

Isolasi Senyawa Artonin E dari Ekstrak Kulit Akar *Artocarpus elasticus*

Lita Amalia dan Taslim Ersam

Jurusan Kimia, Fakultas MIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

e-mail: paktichem@gmail.com

Abstrak—Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi senyawa flavonoid dari kulit akar *Artocarpus elasticus* yang berasal dari Alor, Nusa Tenggara Timur (NTT). Proses ekstraksi dilakukan dengan menggunakan pelarut metanol dan dilanjutkan dengan metode fraksinasi menggunakan Kromatografi Cair Vakum (KCV) dan Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG). Pemurnian dilakukan dengan metode rekristalisasi. Senyawa yang berhasil diisolasi berupa serbuk berwarna kuning dengan titik leleh 205-206 °C. Penentuan struktur senyawa dilakukan menggunakan analisis UV, IR, ¹H dan ¹³C NMR dan diketahui bahwa senyawa hasil isolasi merupakan artonin E (1) yang telah dilaporkan sebelumnya.

Kata Kunci—*Artocarpus elasticus*, flavonoid, artonin E.

I. PENDAHULUAN

Indonesia adalah negara kepulauan yang terletak di garis khatulistiwa dan mempunyai hutan hujan tropis terbesar kedua di dunia. Berdasarkan hal tersebut, Indonesia kaya akan sumber daya alam hayati karena memiliki curah hujan, tingkat kelembaban dan pencahayaan matahari yang cukup. Keanekaragaman hayati ini telah lama dikenal memiliki manfaat sebagai obat-obatan tradisional. Salah satu famili tumbuhan yang dikenal mempunyai banyak manfaat adalah Moraceae dengan jumlah persebaran di nusantara sebanyak 17 genus dan 80 spesies [1]. Genus yang termasuk famili Moraceae salah satunya yaitu *Artocarpus*. Genus ini sudah sejak lama diketahui manfaatnya sebagai obat dan buah-buahan yang dapat dikonsumsi [2]. *Artocarpus* merupakan spesies yang kaya senyawa fenolik termasuk flavonoid, stilbenoid, arilbenzofuron, dan jacalin [3].

Salah satu spesies dari genus *Artocarpus* adalah *Artocarpus elasticus*. Beberapa penelitian telah dilakukan untuk mengisolasi senyawa yang terkandung dalam spesies ini serta untuk mengetahui manfaat dari senyawa metabolit sekunder yang dihasilkan tersebut. Senyawa-senyawa yang telah ditemukan pada *A. elasticus* yaitu: moracalkon A; kudraflavon C; artokarpin; sikloartokarpin; isosiklomorusin dan artoindonesianin E-1, senyawa tersebut dapat diklasifikasikan ke dalam turunan flavonoid [4].

Uji farmakologi terkait menunjukkan kulit batang *A. elasticus* berkhasiat sebagai obat sakit perut dan getahnya sebagai obat disentri, sementara seduhan kulit batangnya dimanfaatkan sebagai anti-fertilitas dan pereda demam akibat malaria [5]. Berdasarkan hasil penelitian lain juga diketahui bahwa beberapa senyawa yang telah diisolasi dari *A. elasticus* ini memiliki aktivitas biologi antara lain sifat sitotoksik, antiinflamasi, anti tumor, anti kanker, antibakteri, antivirus, antijamur dan antidiabetes [6].

Menurut Musthapa *et al.*, 2009, suatu tumbuhan yang tumbuh di habitat berbeda akan berpeluang menghasilkan senyawa metabolit sekunder yang berbeda pula. Hal ini dikarenakan perbedaan ekosistem dapat menyebabkan potensi pertahanan diri yang berbeda. Penelitian yang dilakukan oleh Musthapa *et al.* pada tahun 2009 menggunakan sampel *A. elasticus* yang berasal dari Jawa Barat. Oleh sebab itu, maka perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk mengetahui adanya senyawa flavonoid pada tumbuhan *A. elasticus* dengan kondisi lingkungan yang berbeda dari penelitian yang sudah dilakukan. Pada penelitian ini sampel *A. elasticus* diperoleh dari Alor, Nusa Tenggara Timur (NTT).

II. METODOLOGI PENELITIAN

A. Ekstraksi dan Fraksinasi

Sebanyak 2,4 Kg sampel kulit akar *A. elasticus* yang sudah halus dimaserasi dengan 10 L metanol selama 1x24 jam. Hasil ekstrak disaring dan dipekatkan menggunakan alat *rotary evaporator*. Ekstrak pekat yang dihasilkan kemudian difraksinasi dengan metode Kromatografi Cair Vakum (KCV).

Proses KCV diawali dengan eluen etil asetat:metilen klorida 15% kemudian dilanjutkan dengan eluen yang sama dengan peningkatan kepolaran 50%, 100% dan metanol 100%. Pemantauan hasil fraksinasi dengan metode KLT menggunakan eluen etil asetat:metilen klorida 50%. Pada proses fraksinasi pertama dihasilkan 4 fraksi yaitu fraksi A, B, C dan D.

Selanjutnya dilakukan proses pemisahan kembali untuk fraksi C dengan metode Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG). Proses KKG diawali dengan eluen etil asetat:*n*-heksana 5% dan dilanjutkan dengan peningkatan kepolaran 8%, 15% dan 35%. Selama proses pemisahan dilakukan pemantauan dengan KLT menggunakan eluen etil asetat:*n*-heksana 40%. Berdasarkan nilai Rf dan pola noda yang sama, hasil fraksinasi dapat dikelompokkan menjadi 3 subfraksi yaitu C₁, C₂ dan C₃. Setelah itu dilakukan pemantauan kembali menggunakan KLT dan dapat diketahui bahwa profil noda subfraksi C₂ cenderung tunggal sehingga perlu dilakukan proses pemurnian untuk mendapatkan senyawa murni.

Dilakukan pula proses pemisahan untuk fraksi B dengan metode KCV menggunakan eluen etil asetat:*n*-heksana 10%, 12%, 15% dan 30%. Pemantauan selama proses pemisahan dilakukan dengan metode KLT menggunakan eluen etil asetat:*n*-heksana 40%. Dari proses pemisahan fraksi B diperoleh 3 subfraksi yaitu B₁, B₂ dan B₃. Berdasarkan hasil KLT yang dilakukan kembali, profil noda B₂ dan B₃ cenderung sama sehingga kedua subfraksi tersebut digabung dan diberi label B₂₃.

Kemudian dilakukan pemisahan untuk subfraksi B₂₃ dengan metode KCV menggunakan eluen metanol 1% dalam etil asetat:n-heksana (1:9); (3:17); (1:4) dan (1:1). Proses pemantauan KLT dilakukan dengan menggunakan eluen etil asetat:n-heksana 30%. Dari hasil KLT diketahui terdapat 3 kelompok yang memiliki nilai Rf dan pola noda yang sama yaitu subfraksi e, f dan g.

Proses pemisahan berikutnya dilakukan untuk fraksi D. Pemisahan dilakukan dengan metode KKG menggunakan eluen etil asetat:n-heksana dengan peningkatan kepolaran 5%, 8%, 15%, 20%, 35% dan terakhir digelontor menggunakan etil asetat dan metanol. Eluen etil asetat:n-heksana 40% digunakan untuk pemantauan KLT. Dari proses pemisahan ini diperoleh 4 subfraksi yaitu D₁, D₂, D₃ dan D₄. Berdasarkan hasil KLT, subfraksi yang memiliki pola noda yang hampir sama dengan hasil pemisahan sebelumnya adalah gelontoran etil asetat. Selanjutnya, gelontoran etil asetat digabung dengan subfraksi f dan C₃ dan diberi label Gb.

Proses pemisahan untuk subfraksi Gb dilakukan dengan metode KKG. Eluen yang digunakan yaitu etil asetat:n-heksana yang ditingkatkan kepolarannya diawali dengan 15%, 20% dan 30%. Untuk pemantauan KLT digunakan eluen etil asetat:n-heksana 40%. Dari proses pemisahan ini diperoleh 4 subfraksi yaitu Gb₁, Gb₂, Gb₃ dan Gb₄. Hasil KLT menunjukkan bahwa pola noda subfraksi Gb₂ cenderung tunggal sehingga perlu dilakukan proses pemurnian. Dilakukan pula KLT untuk membandingkan subfraksi C₂ dan Gb₂ sehingga diketahui bahwa nilai Rf dan pola noda kedua subfraksi tersebut sama.

B. Proses Pemurnian dan Uji Kemurnian

Subfraksi C₂ dimurnikan dengan metode rekristalisasi menggunakan satu sistem pelarut, yaitu metilen klorida. Uji kemurnian dilakukan dengan KLT menggunakan tiga eluen yang berbeda tingkat kepolarannya antara lain yaitu metanol:metilen klorida 20% (atas), etil asetat:n-heksana 50% (tengah) dan etil asetat:metilen klorida 7% (bawah). Selain uji tiga eluen juga dilakukan uji titik leleh untuk mengetahui kemurnian senyawa hasil isolasi. Dilakukan pula proses pemurnian untuk subfraksi Gb₂ dengan metode yang sama.

C. Pengujian Spektrofotometer UV

Sebanyak 1 mg sampel dilarutkan dalam 10 mL metanol p.a. dan digunakan sebagai larutan stok dalam pengujian. Larutan metanol-sampel diukur absorbansinya pada λ 200-600 nm dengan menggunakan blanko metanol. Larutan sampel yang sama ditambah 3 tetes NaOH dan diukur absorbansinya.

Larutan sampel yang baru ditambah 6 tetes AlCl₃ dan diukur pula absorbansinya. Dilakukan hal yang sama untuk larutan sampel yang telah ditambah AlCl₃ dan 3 tetes HCl. Kemudian diambil larutan sampel baru dan ditambah \pm 100 mg CH₃COONa lalu diukur pula absorbansinya. Prosedur yang sama dilakukan untuk larutan sampel yang telah ditambah CH₃COONa dan \pm 100 mg H₃BO₃.

D. Pengujian Spektrofotometer IR

Senyawa hasil isolasi diambil \pm 1 mg dan digerus dalam KBr sampai homogen. Dibuat pelet dengan ketebalan \pm 1 mm dan diukur serapannya pada bilangan gelombang 400-4000 cm⁻¹.

E. Pengujian Spektrofotometer NMR

Sebanyak 20 mg senyawa hasil isolasi dilarutkan dalam DMSO. Larutan sampel yang sudah disiapkan diinjeksikan ke dalam tabung *injection* dan dianalisis untuk mengetahui spektra ¹H-NMR dan ¹³C-NMR.

III. HASIL DAN PEMBAHASAN

A. Ekstraksi dan Fraksinasi

Proses ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi selama 1x24 jam. Sebanyak 2,4 Kg sampel kering kulit akar *A. elasticus* dimerasasi dalam 10 L metanol. Setelah 24 jam, hasil ekstrak disaring kemudian dilakukan pemantauan dengan KLT untuk mengetahui konsentrasi senyawa yang terekstrak. Hasil ekstrak yang sudah disaring berupa cairan berwarna coklat kehitaman. Ekstrak cair ini kemudian diuapkan sebagai proses pemisahan dari pelarut (metanol) dengan menggunakan *rotary evaporator*. Dari tahap inilah diperoleh ekstrak pekat berbentuk pasta berwarna hitam seberat 82,4086 g.

Proses fraksinasi dilakukan untuk memisahkan senyawa sehingga nantinya diperoleh kelompok-kelompok senyawa yang lebih sederhana. Fraksinasi pertama dilakukan dengan metode KCV. Eluen yang dipilih adalah etil asetat:metilen klorida dengan peningkatan kepolaran (15%, 50% dan 100%). Kelebihan metode ini adalah waktu pengerjaan yang relatif cepat dan diperoleh fraksi yang lebih sederhana dengan jumlah yang lebih banyak. Akan tetapi dalam tahap persiapan dibutuhkan ketelitian agar adsorben dapat memberikan kinerja yang optimum.

Massa sampel pada fraksinasi ini adalah 82,4086 g. Terlebih dahulu sampel dibagi menjadi dua dan diberi label (a) dan (b). Untuk masing-masing sampel dilakukan fraksinasi dengan eluen yang sama secara bergantian sehingga nantinya diperoleh hasil fraksinasi untuk sampel (a) dan (b). Selama proses pemisahan dengan metode ini dilakukan pemantauan dengan KLT menggunakan eluen etil asetat:metilen klorida 50% kemudian disemprot dengan penampak noda larutan serium sulfat (CeSO₄). Setelah dikelompokkan berdasarkan nilai Rf dan pola noda yang sama, masing-masing fraksi gabungan dipekatkan dalam alat *rotary evaporator* dan diperoleh 4 fraksi yaitu A (1,1597 g); B (0,9652 g); C (0,8054 g) dan D (1,8988 g).

Selanjutnya dilakukan pemisahan fraksi C dengan metode Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG). Kelebihan metode ini adalah proses pemisahan yang lebih baik karena hanya dipengaruhi oleh gravitasi, akan tetapi metode ini membutuhkan waktu yang lebih lama dari KCV. Dari pemisahan fraksi C dihasilkan 3 subfraksi yaitu C₁ (0,2897 g), C₂ (0,2016 g) dan C₃ (0,2314 g). Subfraksi C₂ memiliki profil noda yang cenderung tunggal sehingga dilakukan proses pemurnian. Akan tetapi hasil yang diperoleh dari proses pemurnian dinilai relatif sedikit sehingga dilakukan pemisahan kembali untuk fraksi lainnya.

Proses pemisahan selanjutnya adalah untuk fraksi B dengan menggunakan metode KCV. Dari hasil pemisahan diperoleh 3 subfraksi yaitu B₁ (0,4372 g), B₂ (0,1579 g) dan B₃ (0,4086 g). Hasil penampakan noda pada KLT menunjukkan subfraksi B₂ dan B₃ memiliki nilai Rf dan pola noda yang hampir sama sehingga kedua subfraksi tersebut digabungkan. Hal ini dilakukan karena

dimungkinkan senyawa-senyawa yang terkandung didalamnya merupakan senyawa yang sama. Penggabungan dilakukan untuk memperoleh massa yang lebih banyak sehingga dapat digunakan untuk proses pemisahan kembali, harapannya proses pemisahan dapat dilakukan secara optimal.

Gabungan subfraksi B_2 dan B_3 yang kemudian diberi label B_{23} difraksiasi kembali dengan metode KCV. Dari proses pemisahan ini dihasilkan 3 subfraksi yaitu e (0,1205 g), f (0,2924 g) dan g (0,1136 g). Subfraksi f yang memiliki massa 292,4 mg mempunyai profil noda yang hampir sama dengan subfraksi C_2 .

Selanjutnya, dilakukan pula pemisahan untuk fraksi D dengan metode KKG, dihasilkan 4 subfraksi (D_1 (0,2573 g), D_2 (0,0267 g), D_3 (0,1218 g) dan D_4 (0,1525 g)) dan subfraksi etil asetat 100% (1,3019 g). Berdasarkan hasil KLT diketahui bahwa subfraksi pekat etil asetat mempunyai profil noda yang sama dengan subfraksi f dan C_3 . Ketiga subfraksi tersebut digabung dan diberi label Gb serta dilakukan pula proses pemisahan dengan metode KKG. Dari proses pemisahan ini dihasilkan 4 subfraksi yaitu Gb_1 (0,2258 g), Gb_2 (0,2568 g), Gb_3 (0,0875 g) dan Gb_4 (0,1574 g). Subfraksi Gb_2 memiliki profil penampakan noda yang cenderung tunggal sehingga selanjutnya dilakukan proses pemurnian. Kemudian subfraksi Gb_2 dibandingkan dengan C_2 menggunakan KLT dan keduanya menunjukkan profil noda yang sama.

B. Proses Pemurnian dan Uji Kemurnian

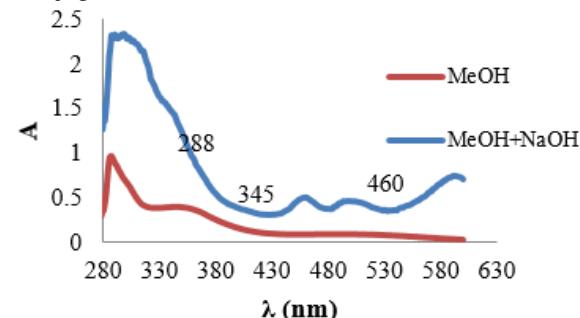
Proses rekristalisasi subfraksi C_2 dilakukan dengan menggunakan satu sistem pelarut dengan prinsip yaitu pelarut yang digunakan dapat melarutkan sampel dan pengotor pada kondisi panas, kemudian pada kondisi dingin sampel akan mengendap sementara pengotor tetap larut [7]. Oleh karena itu, dipilih pelarut metilen klorida panas untuk melarutkan sampel sampai larut sempurna. Seiring dengan penurunan suhu, maka terbentuklah serbuk berwarna kuning. Setelah dianggap proses rekristalisasi berjalan dengan optimal, dilakukan penyaringan dan diperoleh serbuk seberat 12,7 mg. Proses rekristalisasi dilakukan pula untuk subfraksi Gb_2 dengan metode yang sama dan dihasilkan serbuk berwarna kuning seberat 169,7 mg. Senyawa hasil rekristalisasi kedua subfraksi tersebut adalah sama sehingga keduanya disebut senyawa 1.

Selanjutnya dilakukan uji kemurnian senyawa menggunakan KLT dengan 3 eluen yang memiliki kepolaran berbeda dan uji titik leleh. Pengujian dilakukan dengan menggunakan tiga komposisi eluen yang diantaranya yaitu metanol:metilen klorida 20% (atas), etil asetat:n-heksana 50% (tengah) dan etil asetat:metilen klorida 7% (bawah) yang menunjukkan noda tunggal dengan R_f yang berbeda. Selanjutnya dilakukan uji titik leleh yang menunjukkan hasil bahwa titik leleh senyawa 1 adalah 205-206 °C. Hasil tersebut sesuai dengan salah satu indikator senyawa murni yaitu memiliki rentang titik leleh ± 1 °C yang merupakan rentang suhu saat mulai meleleh sampai meleleh seluruhnya.

C. Penentuan Struktur

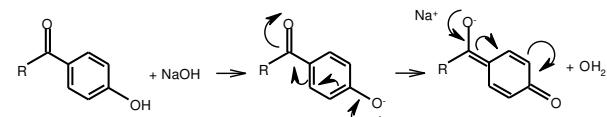
Spektrum UV-Vis (Gambar 3.1) menunjukkan 2 puncak serapan yaitu pada 288 nm (pita II) dan 345 nm (pita I) yang identik dengan spektrum flavonoid [8].

Panjang gelombang 288 nm merupakan indikasi adanya eksitasi elektron dari $\pi-\pi^*$ yang merupakan kromofor khas sistem ikatan rangkap terkonjugasi (-C=C-C=C-) pada cincin aromatik. Sedangkan panjang gelombang 345 nm (pita I) menunjukkan adanya eksitasi elektron dari $n-\pi^*$ yang merupakan kromofor khas untuk sistem terkonjugasi dari heteroatom dengan ikatan rangkap terkonjugasi (-C=C=O).



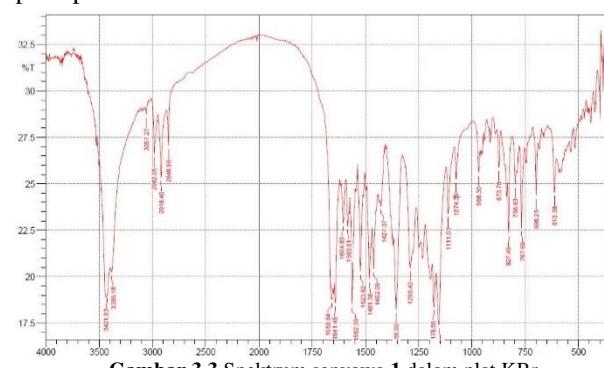
Gambar 3.1 Spektrum UV-Vis senyawa 1 dalam MeOH dan MeOH+NaOH

Setelah dilakukan penambahan NaOH dapat diketahui bahwa terjadi pergeseran merah atau batokromik pada pita I sebesar 115 nm dari panjang gelombang yang semula 345 nm menjadi 460 nm. Terjadinya pergeseran merah ini umumnya dipengaruhi oleh aiksokrom, seperti gugus -OH [9]. Gugus hidroksi tersebut yang merupakan pendorong elektron kemudian mengalami kesetimbangan keto-enol dengan gugus karbonil yang terletak pada posisi para (Gambar 3.2) [10].



Gambar 3.2 Kesetimbangan keto-enol dengan NaOH

Penambahan $AlCl_3$ sebagai pereaksi geser menyebabkan terjadinya pergeseran batokromik sebesar 71 nm. Dari data tersebut dapat diketahui bahwa senyawa 1 mempunyai gugus OH khelat dan sistem o-dihidroksi yang tersubstitusi pada kerangka dasar senyawa fenolat [11]. Analisis ini diperkuat oleh data pergeseran setelah penambahan CH_3COONa yang menunjukkan terjadinya pergeseran batokromik, begitupun setelah penambahan H_3BO_3 . Dari analisis spektra UV senyawa 1 dimungkinkan berupa senyawa golongan flavonoid yang memiliki khelat dan gugus hidroksi yang tersubstitusi pada posisi orto.



Gambar 3.3 Spektrum senyawa 1 dalam plat KBr

Analisis selanjutnya yaitu berdasarkan spektra inframerah (IR) pada bilangan gelombang 400-4000 cm^{-1} (Gambar 3.3) yang memperlihatkan pita-pita yang khas

untuk beberapa gugus fungsi. Pita-pita serapan yang dimaksud diantaranya pada bilangan gelombang 3421 cm^{-1} , 3057 cm^{-1} , 2982 cm^{-1} , 2918 cm^{-1} , 1658 cm^{-1} , 1462 cm^{-1} , 1290 cm^{-1} dan 1111 cm^{-1} . Serapan pita pada bilangan gelombang 3421 cm^{-1} merupakan ciri khas adanya gugus hidroksi terikat (-OH). Kemudian serapan pada bilangan gelombang 3057 cm^{-1} menunjukkan adanya gugus -CH sp^2 , diperkuat dengan serapan pada 1290 cm^{-1} yang merupakan serapan khas -CH sp^2 *bending*. Kedua pita tersebut diperkirakan teridentifikasi dari adanya cincin aromatik, hal ini dapat dilihat pula pada daerah *finger print* terdapat serapan yang khas cincin aromatik [12].

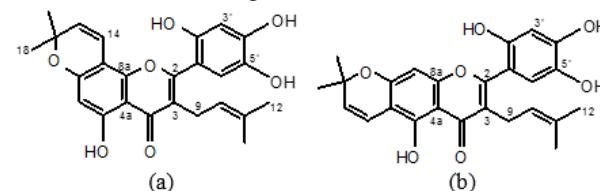
Sementara itu juga terdapat gugus -CH sp^3 , diketahui dari serapan khas pada bilangan gelombang 2918 - 2982 cm^{-1} dan diperkuat dengan adanya serapan khas -CH sp^3 *bending* pada bilangan gelombang 1462 cm^{-1} . Gugus -CH sp^3 ini merupakan gugus alifatik yang tersubstitusi pada kerangka dasar senyawa flavonoid. Serapan pita selanjutnya terdeteksi pada bilangan gelombang 1658 cm^{-1} yang menunjukkan ciri khas gugus karbonil terkhelat (C=O). Selanjutnya ditunjukkan adanya serapan pada bilangan gelombang 1111 cm^{-1} yang merupakan serapan khas gugus C-O eter [12]. Dengan demikian berdasarkan analisis spektra UV-Vis dan IR dapat diperoleh informasi bahwa senyawa **1** merupakan flavonoid yang memiliki substituen alkil dan hidroksi dengan sistem *o*-dihidroksi.

Analisis struktur berikutnya menggunakan NMR, baik $^1\text{H-NMR}$ maupun $^{13}\text{C-NMR}$. Proses analisis menggunakan pelarut DMSO dan diukur pada frekuensi 500 MHz. Data yang diperoleh berupa pergeseran (δ) $^1\text{H-NMR}$ dan $^{13}\text{C-NMR}$ yang berisi informasi tentang jenis lingkungan proton maupun karbon, multiplisitas dan jumlah proton atau integritas. Dalam $^1\text{H-NMR}$ juga dikenal data berupa konstanta kopling yang memberikan informasi berupa jarak antara 2 pergeseran pada serapan proton yang sama.

Analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa **1** berdasarkan sinyal-sinyal yang terdeteksi pada pergeseran kimia (δ_{H}) (ppm) $6,68$ (1H, *s*); $6,53$ (1H, *d*, $J=10,0\text{ Hz}$); $6,45$ (1H, *s*); $6,21$ (1H, *s*); $5,70$ (1H, *d*, $J=10,0\text{ Hz}$); $5,06$ (1H, *t*, $J=15,0\text{ Hz}$); $3,04$ (2H, *d*, $J=5,00\text{ Hz}$); $1,56$ (3H, *s*) dan $1,41$ (9H, *s*). Serapan proton pada pergeseran kimia (δ_{H}) $1,41$ ppm merupakan pergeseran dari 9 proton yang memiliki jenis lingkungan hampir sama. Serapan tersebut berada pada daerah *upfield* sehingga dapat diketahui bahwa 9 proton tersebut merupakan 3 gugus metil. Data pada pergeseran kimia (δ_{H}) $1,41$ dan $1,56$ ppm masing-masing sejumlah 3 proton dengan multiplisitas singlet; δ_{H} $5,06$ ppm sejumlah 1 proton dengan multiplisitas triplet yang memiliki konstanta kopling $15,0\text{ Hz}$ dan δ_{H} $3,04$ ppm sejumlah 2 proton dengan multiplisitas duplet yang memiliki konstanta kopling masing-masing $5,0\text{ Hz}$ mengindikasikan adanya gugus prenil yang terikat pada kerangka dasar flavonoid. Pada genus *Artocarpus*, prenil secara khas tersubstitusi pada C-3 kerangka dasar flavonoid.

Serapan proton pada pergeseran kimia (δ_{H}) $1,41$ ppm sejumlah 6 proton; $6,53$ dan $5,70$ ppm masing-masing sejumlah 1 proton dengan multiplisitas duplet yang memiliki konstanta kopling masing-masing $10,0\text{ Hz}$, merupakan data yang identik dengan pergeseran kimia gugus kromen. Gugus kromen dapat tersubstitusi secara

linear maupun angular terhadap kerangka dasar flavonoid (Gambar 3.4), yang kemudian dibuktikan dengan analisis serapan karbon. Sementara itu, serapan proton pada δ_{H} $13,19\text{ ppm}$ sejumlah 1 proton dengan multiplisitas singlet menunjukkan adanya khelat hidroksi. Serapan pada δ_{H} (ppm) $8,54$; $9,25$ dan $9,45$ masing-masing sejumlah 1 proton dengan multiplisitas singlet menunjukkan 3 gugus hidroksi yang tersubstitusi pada cincin B dengan 2 hidroksi terikat secara *o*-dihidroksi. Dengan demikian dari analisis spektrum $^1\text{H-NMR}$ disarankan senyawa **1** memiliki struktur sebagai berikut:



Gambar 3.4 Posisi gugus kromen terhadap kerangka dasar flavonoid:
(a) kromen tersubstitusi angular dan (b) kromen tersubstitusi linear.

Analisis spektrum $^{13}\text{C-NMR}$ memperlihatkan sinyal-sinyal pada pergeseran kimia (δ_{C}) (ppm) $181,80$; $161,63$; $160,90$; $158,46$; $151,70$; $148,75$; $148,48$; $138,01$; $131,31$; $127,66$; $121,44$; $119,84$; $116,07$; $114,15$; $109,24$; $104,20$; $103,86$; $100,44$; $98,78$; $78,06$; $27,68$; $25,47$; $23,69$ dan $17,35$. Adanya pergeseran pada δ_{C} $181,80$ ppm merupakan data khas untuk karbonil terkhelat dari suatu senyawa flavonoid. Dari data pergeseran kimia diatas yang diantaranya adalah δ_{C} (ppm) $119,84$; $23,69$; $121,44$; $131,31$; $25,47$ dan $17,35$ menunjukkan pola yang sama dengan serapan karbon untuk gugus prenil. Serapan lainnya yaitu pada δ_{C} $78,06$ ppm merupakan serapan khas kromen, diperkuat oleh adanya serapan pada δ_{C} (ppm) $100,44$; $114,15$; $127,66$ dan $27,68$. Pergeseran kimia δ_{C} $27,68$ ppm merupakan serapan khas metil pada kromen.

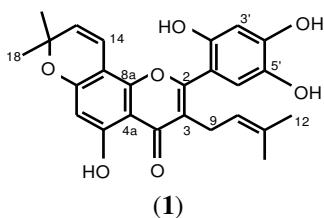
Untuk mengetahui posisi kromen terhadap kerangka dasar flavonoid dapat ditinjau dari serapan karbon. Jika terdapat serapan karbon (δ_{C}) di sekitar 95 ppm maka dapat diindikasikan merupakan kromen dengan posisi linear terhadap kerangka dasar flavonoid. Akan tetapi, jika serapan karbon terdeteksi pada δ_{C} 98 ppm atau lebih maka diindikasikan kromen tersubstitusi pada posisi angular terhadap kerangka dasar flavonoid [13]. Pada penelitian ini, tidak terdapat serapan karbon pada δ_{C} sekitar 95 ppm sehingga dapat disarankan posisi kromen adalah angular. Struktur seperti ini identik dengan struktur senyawa artonin E yang telah dilaporkan sebelumnya, sehingga perlu adanya perbandingan spektrum NMR antara senyawa **1** dengan artonin E (Tabel 3.1).

TABEL 3.1 DATA PERBANDINGAN PERGESERAN (δ) $^1\text{H-NMR}$ DAN $^{13}\text{C-NMR}$ SENYAWA **1** DAN ARTONIN E [13]

| No. | δ_{H} (ppm) | | δ_{C} (ppm) | |
|-----|--|--|---------------------------|-----------|
| | Senyawa 1 | Artonin E | Senyawa 1 | Artonin E |
| 2 | - | - | 161,63 | 163,2 |
| 3 | - | - | 119,84 | 122,0 |
| 4 | - | - | 181,80 | 183,9 |
| 4a | - | - | 104,20 | 105,9 |
| 5 | - | - | 160,90 | 162,7 |
| 6 | 6,21 (1H, <i>s</i>) | 6,14 (1H, <i>s</i>) | 98,78 | 100,1 |
| 7 | - | - | 158,46 | 160,5 |
| 8 | - | - | 100,44 | 102,2 |
| 8a | - | - | 151,70 | 153,8 |
| 9 | 3,04 (2H, <i>d</i> , $J=5,0\text{ Hz}$) | 3,11 (2H, <i>brd</i> , $J=7,0\text{ Hz}$) | 23,69 | 24,9 |

| | | Hz) | | |
|----|--|--|--------|-------|
| 10 | 5,06 (1H, <i>t</i> , <i>J</i> =15,0 Hz) | 5,10 (1H, <i>m</i>) | 121,44 | 122,6 |
| 11 | - | - | 131,31 | 133,0 |
| 12 | 1,56 (3H, <i>s</i>) | 1,59 (3H, <i>brs</i>) | 25,47 | 25,9 |
| 13 | 1,41 (3H, <i>s</i>) | 1,41 (3H, <i>brs</i>) | 17,35 | 17,6 |
| 14 | 6,53 (1H, <i>d</i> , <i>J</i> =10,0 Hz) | 6,61 (1H, <i>d</i> , <i>J</i> =10,0 Hz) | 114,15 | 115,8 |
| 15 | 5,70 (1H, <i>d</i> , <i>J</i> =10,0 Hz) | 5,59 (1H, <i>d</i> , <i>J</i> =10,0 Hz) | 127,66 | 128,2 |
| 16 | - | - | 78,06 | 79,1 |
| 17 | 1,41 (6H, <i>s</i>) | 1,43 (6H, <i>s</i>) | 27,68 | 28,4 |
| 18 | - | - | - | 28,4 |
| 1' | - | - | 109,24 | 111,7 |
| 2' | - | - | 148,75 | 150,1 |
| 3' | 6,45 (1H, <i>s</i>) | 6,45 (1H, <i>s</i>) | 103,86 | 104,7 |
| 4' | - | - | 148,48 | 150,0 |
| 5' | - | - | 138,01 | 139,4 |
| 6' | 6,68 (1H, <i>s</i>) | 6,69 (1H, <i>s</i>) | - | 117,2 |

Berdasarkan analisis perbandingan ¹H-NMR dan ¹³C-NMR dinyatakan bahwa senyawa **1** memiliki pergeseran yang sama dengan artonin E sehingga dapat disimpulkan senyawa **1** merupakan artonin E yang telah dilaporkan pada penelitian sebelumnya dengan struktur senyawa sebagai berikut:



IV. KESIMPULAN

Senyawa artonin E (**1**) berupa serbuk berwarna kuning dengan titik leleh 205-206 °C berhasil diisolasi dari kulit akar *A. elasticus* yang berasal dari Alor, Nusa Tenggara Timur (NTT). Senyawa tersebut merupakan senyawa yang baru ditemukan pada spesies ini akan tetapi pernah dilaporkan pada penelitian sebelumnya dari spesies lain.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis mengucapkan terima kasih kepada tim penelitian Laboratorium Kimia Bahan Alam dan Sintesis, Jurusan Kimia FMIPA ITS serta semua pihak yang turut membantu.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] Heyne, K. (1987). *Tumbuhan Berguna Indonesia, Jilid 3*. Jakarta: Departemen Kehutanan.
- [2] Hari, A., Revikumar, K. G., Divya, D. (2014). *Artocarpus*: A Review of Its Phytochemistry and Pharmacology. *Journal of Pharma Search*, 9 (1), 7.
- [3] Jagtap, U. B. dan Bapat, V. A. (2010). *Artocarpus*: A Review of Its Traditional Uses, Phytochemistry and Pharmacology. *Ethnopharmacol* 129 (2), 142-66.
- [4] Musthapa, I., Lia, D., Juliawaty, Syah, Y. M., Hakim, E. H., Latip, J., Ghisalberti, E. L. (2009). An Oxepinoflavone from *Artocarpus elasticus* with Cytotoxic Activity. *Arch Pharm Res*. 32(3), 191-194.
- [5] Boonphong, S., Baramee, A., Kittakoop, P., Puangsombat, P.. (2007). Antitubercular and Antiplasmodial Prenylated Flavones from The Roots of *Artocarpus altilis*. *Chiang Mai J. Sci*. 34, 339-344.
- [6] Wu, D., Mei, H., Tan, P., Lu, W., Zhu, J., Wang, W., Huang, J., Li, J. (2015). Total Synthesis of The 2-Arylbenzo[b]furan-Containing Natural Products from *Artocarpus*. *Tetrahedron Letter*.
- [7] Alfinda, N. K. (2008). *Buku Ajar Fitokimia*. Surabaya: Airlangga University Press.
- [8] Markham, K.R. (1988). *Cara Mengidentifikasi Flavonoid*. Bandung: Institut Teknologi Bandung.
- [9] Cairns, D. (2008). *Intisari Kimia Farmasi, Edisi 2*. Jakarta: EGC/
- [10] Ito, C., Miyamoto, Y., Nakayama, M., Kawai, Y. (1997). A Novel Depsidone and Some New Xanthones from *Garcinia* Spesies. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*. 45 (9), 1403-1413.
- [11] Purwaningsih, Y. dan Ersam, T. (2007). Senyawa Santon Sebagai Antioksidan dari Kayu Batang *Garcinia tetranda* Pierre. *Acta Kimindo* 2, 103-108.
- [12] Robinson, J. W., Frame, E. M. S., Frame II, G. M. (2005). *Undergraduate Instrumental Analysis, Sixth Edition*. New York: Marcel Dekker.
- [13] Jayasinghe, U. L. B., Samarakoon, T. B., Kumarihamy, B. M. M., Hara, N., Fujimoto, Y.. (2008). Four New Prenylated Flavonoids and Xanthones from The Root Bark of *Artocarpus nobilis*. *Fitoterapia* 79, 37-41.