

Surabaya, 6 Juni 2016

SENYAWA SIKLOARTOBILOSANTON DARI KULIT AKAR *Artocarpus elasticus*

IKA FEBRIANA SYAFITRI
1412 100 021

**PEMBIMBING:
Prof. Dr. Taslim Ersam**

**JURUSAN KIMIA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016**

OUTLINE

PENDAHULUAN

METODOLOGI PERCOBAAN

HASIL DAN PEMBAHASAN

KESIMPULAN

Pendahuluan



Megabiodiversity
terbesar ke-2

Bidang Kesehatan:
Obat-obatan

Tumbuhan

Famili
Moraceae

Artocarpus

Flavonoid

Calkon

Santon

Arilbenzofuran

A. elasticus

A. rotunda

A. communis

A. chempeden

Pendahuluan



Artocarpus elasticus

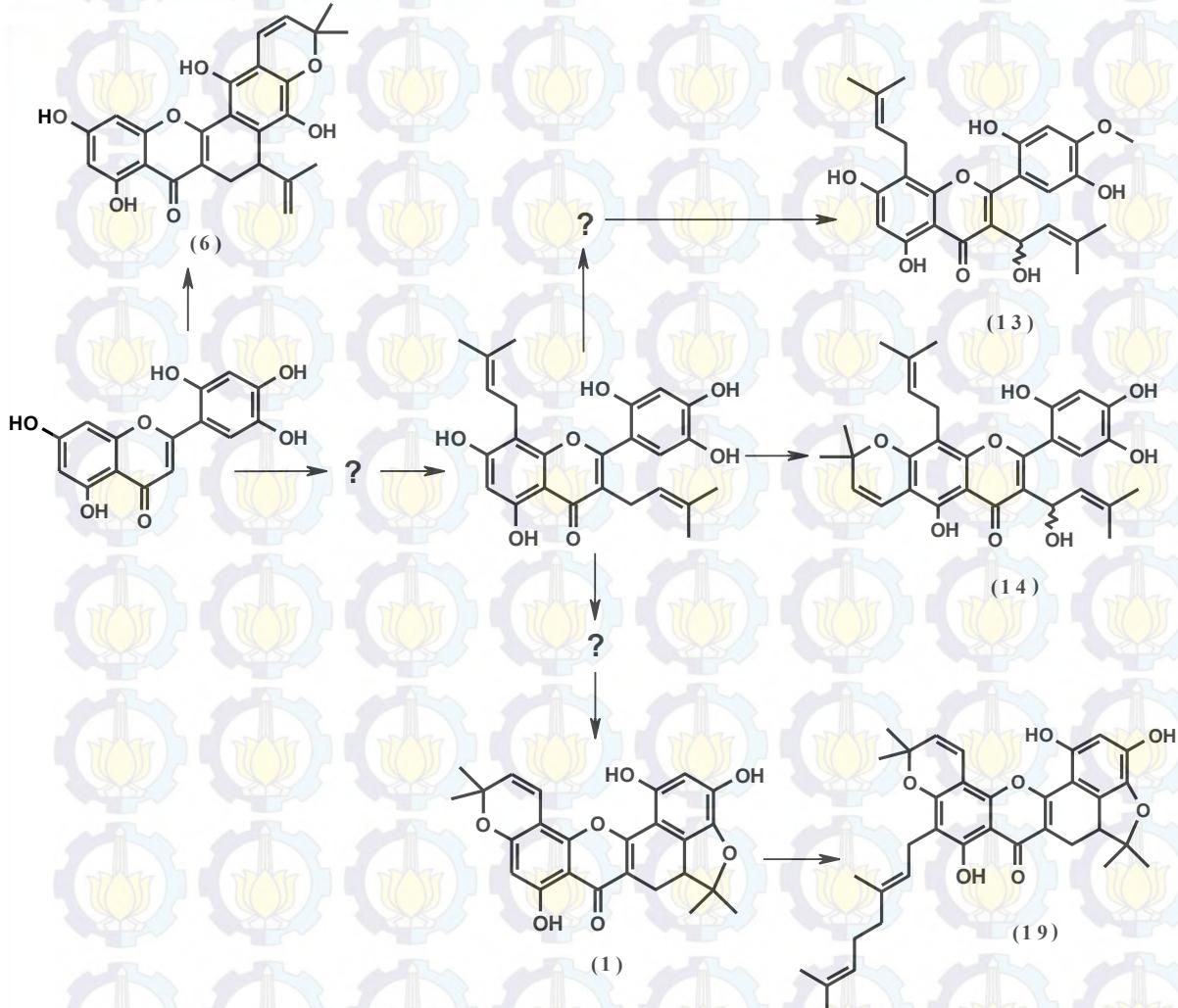
Spesies-spesies dalam satu genus memiliki afinitas kimia yang sama → senyawa kimia yang khas

Sebagai sumber metabolit sekunder

sikloartobilosanton (**1**), elasticalkon B (**2**), elasticalkon A (**3**), artocarpesin (**4**), sikloartocarpesin (**5**), artelastisin (**6**), artelastofuran (**10**), artelastinin (**11**), artelastoheterol (**13**), artelasticinol (**14**), artelastosanton (**17**), sikloartelastosantendiol (**18**), dan sikloartelatosanton (**19**)

Kandungan metabolit sekunder
(usaha pertahanan diri)

Pendahuluan



Masih terdapat
peluang
ditemukannya
senyawa
flavonoid baru



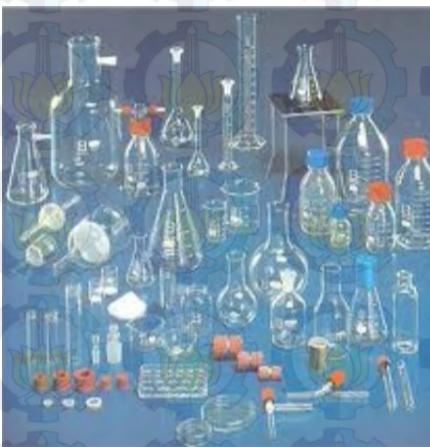
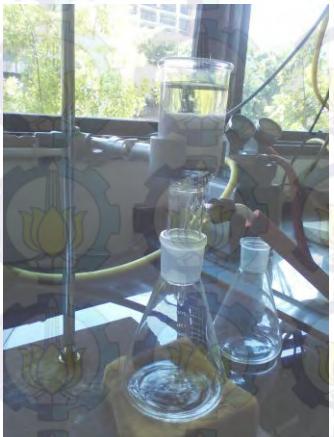
Flavonoid baru
A. elasticus dari Pulau
Flores NTT

Gambar 1.1 Biogenensis beberapa senyawa flavonoid hasil isolasi dari A. elasticus

Metodologi



Alat



Bahan

- Kulit akar dari *A. Elasticus* yang diperoleh dari pulau Flores Nusa Tenggara Timur (NTT).
- Pelarut organik teknis dan pro analisis (p.a) seperti *n*-heksana (C_6H_6), metilen klorida (CH_2Cl_2), etil asetat (EtOAc), metanol (MeOH),
- Bahan-bahan lain yang digunakan adalah TLC alumunium sheets 20x20 cm silika gel Merck 60 F₂₅₄ untuk KLT, silika gel 60 (70-230 mesh) untuk impregnasi, silika gel 60 G untuk kromatografi kolom, Plat KLTP silika gel 60 G F₂₅₄
- Penampak noda serum sulfat ($Ce(SO_4)_2$) 1,5% dalam H_2SO_4 2N,
- Aluminium foil,
- Plastik wrap,
- Whatmann,
- Reagen geser UV antara lain natrium hidroksida (NaOH), alcl₃, asam klorida (HCl), asam borat (H_3BO_3), dan natrium asetat (CH_3COONa),
- KBr untuk uji IR,
- Pelarut DMSO untuk uji NMR.

Metodologi



Isolasi senyawa

Sampel kulit akar *A. Elasticus* dari pulau Flores

Dimaserasi dengan metanol 2 x 24 jam

Ekstrak Metanol cair

Residu

Diuapkan pelarut (evaporasi)

46,3226 g Fraksi Metanol (Ekstrak pekat)

Dipisahkan menggunakan KCV dengan eluen MC 100%; MeOH:MC 5%, 10%, 15%

Fr. A
(2,2349 g)

Fr. B
(0,7867 g)

Fr. C
(1,4037 g)

Fr. D
(2,5115 g)

Fr. BC (2,1904 g)

Dipisahkan menggunakan KCV eluen EA:*n*-heksana 15%, 25%, 35%; MeOH:MC 1%, 2,5%, 5%

Sfr. F
(0,5682 g)

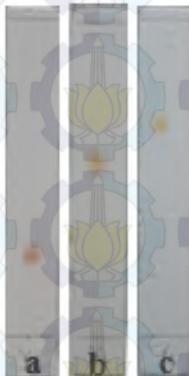
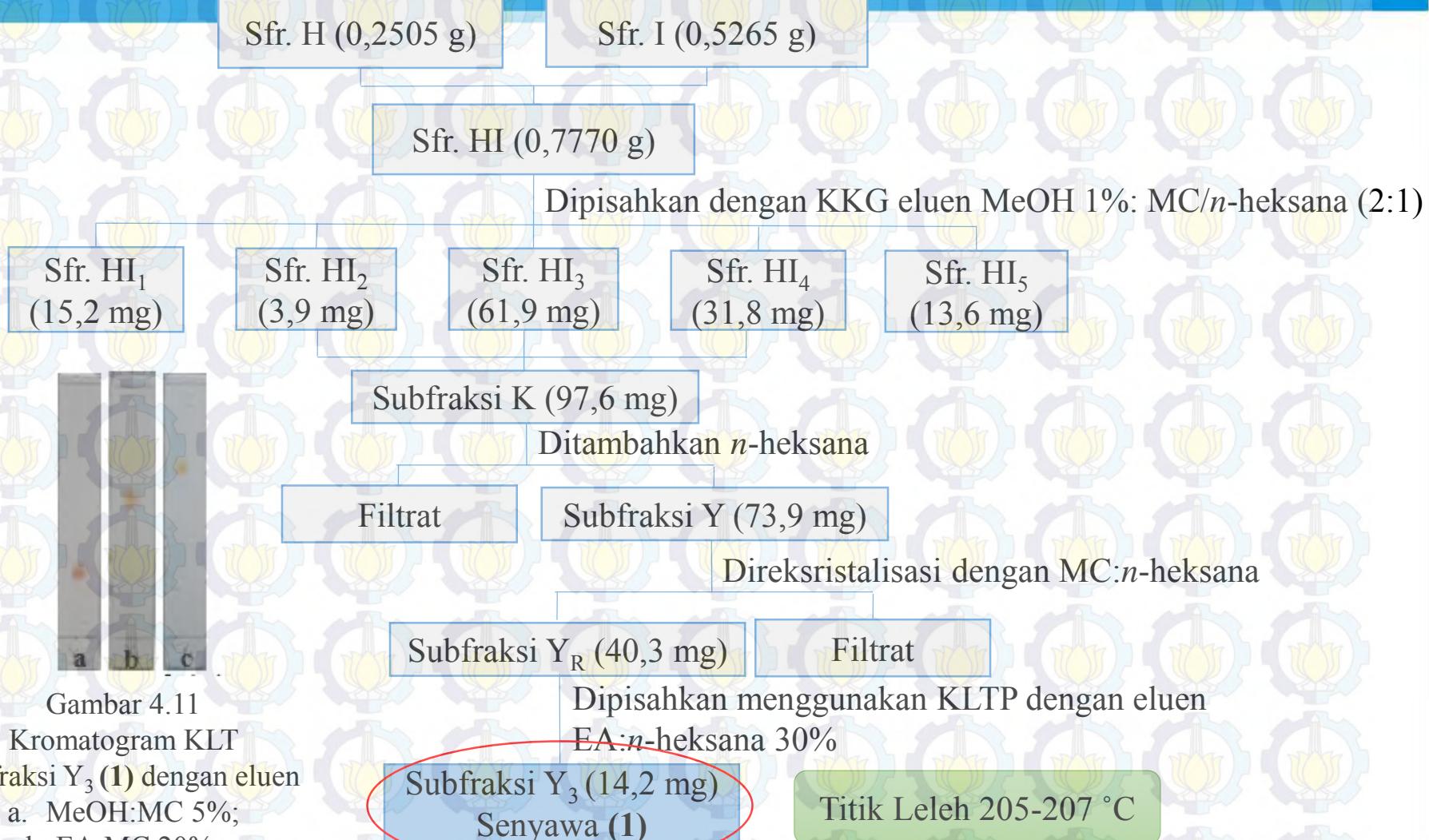
Sfr. G
(0,3322 g)

Sfr. H
(0,2505 g)

Sfr. I
(0,5265 g)

Sfr. J
(0,4803 g)

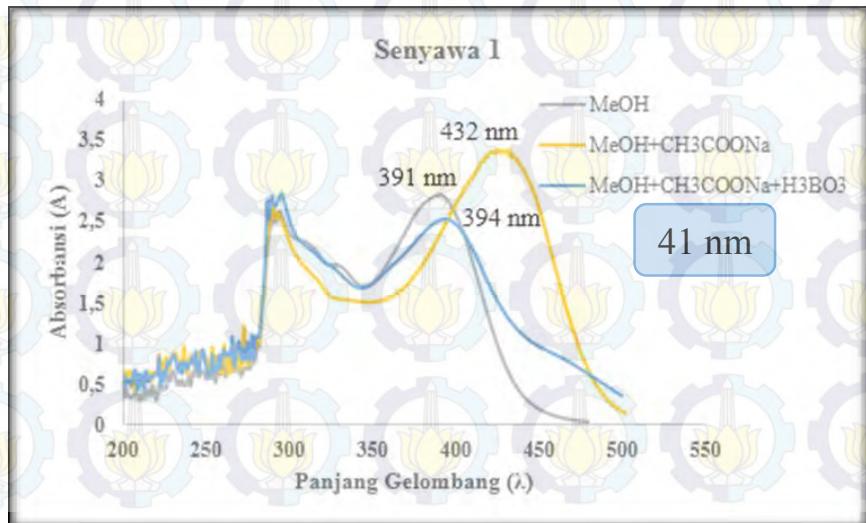
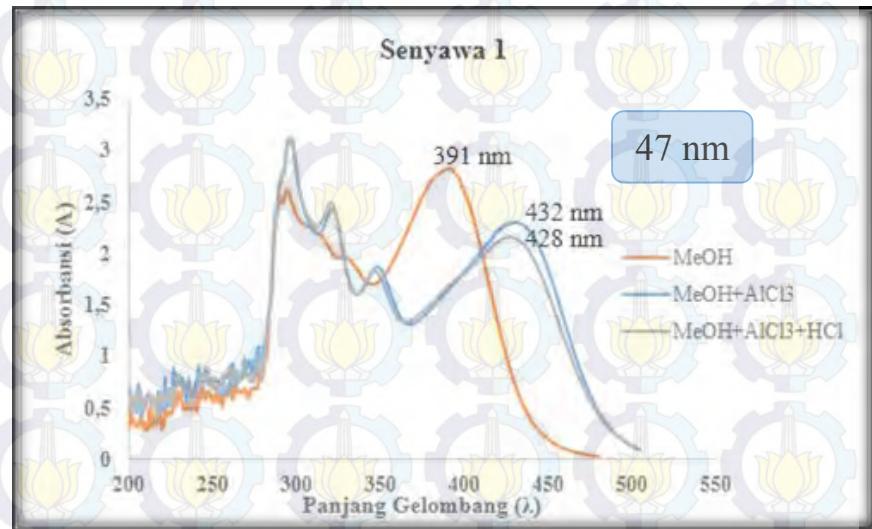
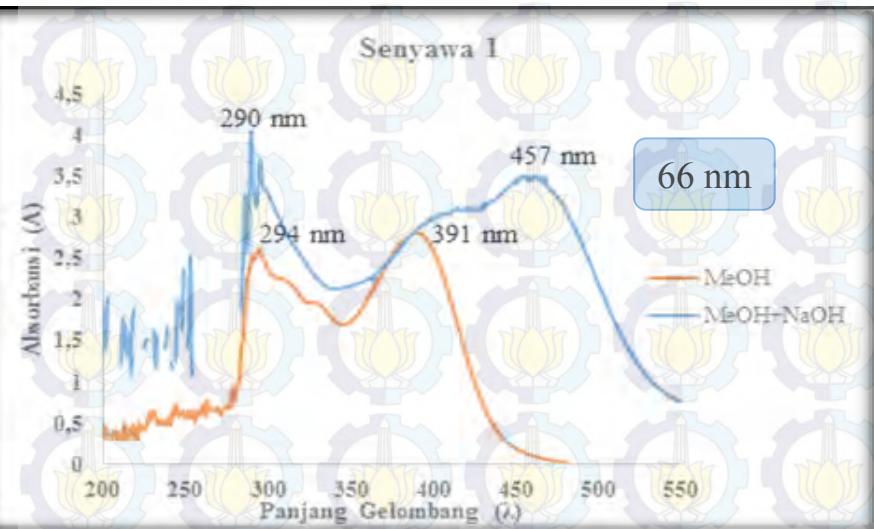
Metodologi



Gambar 4.11
Kromatogram KLT
subfraksi Y₃ (1) dengan eluen
a. MeOH:MC 5%;
b. EA:MC 20%;
c. EA:*n*-heksana 70%

Spektrometer ¹H-NMR dan ¹³C-NMR

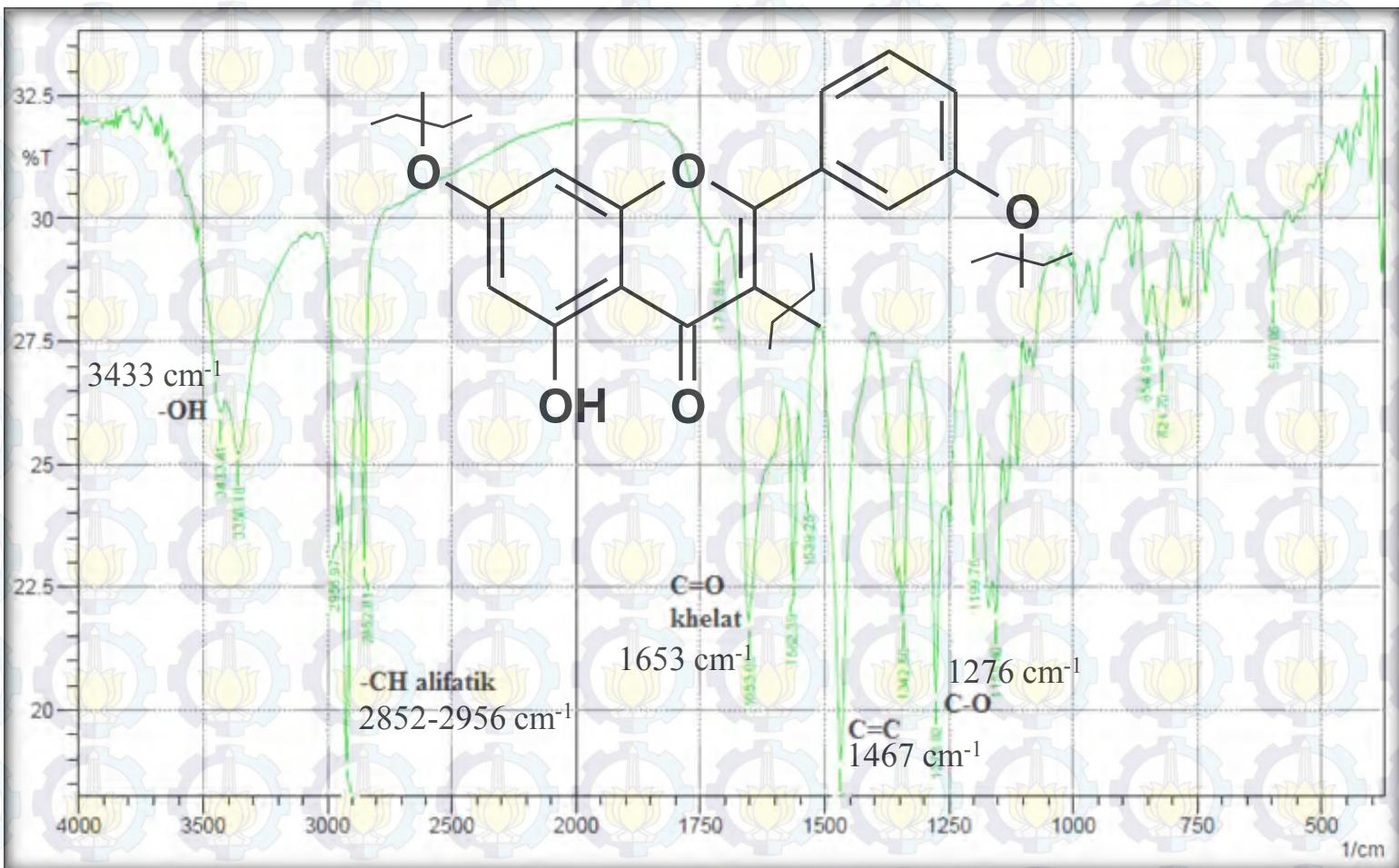
Hasil dan Pembahasan



➤ 294 nm : transisi $\pi \rightarrow \pi^*$
➤ 391 nm : transisi $n \rightarrow \pi^*$

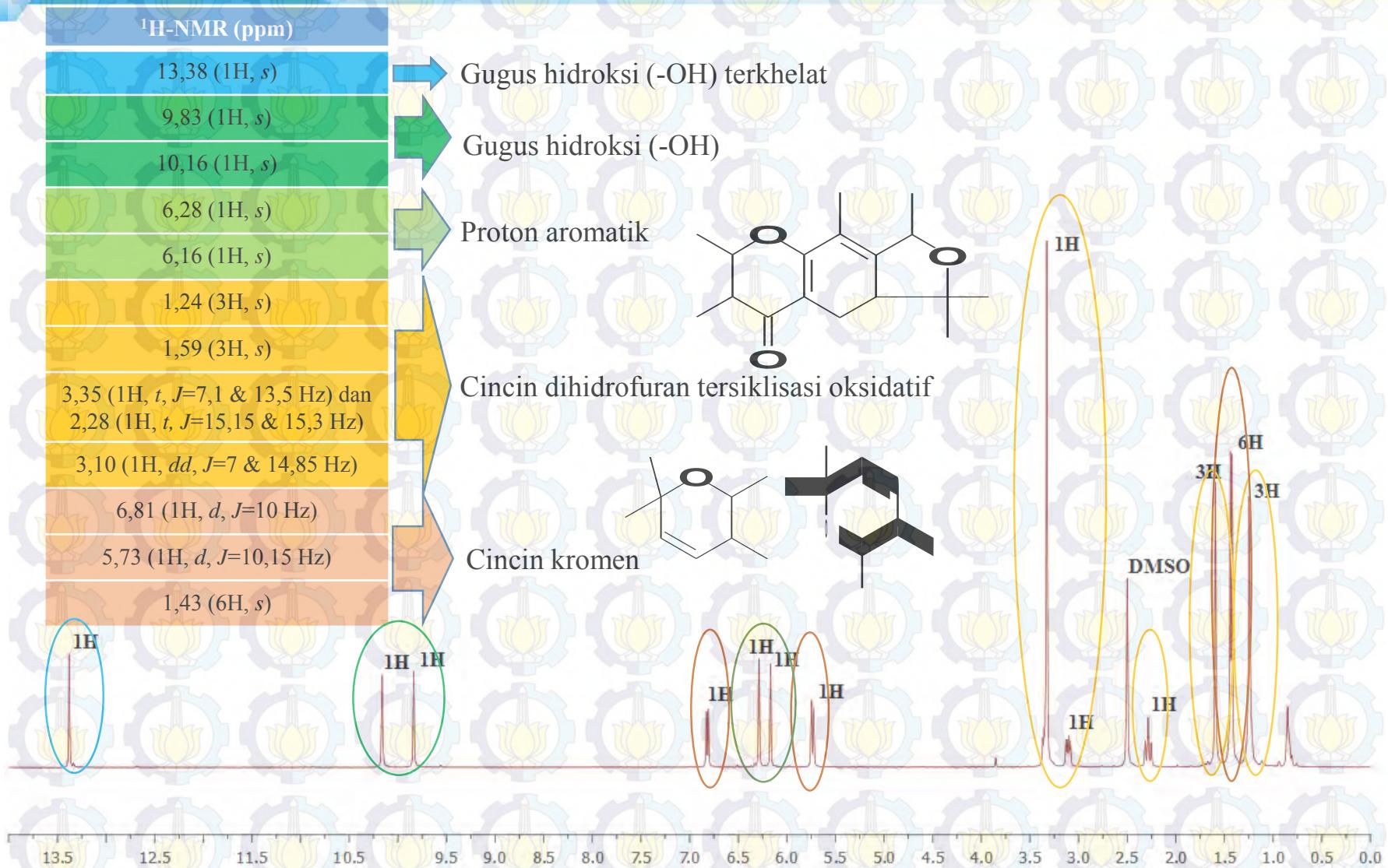
➤ Gugus hidroksi
➤ Hidroksi khelat
➤ Tidak ada hidroksi pada posisi orto

Hasil dan Pembahasan



Gambar 4.16 Spektrum IR senyawa (1)

Hasil dan Pembahasan

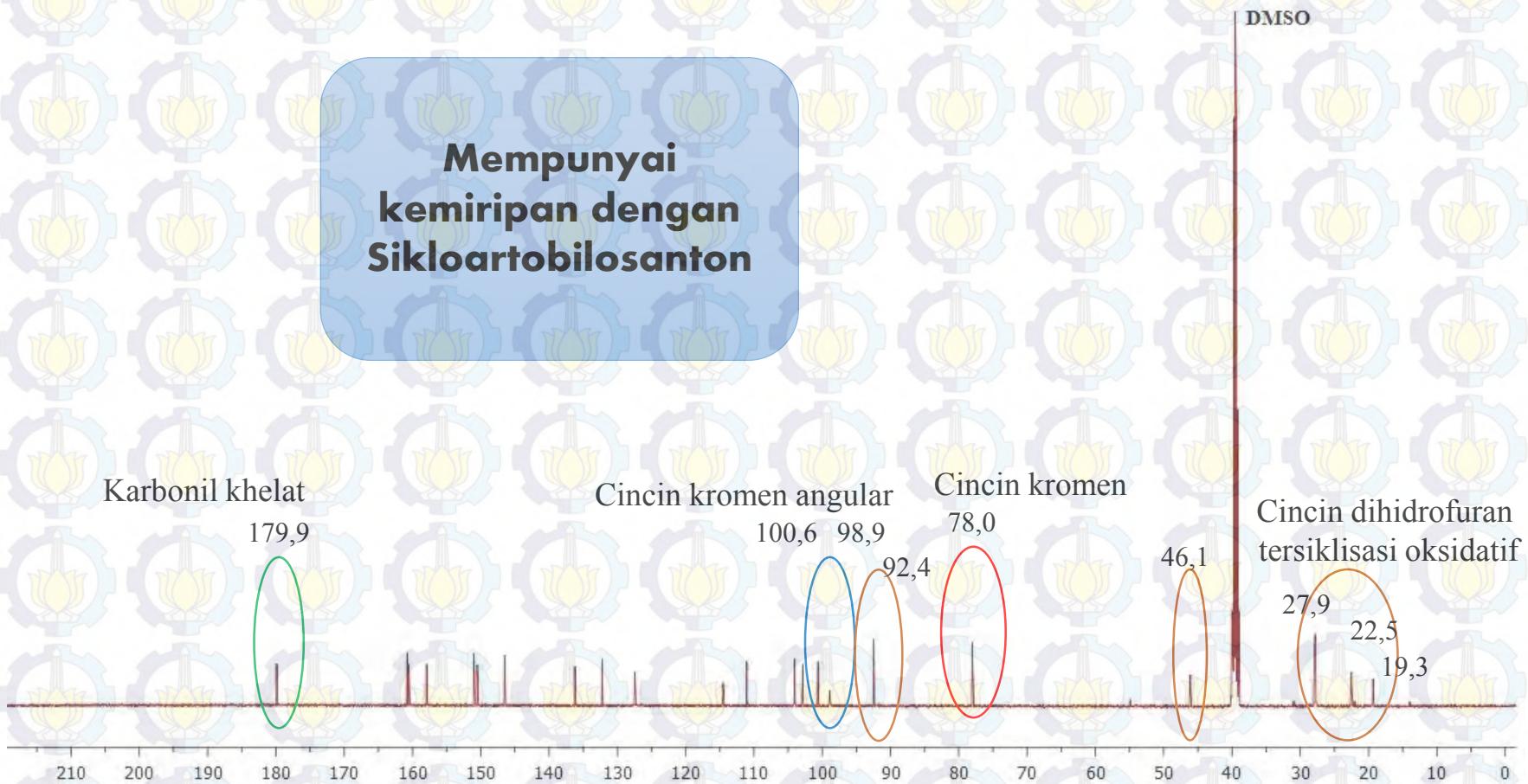


Gambar 4.18 Spektrum $^1\text{H-NMR}$ (500 MHz) senyawa (1) dalam DMSO

Hasil dan Pembahasan

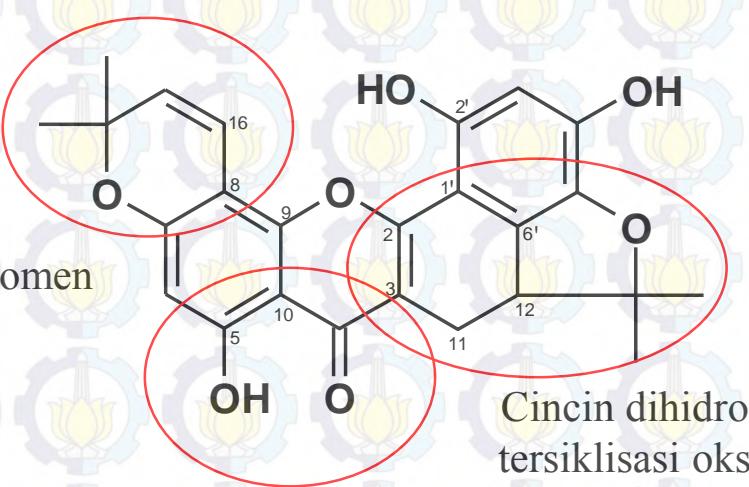


Mempunyai kemiripan dengan Sikloartobilosanton

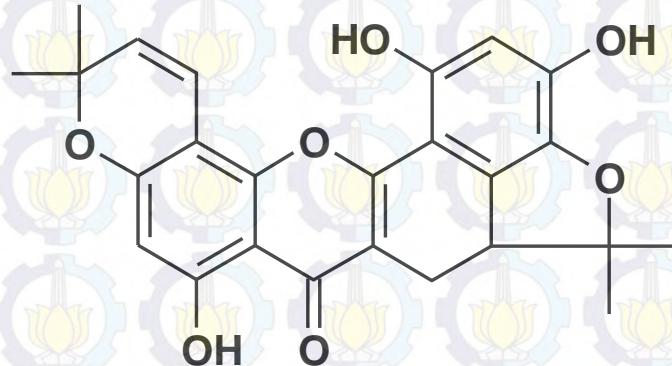


Gambar 4.19 Spektrum ^{13}C -NMR (125 MHz) senyawa (1) dalam DMSO

Hasil dan Pembahasan



Cincin dihidrofuran
tersiklisasi oksidatif



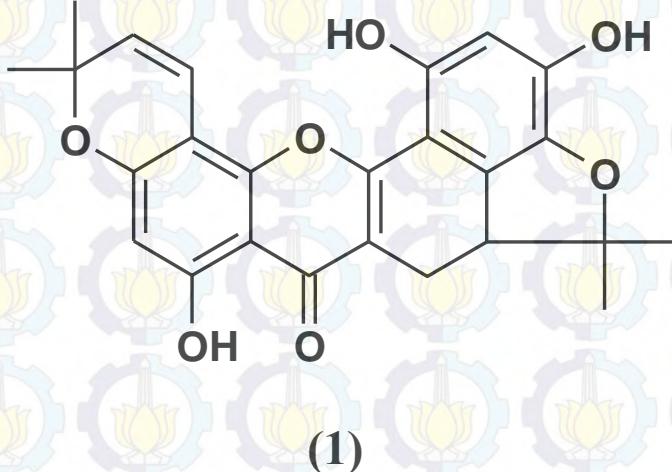
Hasil dan Pembahasan



| Nomor karbon | Senyawa (1) | | Sikloartobilosanton | | δ_C (ppm) |
|--------------|---|------------------|---|------------------|------------------|
| | δ_H (ppm) | δ_C (ppm) | δ_H (ppm) | δ_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) | | - |

Kesimpulan

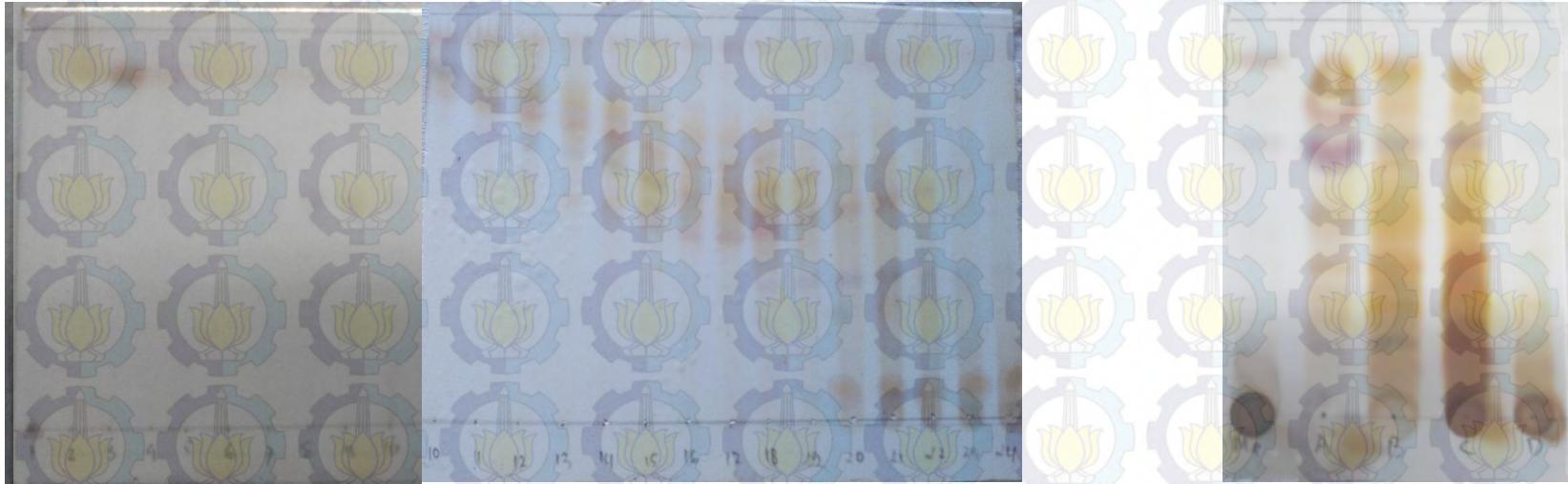
Berdasarkan penelitian yang telah dilakukan dari kulit akar tumbuhan *A. elasticus* asal Pulau Flores Nusa Tenggara Timur (NTT) dihasilkan senyawa santon turunan flavonoid yang pernah dilaporkan yaitu sikloartobilosanton (**1**) berupa padatan kuning dengan titik leleh 205-207°C.



Ucapan Terima kasih

- ❖ Prof. Dr. Taslim Ersam selaku dosen pembimbing atas arahan dan masukan hingga penelitian ini dapat selesai
- ❖ Bapak Ibu Dosen atas saran terhadap penelitian ini
- ❖ Rekan Lab Kimia Bahan Alam dan Sintesis atas bantuan dan saran terhadap penelitian ini





(a)

(b)

Gambar 4.1 Kromatogram KLT hasil KCV ekstrak pekat metanol dengan eluen (a) metanol:metilen klorida 10%; (b) metanol:metilen klorida 5%

Gambar 4.2

Kromatogram fraksi gabungan hasil KCV I menggunakan eluen metanol:metilen klorida

5%

Dokumentasi Penelitian



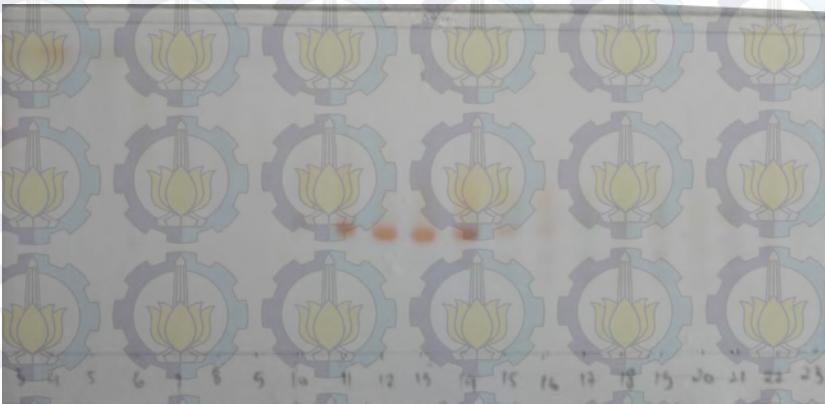
Gambar 4.3

Kromatogram KLT hasil KCV II dengan eluen metanol:metilen klorida 5%



Gambar 4.4

Kromatogram fraksi gabungan hasil KCV II menggunakan eluen metanol:metilen klorida 5%



Gambar 4.5

Kromatogram hasil KKG fraksi H-I dengan eluen metanol:metilen klorida 5%



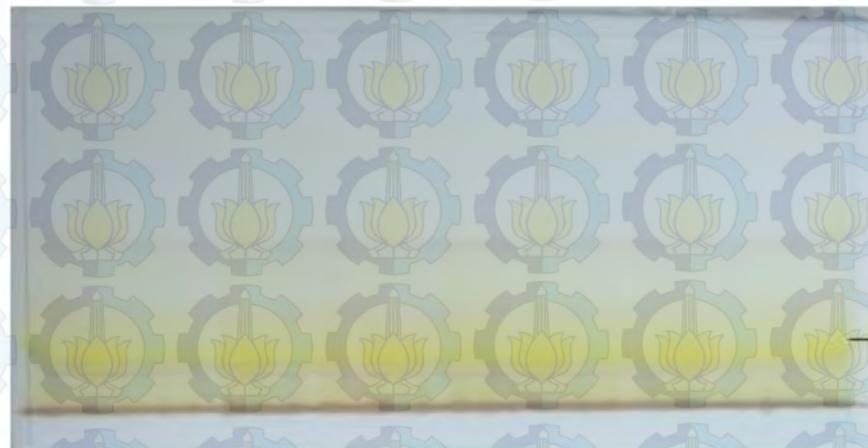
Gambar 4.6 Kromatogram KLT hasil KKG fraksi H-I dengan eluen metanol:metilen klorida 5%

Dokumentasi Penelitian



Gambar 4.7 Kromatogram KLT fraksi gabungan K dengan eluen a. metanol:metilen klorida 2%; b. etil asetat: metilen klorida 10%; c. etil asetat:*n*-heksana 60%

Gambar 4.9 Kromatogram KLT fraksi Y_R dengan eluen metanol:metilen klorida 5%



Gambar 4.10 Kromatogram KLTP fraksi Y_R dengan eluen etil asetat:*n*-heksana 30%