pada 10 mL metanol pa. Metanol pa diambil 2 mL dan dimasukkan ke dalam kuvet yang digunakan sebagai larutan blanko, kemudian larutan sampel diperlakukan dengan cara yang sama. Sampel diukur absorbansinya dengan

spektrofotometer UV-Vis *GENESYS 10S* pada  $\lambda$  200-600 nm. Kemudian larutan sampel ditambahkan pereaksi geser NaOH 3 tetes diukur absorbansinya. Setelah itu sampel yang baru ditambahkan AlCl<sub>3</sub> 6 tetes, diukur absorbansinya dan selanjutnya dikeluarkan ditambahkan HCl 3 tetes dan diukur absorbansinya kembali. Selanjutnya sampel baru ditambahkan CH<sub>3</sub>COONa, diukur absorbansi dan kemudian ditambah H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> dan diukur absorbansinya kembali.

#### E. Pengujian Spektrofotometer IR

Subfraksi Y<sub>3</sub> yang berhasil diisolasi diambil 1 mg. Ditambahkan KBr dan digerus sampai sampai homogen. Campuran ini dibuat pelet dengan ketebalan  $\pm$  1 mm. Pelet berisi sampel ini kemudian diukur serapannya pada bilangan gelombang 400-4000 cm<sup>-1</sup>. Spektrum yang terbentuk menunjukkan serapan bilangan gelombang terhadap transmiansi (%T). Spektrofotometer IR yang digunakan adalah spektrofotometer IR *Shimadzu*.

#### F. Pengujian Spektrometer NMR

Analisis spektrometer NMR dilakukan menggunakan peralatan spektrometer NMR *AGILENT* 500 MHz. Sampel sebanyak 20 mg dilarutkan dalam pelarut dimetil sulfoksida (DMSO). Larutan sampel kemudian diinjeksikan ke dalam tabung injection dan dianalisis untuk mengetahui spektra <sup>1</sup>H-NMR (500 MHz) dan <sup>13</sup>C-NMR (125 MHz).

### III. HASIL DAN PEMBAHASAN

#### A. Uji Pendahuluan

Uji pendahuluan bertujuan untuk menentukan pelarut yang tepat dalam proses ekstraksi yaitu mampu mengekstrak dengan sempurna senyawa-senyawa pada sampel. Uji pendahuluan dilakukan dengan dengan cara mengekstraksi serbuk kering kulit akar tumbuhan *A. elasticus* sebanyak 5 g dengan pelarut organik yang berbeda masing-masing 20 mL *n*-heksana, metilen klorida, etil asetat, dan metanol selama 24 jam. Hasil ekstraksi diamati dengan menggunakan KLT, untuk melihat profil noda pada senyawa dilakukan dengan menyempromtkan serum sulfat ke noda lalu dipanaskan dalam oven. Berdasarkan penampakan noda KLT dapat disimpulkan bahwa pelarut yang tepat untuk maserasi adalah pelarut metanol karena senyawa-senyawa target isolasi terekstrak dengan baik dibandingkan dengan metilen klorida, *n*-heksana, dan etil asetat.

#### B. Ekstraksi

Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi. Metode maserasi adalah satu metode yang efektif dan efisien dalam proses ekstraksi sampel. Sampel kering kulit akar *A. elasticus* sebanyak 5 kg dimaserasi selama 2 x 24 jam menggunakan pelarut metanol sebanyak 20 L. Setiap 24 jam sekali hasil ekstrak diambil dan diganti menggunakan pelarut metanol yang baru serta dimonitoring dengan KLT untuk mengetahui konsentrasi senyawa yang telah terekstrak. Hasil ekstrak metanol berwarna coklat kemudian disaring untuk mendapatkan ekstrak cair yang terpisah dari residu. Selanjutnya ekstrak metanol cair hasil maserasi dihilangkan pelarutnya dengan *rotary vacuum evaporator* sehingga didapat ekstrak pekat berwarna coklat.



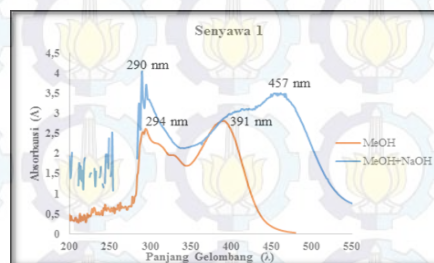
### C. Fraksinasi dan Pemurnian

Fraksinasi dilakukan beberapa tahap. Pertama, ekstrak pekat metanol kulit akar *A. elasticus* sebanyak 46,3226 g difraksinasi menggunakan metode kromatografi cair vakum (KCV) dengan peningkatan kepolaran pelarut yaitu metilen klorida 100%, metanol:metilen klorida (5%, 10%, 15%). Proses dimonitoring KLT menggunakan penampak noda larutan Serium Sulfat ( $\text{CeSO}_4$ ) dengan eluen metanol:metilen klorida 5% dan 10%. Dari KCV, dihasilkan 4 fraksi gabungan yaitu A (2,2349 g), B (0,7867 g), C (1,4037 g), dan D (2,5115 g). Metode kromatografi cair vakum (KCV) ini dipilih karena dapat digunakan untuk pemisahan sampel dalam jumlah cukup besar dalam waktu singkat. Prinsip dasar dari KCV adalah berdasarkan absorpsi dan partisi. Kolom diisi dengan fase diam dan divakumkan dengan pompa vakum agar eluen sebagai fase gerak dapat turun mengelusi komponen kimia sehingga keluar menjadi fraksi-fraksi yg lebih sederhana. Fase diam yang digunakan dalam metode ini adalah silika gel. Pemilihan pelarut yang digunakan sebagai fase gerak dalam fraksinasi ini dilakukan dengan metode. Pelarut yang digunakan dalam fraksinasi ini adalah pelarut yang mampu menunjukkan pemisahan yang terbaik terhadap senyawa-senyawa dalam sampel. Pengelompokan fraksi dilakukan sesuai dengan kesamaan  $R_f$  noda di KLT, vial yang mengandung senyawa dengan  $R_f$  noda yang sama digabungkan menjadi satu fraksi. Gabungan fraksi diuapkan menggunakan *rotary evaporator*. Kemudian, fraksi B dan C digabungkan dan selanjutnya difraksinasi menggunakan metode KCV dengan peningkatan kepolaran pelarut yaitu etil asetat:*n*-heksana (15%, 25%, 35%) dan metanol:metilen klorida (1%, 2%, dan 5%). Proses dimonitoring KLT dengan eluen metanol:metilen klorida 5% dan dihasilkan lima subfraksi gabungan F (0,5682 g), G (0,3322 g), H (0,2505 g), I (0,5265 g), dan J (0,4803 g). Selanjutnya, subfraksi H dan I digabungkan dan kemudian difraksinasi menggunakan metode kromatografi kolom gravitasi (KKG) dengan pelarut metanol 1%:metil klorida/*n*-heksana (2:1). Metode KKG yang digunakan adalah metode basah. Metode kromatografi kolom gravitasi (KKG) dipilih untuk jumlah sampel yang lebih sedikit dan untuk pemisahan yang lebih baik. Prinsip dari metode ini adalah berdasarkan gaya berat atau gravitasi. Aliran pelarut sebagai fase gerak disebabkan oleh adanya gaya berat atau didorong dengan tekanan. Silika gel dimasukkan ke dalam kolom dan eluen yang akan digunakan dimasukkan secara kontinyu sedikit demi sedikit dengan keadaan kolom yang mampat. Sampel dimasukkan dengan dilarutkan dalam pelarut sampai diperoleh kelarutan yang spesifik. Kecepatan tetesan dan penambahan eluen diatur agar tetesan yang keluar secara kontinyu. Tetesan yang keluar ditampung sebagai fraksi-fraksi. Proses dimonitoring KLT dengan eluen metanol:metilen klorida 5% dan diperoleh lima subfraksi yaitu  $\text{HI}_1$  (15,2 mg),  $\text{HI}_2$  (3,9 mg),  $\text{HI}_3$  (61,9 mg),  $\text{HI}_4$  (31,8 mg), dan  $\text{HI}_5$  (13,6 mg). Subfraksi  $\text{HI}_2$ - $\text{HI}_4$  digabungkan dan ditambahkan *n*-heksana, sehingga diperoleh endapan subfraksi Y (73,9 mg). Uji kelarutan dilakukan dengan menggunakan empat macam pelarut hasilnya larut sebagian pada *n*-heksana dan larut sempurna pada metilen klorida, etil asetat dan metanol. Uji kelarutan ini dilakukan sebagai referensi yang digunakan dalam penentuan pelarut untuk rekristalisasi dan analisis penentuan struktur.

Selanjutnya endapan yang diperoleh direkristalisasi dengan metilen klorida dan *n*-heksana dan didapatkan subfraksi  $\text{Y}_R$  (40,7 mg). Subfraksi  $\text{Y}_R$  difraksinasi menggunakan metode KLTP dengan eluen etil asetat:*n*-heksana 30% dan diperoleh subfraksi murni  $\text{Y}_3$  berbentuk padatan berwarna kuning seberat 14,2 mg. Subfraksi  $\text{Y}_3$  diuji kemurniannya dengan KLT tiga eluen yaitu metanol:metilen klorida 5%, etil asetat:metilen klorida 20%, etil asetat:*n*-heksana 70% dan uji titik leleh, sehingga diperoleh titik leleh 205-207 °C.

### D. Penentuan Struktur

Subfraksi  $\text{Y}_3$  berupa padatan berwarna kuning dengan massa 14,2 mg dan titik leleh 205-207°C. Subfraksi  $\text{Y}_3$  selanjutnya disebut senyawa (1). Hasil spektrum UV menggunakan rentang panjang gelombang 200-550 nm memberikan 2 puncak serapan yaitu pada 294 nm dan 391 nm. Panjang gelombang 294 nm menunjukkan adanya eksitasi elektron dari  $\pi \rightarrow \pi^*$  yang merupakan kromofor khas untuk suatu sistem ikatan rangkap terkonjugasi ( $-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{C}-$ ) dari suatu senyawa aromatik. Sedangkan panjang gelombang 391 nm menunjukkan adanya eksitasi elektron dari  $n \rightarrow \pi^*$  yang memperlihatkan adanya sistem terkonjugasi dari suatu heteroatom dengan ikatan rangkap terkonjugasi ( $-\text{C}=\text{C}-\text{C}=\text{O}$ ). Berdasarkan hal tersebut diatas, dapat disarankan bahwa senyawa (1) memiliki sistem aromatik dan karbonil terkonjugasi yang khas untuk kerangka flavonoid [12]. Untuk mengetahui apakah ada gugus hidroksi yang tersubstitusi pada posisi *orto* atau para maka dilakukan pengujian menggunakan pereaksi geser UV yaitu NaOH,  $\text{AlCl}_3$ , dan HCl.

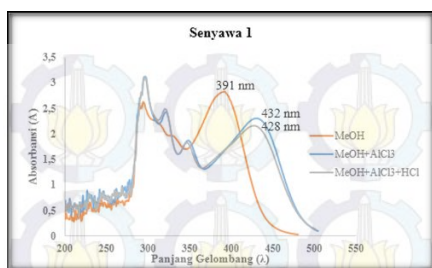


Gambar 2. Spektrum UV senyawa (1) pada MeOH dan MeOH+NaOH

Selanjutnya dengan penambahan basa (NaOH) sebagai pereaksi geser menyebabkan pergeseran batokromik pada pita I sebesar 66 nm dari panjang gelombang 391 nm menjadi 457 nm (Gambar 2). Hal ini menunjukkan adanya gugus penarik elektron ( $\text{C}=\text{O}$ ) yang terletak pada posisi para dengan gugus pendorong elektron ( $-\text{OH}$ ) dan mengalami kesetimbangan keto-enol. Peristiwa ini menunjukkan adanya suatu senyawa fenolat [13].

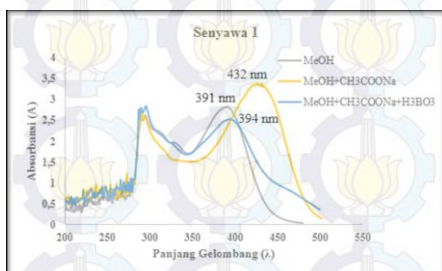
Penambahan  $\text{AlCl}_3$  pada senyawa (1) (Gambar 3) menyebabkan pergeseran batokromik pada pita I spektrum UV sebesar 43 nm dari 391 nm menjadi 432 nm. Adanya efek batokromik pada penambahan  $\text{AlCl}_3/\text{HCl}$  mengindikasikan adanya *o*-dihidroksi maupun hidroksi keton. Setelah ditambah HCl pergeseran UV masih menunjukkan panjang gelombang yang relatif sama. Kedua hal ini mengindikasikan bahwa senyawa (1) memiliki gugus hidroksi yang berada pada posisi C-5.





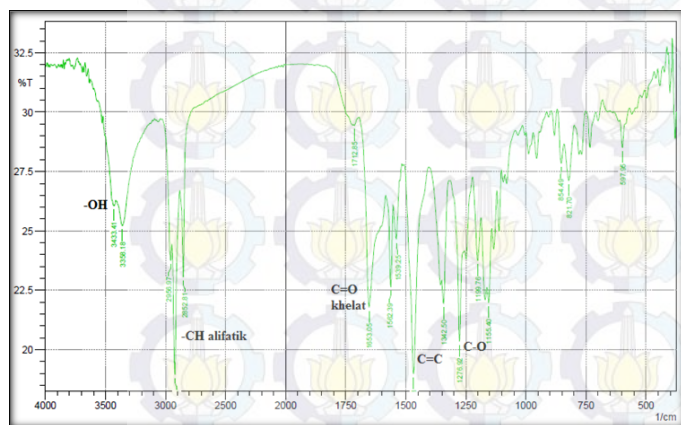
Gambar 3. Spektrum UV pada MeOH, MeOH+AlCl<sub>3</sub>, dan MeOH+AlCl<sub>3</sub>+HCl

Penambahan natrium asetat dan asam borat pada senyawa (**1**) (Gambar 4) dilakukan untuk mengetahui ada atau tidaknya efek batokromik. Pada penambahan natrium asetat, terdapat pergeseran spektrum UV sebesar 41 nm, namun pada penambahan CH<sub>3</sub>COONa +H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> tidak menunjukkan adanya efek batokromik. Hal tersebut dapat mengindikasikan bahwa pada senyawa (**1**) tidak terdapat gugus hidroksi pada posisi *orto* tetapi terdapat gugus pendorong elektron (-O-) pada posisi *orto* terhadap karbonil.



Gambar 4. Spektrum UV pada MeOH, MeOH+CH<sub>3</sub>COONa, dan MeOH+CH<sub>3</sub>COONa+H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>

Dari hasil pembahasan analisis spektrum UV dapat disarankan bahwa senyawa tersebut mempunyai kerangka dasar flavonoid dengan substitusi gugus pendorong elektron pada posisi *orto* terhadap gugus karbonil.

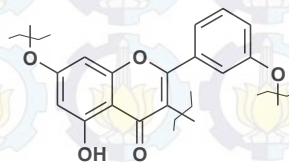


Gambar 5. Spektrum IR senyawa (**1**)

Analisis spektra inframerah (IR) (KBr) pada serapan bilangan gelombang 500-4000 cm<sup>-1</sup> (Gambar 5) memperlihatkan pita-pita serapan yang khas untuk beberapa gugus fungsi. Pita serapan pada bilangan gelombang 1653 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus karbonil terkhelat dan didukung dengan adanya bilangan gelombang 3433 cm<sup>-1</sup> yang mencirikan gugus hidroksi terikat [14]. Sedangkan pita serapan pada bilangan gelombang 2956 cm<sup>-1</sup>, 2922 cm<sup>-1</sup>, dan

2852 cm<sup>-1</sup> mengindikasikan adanya gugus C-H alifatik (sp<sup>3</sup>). Selain itu kekhasan (-C=C-) aril sp<sup>2</sup> ditunjukkan pada bilangan gelombang 1467 cm<sup>-1</sup>, sedangkan C-O eter atau hidroksi pada 1276 cm<sup>-1</sup>.

Berdasarkan hasil pembahasan analisis UV dan IR dapat diketahui bahwa kerangka dasar senyawa tersebut adalah flavonoid terkhelat dengan substitusi gugus hidroksi, gugus pendorong elektron (-O-) pada posisi *orto* terhadap karbonil (Gambar 6) dan gugus alkil (alifatik).



Gambar 6. Kerangka dasar senyawa (**1**)

Penentuan struktur selanjutnya menggunakan NMR (*Nuclear Magnetik Resonansi*). Pengukuran NMR menggunakan frekuensi 500 MHz dengan pelarut dimetil sulfoksida (DMSO). Dari NMR dapat diperoleh data pergeseran ( $\delta$ ) <sup>1</sup>H-NMR dan <sup>13</sup>C-NMR yang berupa informasi tentang lingkungan proton maupun karbon, jumlah (integritas), dan jenis proton maupun karbon.

Data pergeseran ( $\delta$ ) <sup>1</sup>H-NMR senyawa (**1**) menunjukkan adanya data 22 proton. Pada daerah *downfield* terdapat pergeseran kimia 13,38 ppm (1H, *s*) yang menunjukkan ciri khas proton dari gugus hidroksil terkhelat pada C-5. Pergeseran kimia 10,16 dan 9,83 ppm (masing-masing 1H, *s*) menunjukkan adanya gugus hidroksi bebas. Pergeseran kimia 6,28 dan 6,16 ppm (masing-masing 1H, *s*) menunjukkan adanya dua proton aromatik. Adanya gugus prenil tersiklisasi yang ditandai dengan adanya gugus vinil pada 6,81 ppm (1H, *d*, *J*=10 Hz) dan 5,73 ppm (1H, *d*, *J*=10,15 Hz). Selanjutnya pergeseran kimia 3,35 ppm (1H, *t*, *J*=7,1 dan 13,5 Hz) dan 2,28 ppm (1H, *t*, *J*=15,3 dan 15,15 Hz) menunjukkan gugus metilen. Satu gugus metin ditunjukkan dengan pergeseran kimia 3,1 ppm (1H, *dd*, *J*=7 dan 14,85 Hz). Selain itu terdapat empat sinyal pada pergeseran 1,59; 1,43; 1,43; dan 1,24 ppm (masing-masing 3H, *s*) yang mengindikasikan adanya gugus metil.

Adanya dua sinyal pada pergeseran kimia 1,24 ppm dan 1,59 ppm (masing-masing 3H, *s*) bersama munculnya sinyal pada pergeseran kimia 3,35 ppm (1H, *t*, *J*=7,1 dan 13,5 Hz), 2,28 ppm (1H, *t*, *J*=15,3 dan 15,15 Hz), dan 6,81 ppm (1H, *d*, *J*=10 Hz) menunjukkan adanya cincin dihidrofurana yang terbentuk akibat siklisasi oksidatif 5'-hidroksi pada cincin B terhadap ikatan rangkap gugus isoprenil. Dari data <sup>1</sup>H-NMR juga mengindikasikan adanya kromen 2,2-dimetil yaitu ditandai dengan munculnya sinyal gugus dua metil kromen pada pergeseran kimia 1,43 ppm dan dua sinyal doublet proton olefinik pada pergeseran kimia 5,73 ppm (*J*=10,15 Hz) dan 6,81 ppm (*J*=10 Hz) [15]. Berdasarkan hasil pembahasan analisis <sup>1</sup>H-NMR, senyawa tersebut merupakan senyawa flavonoid yang tersubstitusi tiga gugus hidroksi dan termodifikasi oleh cincin kromen 2,2-dimetil dan cincin dihidrofurana.

Jumlah karbon dan posisinya terhadap proton maupun substituen dapat diketahui pada data spektrum <sup>13</sup>C-NMR. <sup>13</sup>C-NMR memberikan informasi tentang jumlah atom karbon

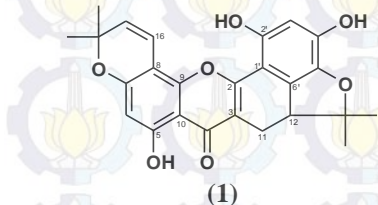


yang terdapat dalam molekul dengan semua pergeseran kimia dan dapat mengetahui sifat lingkungannya [16].

Data spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR menunjukkan senyawa (**1**) sedikitnya memiliki 25 atom karbon dimana menghasilkan sinyal-sinyal pada  $\delta_c$  (ppm) ; 179,9; 160,8; 160,5; 157,9; 151,0; 150,5; 146,5; 136,2; 132,2; 127,4; 114,5; 111,0; 104,0; 102,8; 100,6; 98,9; 92,4; 78,0; 46,1; 27,9; 27,7; 27,7; 22,5; dan 19,3. Sinyal pada pergeseran kimia 179,9 ppm merupakan data yang khas untuk karbonil terkhelat dari senyawa flavonoid. Selanjutnya sinyal pada pergeseran kimia 146,5; 150,5; dan 151,0 ppm mengindikasikan karbon yang tersubstitusi gugus hidroksi. Dan adanya sinyal pada pergeseran kimia 78,0 ppm mengindikasikan adanya cincin kromen. Untuk mengetahui posisi cincin kromen tersubstitusi secara angular atau linier dapat dilihat dari data pergeseran kimia sekitar 95 dan 98 ppm. Apabila terdapat sinyal >98 ppm maka kromen tersubstitusi secara angular, tetapi apabila sinyal <95 ppm maka kromen tersubstitusi secara linier. Dari data  $^{13}\text{C}$ -NMR dapat diketahui bahwa terdapat sinyal pada pergeseran kimia 98,9 ppm dan 100,6 ppm, sehingga cincin kromen tersubstitusi secara angular di C-7 dan C-8 [17]. Pada pergeseran kimia 19,3; 46,1; 92,4; 27,9; dan 22,5 ppm mengindikasikan cincin dihidrofuran terbentuk akibat siklisasi oksidatif 5'-hidroksi pada cincin B terhadap ikatan rangkap C-13 gugus isoprenil yang tersubstitusi di C-3.

Berdasarkan hasil pembahasan analisis tersebut dapat diketahui bahwa struktur senyawa (**1**) memiliki kemiripan dengan struktur sikloartobiloksanon. Hal ini dapat ditunjukkan dengan perbandingan pergeseran ( $\delta$ )  $^1\text{H}$ -NMR dan  $^{13}\text{C}$ -NMR dari senyawa (**1**) dengan sikloartobiloksanon (Tabel 1) dan perbandingan struktur.

Dengan demikian dapat disimpulkan bahwa senyawa (**1**) merupakan senyawa yang telah dilaporkan sebelumnya yaitu senyawa sikloartobiloksanon dengan rumus molekul  $\text{C}_{25}\text{H}_{22}\text{O}_7$  [11].



Tabel 1. Data perbandingan pergeseran ( $\delta$ )  $^1\text{H}$ -NMR dan  $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa (**1**) dan sikloartobiloksanon dalam DMSO, 500 MHz [15][17].

Nomor karbon	Senyawa ( <b>1</b> )		Sikloartobiloksanon	
	$\delta_H$ (ppm)	$\delta_C$ (ppm)	$\delta_H$ (ppm)	$\delta_C$ (ppm)
2	-	160,8	-	160,5
3	-	98,9	-	104,6
4	-	179,9	-	180,6
5	-	157,9	-	158,7
6	6,16 (1H, s)	98,9	6,25 (1H, s)	99,9
7	-	160,5	-	160,9
8	-	100,6	-	101,1
9	-	151,0	-	150,9
10	-	104,0	-	104,0
11	3,35 (1H, t, $J=7,1$ & $13,5$ Hz) dan 2,28 (1H, t, $J=15,15$ & $15,3$ Hz)	19,3	3,40 (1H, dd, $J=7,2$ & $15,2$ Hz) dan 2,41 (1H, t, $J=15,2$ Hz)	19,7
12	3,10 (1H, dd, $J=7$ & $14,85$ Hz)	46,1	3,20 (1H, dd, $J=7,2$ & $15,2$ Hz)	46,4
13	-	92,4	-	93,7
14	1,24 (3H, s)	22,5	1,35 (3H, s)	22,5
15	1,59 (3H, s)	27,9	1,67 (3H, s)	28,0
16	6,81 (1H, d, $J=10$ Hz)	114,5	6,78 (1H, d, $J=10$ Hz)	114,8
17	5,73 (1H, d, $J=10,15$ Hz)	127,4	5,58 (1H, d, $J=10$ Hz)	127,3
18	-	78,0	-	77,8
19	1,43 (3H, s)	27,7	1,47 (3H, s)	27,9
20	1,43 (3H, s)	27,7	1,47 (3H, s)	27,9
1'	-	111,0	-	111,7
2'	-	150,5	-	150,2
3'	6,28 (1H, s)	102,8	6,426 (1H, s)	103,6
4'	-	146,5	-	145,9
5'	-	136,2	-	136,8
6'	-	132,2	-	127,3
5-OH	13,38 (1H, s)	-	13,33 (1H, s)	-
2'-OH	10,16 (1H, s)	-	8,85 (1H, s)	-
4'-OH	9,83 (1H, s)	-	8,70 (1H, s)	-

#### IV. KESIMPULAN

Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dari kulit akar tumbuhan *A. elasticus* asal Pulau Flores Nusa Tenggara Timur (NTT) tidak dihasilkan senyawa flavonoid baru tetapi senyawa santon turunan flavonoid yang pernah dilaporkan yaitu sikloartobiloksanon (**1**) berupa padatan kuning dengan titik leleh 205-207°C.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis berterima kasih kepada tim penelitian Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis dan Jurusan Kimia FMIPA ITS, serta semua pihak yang turut membantu dalam penyelesaian jurnal ilmiah ini.



## DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ersam T. (2004). Keunggulan Biodiversitas Hutan Tropika Indonesia dalam Merekayasa Model Molekul Alami. *Seminar Nasional Kimia VI*.
- [2] Syah, Y.M., Juliawaty, L.D., Achmad, S.A., Hakim, E.H., Ghisalberty, E.L. (2006). Cytotoxic prenylated flavones from *Artocarpus champeden*. *J. Nat. Med.* 60, 308–312.
- [3] Weng, J.R., Chan, S.C., Lu, Y.H., Lin, H.C., Ko, H.H., Lin, C.N. (2006). Antiplatelet prenylflavonoids from *Artocarpus communis*. *Phytochemistry* 67, 824–829.
- [4] Widyawaruyanti, A., Subehan Kalauni, S.K., Awale, S., Nindatu, M., Zaini, N., Syafruddin, D., Asih, P.B.S., Tezuka, Y., Kadota, S. (2007). New prenylated flavones from *Artocarpus champeden* and their antimalarial activity in vitro. *J. Nat. Med.* 61, 410–413.
- [5] Wang, Y., Xu, K., Lin, L., Pan, Y., Zheng, X. (2007). Geranyl flavonoids from the leaves of *Artocarpus altilis*. *Phytochemistry* 68, 1300–1306.
- [6] Hashim, N.M., Rahmani, M., Ee, G.C.L., Sukari, M.A., Yahayu, M., Oktima, W., Ali, A.M., Go, R. (2012). Antiproliferative activity of xanthenes isolated from *Artocarpus obtusus*. *J. Biomed. Biotechnol.*
- [7] Jagtap, U.B., Bapat, V.A. (2010). *Artocarpus*: A review of its traditional uses, phytochemistry and pharmacology. *Journal of Ethnopharmacology* 129, 142-166.
- [8] Zhao, T., Yan, G.-R., Pan, S.-L., Wang, H.-Y., Hou, A.-J. (2009). New isoprenylated 2-arylbenzofurans and pancreatic lipase inhibitory constituents from *Artocarpus nitidus*. *Chem. Biodivers.* 6, 2209–2216.
- [9] Ersam, T. (2001). *Senyawa Kimia Mikromolekul Beberapa Tumbuhan Artocarpus Hutan Tropika Sumatera Barat*. Bandung: Disertasi, PPs. ITB.
- [10] Kijjoa, Anake., Cidade, Honorina M., Pinto, Madalena M. M., Gonzalez, M. J. T. G., Anantachoke, C., Gedris, Thomas E., Herz, Weener. (1996). Prenylflavonoids from *Artocarpus elasticus*. *Phytochemistry* 43, 691-694.
- [11] Ko, Horng-Huey., Lu, Yi-Huang., Yang, Sheng-Zehn., Won, Shen-Jeu., & Lin, Chun-Nan. (2005). Cytotoxic Prenylflavonoids from *Artocarpus elasticus*. *Journal natural product* 68, 1692-1695.
- [12] Nilar, Nguyen, L.D., Venkataraman, G., Sim K., Harrison L.J. (2005). Xanthenes and Benzophenones from *Garcinia griffithii* and *Garcinia mangostana*. *Phytochemistry*. 66. 1718-1723.
- [13] Ito, C., Itoigawa, M., Miyamoto, Y., Rao, K.S., Takayasu, J., Okuda, Y., Mukainaka, T., Tokuda, H., Nishino, H., Furukawa, H., (1999). "A New Biflavonoid from *Calophyllum panicflorum* with Antitumor-Promoting Activity", *J. Nat.Prod.*, Vol. 62, No. 12, Hal. 1668-1671.
- [14] Murry, Mc. J. (1999). *Organic chemistry. 5th ed.* USA: Brooks / Cole.
- [15] Sultanbawa, M. U. S. dan Surendrakumar, S. (1989). Two Pyranodihydrobenzoxanthenes from *Artocarpus nobilis*. *Phytochemistry* 28, 599-605.
- [16] Hart H. (1983). *Organic chemistry a short course. sixth edition*. Boston: Houghton Mifflin Company.
- [17] Jayasinghe, U. L. B., Samarakoon, T. B., Kumarihamy, B. M. M., Hara, N., Fujimoto, Y. (2008). Four New Prenylated Flavonoids and Xanthenes from the Root Bark of *Artocarpus nobilis*. *Fitoterapia* 79, 37-41.