

**ISOLASI SENYAWA TRITERPENOID DARI
BUNGA ARTOCARPUS COMMUNIS
(KLUWEH)**



SKRIPSI

Oleh :

Nama : M. CHOLID DJUNAJDI
NIM : J. 301 88 0133

**FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS DIPONEGORO
SEMARANG
1994**

Lembar Pengesahan I

Judul Skripsi : ISOLASI SENYAWA TRITERPENOID DARI BUNGA
Artocarpus communis (KLUWEH)

Nama : M. Cholid Djunaidi

N I M : J 301 88 0133

Tanggal lulus ujian sarjana : 8 Juli 1994

Semarang, Juli 1994

Panitia Penguji Ujian Sarjana

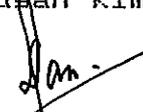
Jurusan Kimia



Drs. Damih Sumardjo

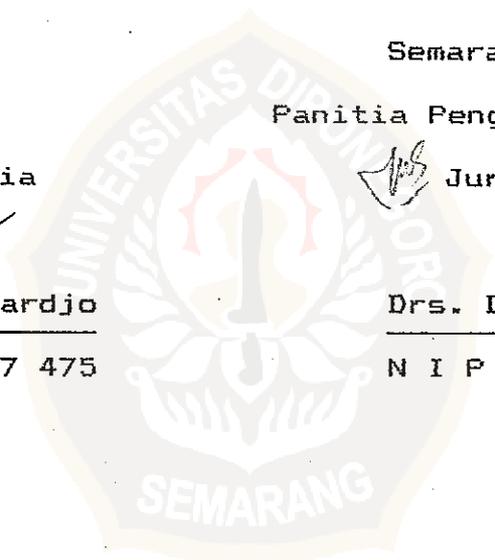
N I P : 130 237 475

Jurusan Kimia



Drs. Damih Sumardjo

N I P : 130 237 475



Lembar Pengesahan II

Judul Skripsi : ISOLASI SENYAWA TRITERPENOID DARI BUNGA
Artocarpus communis (KLUWEH)

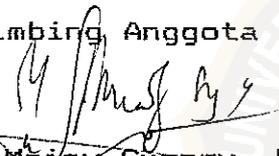
Nama : M. Cholid Djunaidi

N I M : J 301 88 0133

Telah selesai dan layak untuk mengikuti ujian sarjana.

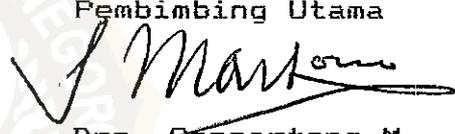
Semarang, Juni 1994

Pembimbing Anggota


Dra. Mainy Suzery, MS

N I P : 131 835 921

Pembimbing Utama


Drs. Soemartono M., Apt

N I P : 130 257 002

RINGKASAN

Telah dilakukan isolasi terhadap kandungan senyawa triterpenoid di dalam bunga Artocarpus communis (Familia : Moraceae)

Isolasi dilakukan dengan ekstraksi soklet menggunakan pelarut kloroform. Pemurnian selanjutnya dilakukan dengan kromatografi kolom, sebagai adsorben dipakai silika gel dan sebagai eluent adalah kloroform, dan dilanjutkan dengan rekristalisasi menggunakan pelarut eter, diperoleh kristal sisik berwarna putih dengan titik leleh 99° - 100° C.

Dengan melakukan pendekatan kemotaksonomi dan dengan pengujian spektroskopi IR, UV, NMR dan Massa serta perbandingan data literatur menunjukkan bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa Sikloartenil asetat (kelompok triterpenoid).



SUMMARY

It has been done isolation of containing triterpenoid compound in flower Artocarpus Communis (Familia:Moraceae).

Isolation was done by soxlet extraction with chloroform as solvent. The next purification of extraction by coulomn chromatography with silica gel as an adsorben and chloroform as an eluent, followed by recrystalisation with eter and gave a herb cristal with m.p. $99^{\circ} - 100^{\circ}C$.

By chemotaxonomy approach, and in comparation with literature data, and by examination spectroscopy IR, UV, NMR and Massa, the compound as the result of isolation is Cycloartenyl acetate (triterpenoid group)



KATA PENGANTAR

Segala puji, penulis panjatkan kepada Allah SWT yang telah mengizinkan penulis untuk menyelesaikan Tugas Akhir sebagai syarat lulus pendidikan Strata-1.

Tugas Akhir ini, merupakan perjuangan yang panjang dari penulis yang didukung oleh semua pihak. Oleh sebab itu, dalam halaman ini penulis ucapkan terimakasih tiada terkira kepada :

1. Drs. Sumartono Marsigit Apt., selaku pembimbing I yang telah memberikan motivasi dan bimbingan selama penyelesaian Tugas Akhir ini.
2. Dra. Meiny Suzery C., MS selaku dosen pembimbing yang dengan kesabaran tiada batas membimbing penulis mulai dari nol sampai penulis menyelesaikan Tugas Akhir ini.
3. Prof. Dr. Syamsul Arifin Ahmad, yang telah memberikan saran-saran berarti buat penulis sehingga penulis mendapatkan jalan keluar dari masalah serius yang penulis hadapi.
4. Dr. Mulya Hadi S., yang telah membantu mempercepat penyelesaian Tugas Akhir ini.
5. Laboran Laboratorium, baik itu Laboratorium Kimia Dasar maupun Lab. Penelitian yang telah membantu dalam penyediaan sarana penelitian.

6. Semua pihak yang telah memberikan motivasi, dorongan moril yang merupakan nyawa penulis dalam menyelesaikan Tugas Akhir ini.

Semoga semua amal baik mendapatkan balasan berlipat dari-Nya. Amin.

Semarang, Juli 1994

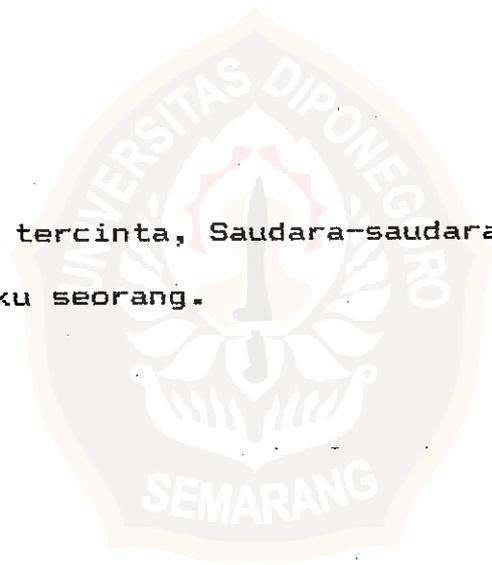
Penulis



HALAMAN PERSEMBAHAN

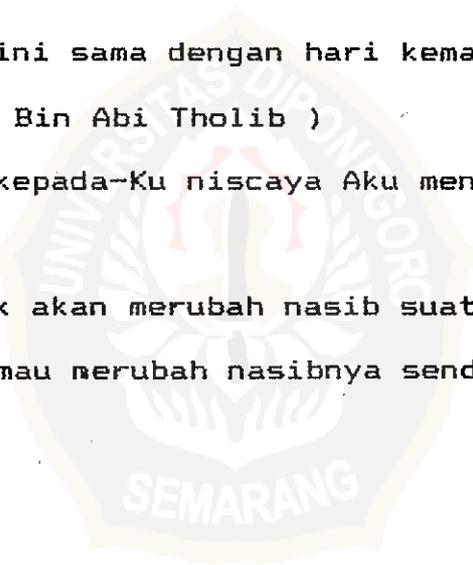
Kupersembahkan Tugas Akhir sebagai prestasi terakhirku
di Universitas Diponegoro kepada :

Ayah Bunda ku tercinta, Saudara-saudaraku tersayang, dan
untuk adinda ku seorang.



MOTTO

1. Jer Basuki Mowo Beo
2. Jika hari ini sama dengan hari kemarin, maka merugilah dia (Ali Bin Abi Tholib)
3. Berdoalah kepada-Ku niscaya Aku mengabulkannya.
(Alqur'an)
4. Allah tidak akan merubah nasib suatu kaum jika kaum itu tidak mau merubah nasibnya sendiri (Alqur'an)

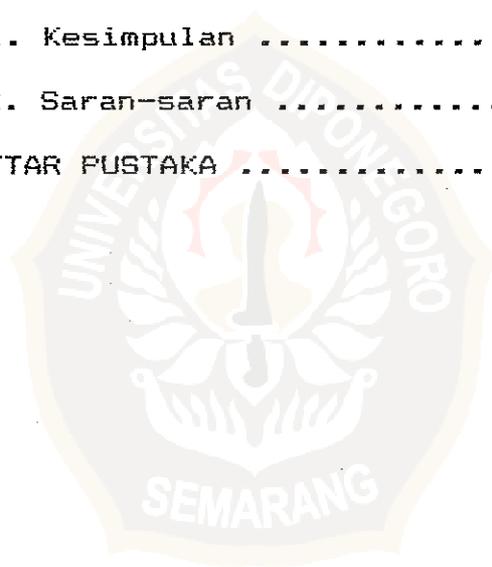


DAFTAR ISI

	halaman
Halaman Judul	-
Lembar Pengesahan I.....	i
Lembar Pengesahan II	ii
Ringkasan.....	iii
Summary	iv
Kata Pengantar	v
Halaman Persembahan	vii
Motto	viii
Daftar Isi	ix
Daftar Gambar	xii
BAB I : PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang Penelitian	1
1.2. Tujuan Penelitian	2
BAB II : TINJAUAN PUSTAKA	4
2.1. Tumbuhan Kluweh (<u>Artocarpus commu-</u> <u>nis</u>)	4
2.2. Triterpenoid	8
2.3. Kemotaksonami Triterpenoid	11
2.4. Isolasi dan Pemurnian	14
2.5. Identifikasi Triterpenoid Secara - Spektroskopi	17
BAB III : METODOLOGI DAN PENELITIAN	19
3.1. Sampel, Bahan dan Alat	19
3.1.1. Lokasi Sampel.....	19

3.1.2. Bahan-bahan Kimia	19
3.1.3. Alat-alat yang Digunakan	20
3.2. Metode Kerja	20
3.2.1. Di Laboratorium	20
3.2.1.1. Pembuatan Pereaksi yang digunakan untuk Identifikasi Golon- gan Senyawa	21
3.2.1.2. Pembuatan Peralatan yang Digunakan un- tuk Kromatografi Lapis Tipis dan Kro- matografi Kolom...	21
3.2.1.3. Pemeriksaan Golongan Senyawa	23
3.2.1.4. Pembuatan dan Peme- riksaan Ekstrak dari Bunga <u>Artocarpus-</u> <u>communis</u> terhadap Se- nyawa Golongan Tri- terpenoid	24
3.2.1.5. Isolasi dan Pemurnian Kandungan Kimia Eks- trak	25
3.2.1.6. Analisis Hasil Isola- si dengan Kromatogra-	

	fi Lapis Tipis serta-	
	Uji titik leleh	26
	3.2.1.7. Analisis spektroskopi	
	Senyawa Hasil Isola-	
	si	27
BAB IV	: HASIL DAN PEMBAHASAN	29
	4.1. Hasil Survei Fitokimia Bunga <u>Artocar-</u>	
	<u>carpus communis</u>	29
	4.2. Hasil Isolasi Triterpenoid dari Bu-	
	nga <u>Artocarpus communis</u>	29
BAB V	: KESIMPULAN DAN SARAN	41
	5.1. Kesimpulan	41
	5.2. Saran-saran	41
BAB VI	: DAFTAR PUSTAKA	42



DAFTAR GAMBAR

	halaman
Gambar 2.1. Biosintesa Senyawa Triterpenoida	11
Gambar 4.1. Spektrum IR Senyawa Hasil Isolasi.....	34
Gambar 4.2. Spektrum UV Senyawa Hasil Isolasi	35
Gambar 4.3. Spektrum NMR Senyawa Hasil Isolasi ...	36
Gambar 4.4. Spektrum Massa Senyawa Hasil Isolasi .	39
Gambar 4.5. Struktur Senyawa Sikloartenil Asetat .	40



BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang Penelitian

Pada dekade terakhir ini telah berkembang suatu ilmu yang dikenal dengan istilah fitokimia yang merupakan satu disiplin ilmu tersendiri diantara Kimia Organik Bahan Alam dan Biokimia tumbuhan yang berkaitan erat dengan keduanya. Bidang perhatiannya adalah aneka ragam senyawa organik yang dibentuk dan ditimbun oleh tumbuhan, yaitu mengenai struktur kimia, biosintesa, perubahan serta metabolisme, penyebaran secara alamiah dan aktifitas biologisnya. (Harborne , J.B., 1987)

Sumbangan utama telaah fitokimia yang tak dapat diragukan lagi adalah pada penentuan struktur, asal-usul biosintesis, dan ragam kerja hormon tumbuhan alam. Pada senyawa tumbuhan baru biasanya dapat ditentukan strukturnya berdasarkan pengukuran spektrum dan kromatografi, terutama yang bertalian dengan spektrum dan kromatografi senyawa yang sudah dikenal dalam deret yang sama. (Harborne, J.B., 1987). Selain itu pendekatan kemotaksonomi dapat juga dilakukan, yaitu tumbuhan yang mempunyai kekerabatan dari segi taksonominya, kemungkinan mengandung zat-zat yang sama atau mirip dari segi kimianya. (Sutarjadi, 1991)

Sebagai salah satu negara yang mempunyai kawasan hutan tropis yang luas dan sangat kaya keanekaragaman

hayati, maka masalah pemanfaatan sumber daya hayati ini sebagai sumber bahan kimia perlu dikembangkan. Potensi dan keunggulan dari sumber daya hayati yang menyusun hutan tropis sebagai sumber daya kimia, yang menghasilkan bahan-bahan kimia yang berguna, dan sekaligus sebagai sumber pengetahuan kimia serta ilmu lain yang terkait perlu digali dan dimanfaatkan.

Sebagai sumber daya kimia, sebagian besar keanekaragaman hayati yang menyusun hutan tropis masih belum dikenal. Dari 25.000 jenis tanaman yang ada, 95 % nya belum diselidiki sumber daya kimianya. Begitu pula halnya dengan hutan Tropis Indonesia, yang merupakan salah satu dari tujuh negara "megadiversity" ditinjau dari segi keanekaragaman hayati. (Natpro, 1993)

Salah satu contohnya adalah tumbuhan Artocarpus communis. Artocarpus communis (Kluweh) merupakan tanaman hutan tropis (tanaman asli Asia Pasifik) yang belum banyak diteliti , walaupun tanaman ini telah banyak dimanfaatkan dalam kehidupan.

Oleh sebab itu perlu dilakukan penelitian terhadap tumbuhan ini, baik dari segi kandungan bahan kimianya maupun pemanfaatan lebih lanjut dari penelitian tersebut.

1.2. Tujuan Penelitian

Penelitian ini selain untuk mengisolasi dan mengidentifikasi senyawa triterpenoid yang ada dalam tumbuhan Artocarpus communis, juga untuk membuktikan bahwa

pendekatan kemotaksonomi dapat dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa dalam suatu tanaman. (Dilaporkan bahwa kandungan senyawa triterpenoid dalam genus *Artocarpus* adalah sikloartenon, sikloartenol, dan sikloartenil asetat- Pavanadasivam, G., and M. Unais, 1973)



BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

2.1. Tumbuhan Kluweh (Artocarpus communis)

Tanaman Kluweh (Artocarpus communis) atau bread fruit (Inggris), atau Kelur (Malaysia), Sukun biji (Timur), Timbul (Jakarta), merupakan salah satu tanaman penghasil buah yang terpenting di dunia. Kluweh termasuk tanaman tropis (tumbuhan asli Asia Pasifik dan Asia Tropis). Tumbuh sejak jaman purba. Bentuk pohon sangat bagus, tingginya dapat mencapai 40 - 60 ft (sekitar 30 m) warna kayu kuning, daun menjari berbentuk bulat telur sampai bulat, panjang, tebal dan kasar, berwarna hijau gelap (bagian atas) dan bagian bawah berwarna hijau muda. Bunga merupakan bunga majemuk; bunga betina dengan bakal buah panjangnya 8 - 10 cm dan 5 - 7 cm, bunga jantan dengan benang sari berbentuk gada panjangnya 15 - 25 cm berwarna kuning, setelah penyerbukan bunga jantan mengering dan jatuh. Buah merupakan buah semu majemuk yang berduri sebesar buah melon dengan diameter 10 - 30 cm, berbentuk silinder sampai bundar dengan kulit buah berwarna kuning kehijauan, berdaging buah yang mengandung air. Penyebaran melalui biji, biji menempati daging buah berwarna coklat, membulat atau rata dengan panjang 2,5 cm, dalam setiap buah terdapat 20 - 60 biji. Buah dan biji dapat dimakan. Pohon akan menggugurkan daun pada kondisi kering, sedang pada kondisi basah akan melepaskan buah.

Tanaman Kluweh tumbuh baik pada daerah iklim tropik yang basah (temperatur 20° - 40°). Curah hujan : 2000 sampai 3000 mm, dengan kelembaban relatif: 70% - 90% . Pohon tumbuh paling baik pada daerah cukup kedalaman, drainase baik, endapan basah yang kaya akan humus. Pohon Kluweh ditemukan juga pada daerah tanah berbukit (1500 m) dan dipulau karang serta di tepi hutan Papua Nugini . (Verhij, E.W.M., dan Coromel, R.E., 1991)

Kluweh (Artocarpus communis) termasuk Familia Moraceae. Famili ini terdiri dari kurang lebih 53 marga dengan kurang lebih 1400 spesies (Varishta, P.C., 1987) kebanyakan pohon tropis dan sub tropikal dan semak, serta sejumlah kecil tumbuhan bumbu. Beberapa genus (marga) Familia Moraceae yang penting adalah :

- Artocarpus, Ficus, Antiaris, Maclura, Myriantus, Treculia, Brossontia, Brosimum, Castilloa, Chlorophora, Cannabis, Cecropia, Streblus, Ogcodeis. (Heynne, K., 1987) dan Humulus (Hegnauer, R., 1948)

Dari beberapa marga diatas tanaman marga Artocarpus banyak dijumpai di Indonesia khususnya di Pulau Jawa. Artocarpus mempunyai kurang lebih 9 spesies, salah satunya adalah Artocarpus communis (Kluweh).

Sistematika tanaman Kluweh adalah sebagai berikut :

Devisio : Lignosae
 Sub devisio : Angiospermae
 Class : Dycotyledone

Sub class : Monochlanydeae
 Ordo : Urticales
 Familia : Moraceae
 Genus : Artocarpus
 Spesies : Artocarpus Communis

(Varishta, P.C., 1987)

Selain Artocarpus communis, terdapat spesies-spesies lain seperti: Artocarpus integra, Artocarpus champedae, Artocarpus elastica, Artocarpus lakoocha, dan lain-lain.

Kegunaan tanaman Kluweh :

Kayu : Kayu dapat digunakan sebagai bahan bangunan, tetapi mungkin tidak begitu baik, bahkan menurut Rumphius kayu Kluweh buruk dan tidak bermutu. Warna kayu kuning dan digunakan untuk menolak semut putih, walaupun tidak keras. (Burkill, 1935)

Kulit : Kulit banyak mengandung serat, di Filiphina digunakan untuk tali temali.

Getah : Getah digunakan untuk mendempul perahu, di Pulau Pasifik setelah diberi warna digunakan untuk mengecat kano juga digunakan untuk pulut burung.

Daun : Abu daun yang dibakar dicampur dengan sedikit minyak kelapa dan kunyit (curcuma) oleh orang Ambon digunakan untuk mengobati penyakit yang disebut gumutu mengate. Campuran tersebut dioleskan pada kulit yang sakit.

Menurut Van der Burg daun yang tua setelah

dipanggang di atas api, kemudian diremas-remas dengan air, digunakan sebagai obat luar pada sakit pembesaran limpa (milt).(Heyne,K.,1987)

- Bunga : Untuk menyembuhkan sakit gigi dapat digunakan bunga yang dibakar sampai menjadi arang. Bahan tersebut dapat dioleskan pada gusi yang sakit. Menurut Rumphius di Jawa Barat bunga kering dapat digunakan untuk pembuatan upet (lont.) (Heyne, K.,1987). Di Jawa, bunga digunakan sebagai rabuk. (Burkill, 1935)
- Biji : Biji setelah dibenamkan dalam abu panas atau direbus merupakan makanan yang penting untuk orang biasa, terutama di kepulauan sebelah tenggara Nusantara. (Heyne, K., 1987)
- Akar : Akar Artocarpus communis dengan kulit tumbuhan Ficus wassa setelah dimasak dengan air, kemudian diminum sebagai rebusan dapat menyembuhkan murus darah. (Heyne, K., 1987)

Kandungan bahan kimia dalam Kluweh

Bagian dari tumbuhan yang telah terbukti mengandung bahan kimia adalah kayu, latex (getah) dan biji.

Kayu : Triterpenoid, yaitu β amirin asetat dan β amirin

Getah : Serilalkohol

Biji : Minyak biji (samenole), yaitu : asam linoleat, asam linolenat dan minyak (lemak cair) juga asam jenuh (gessattige sauren) dengan komposisi

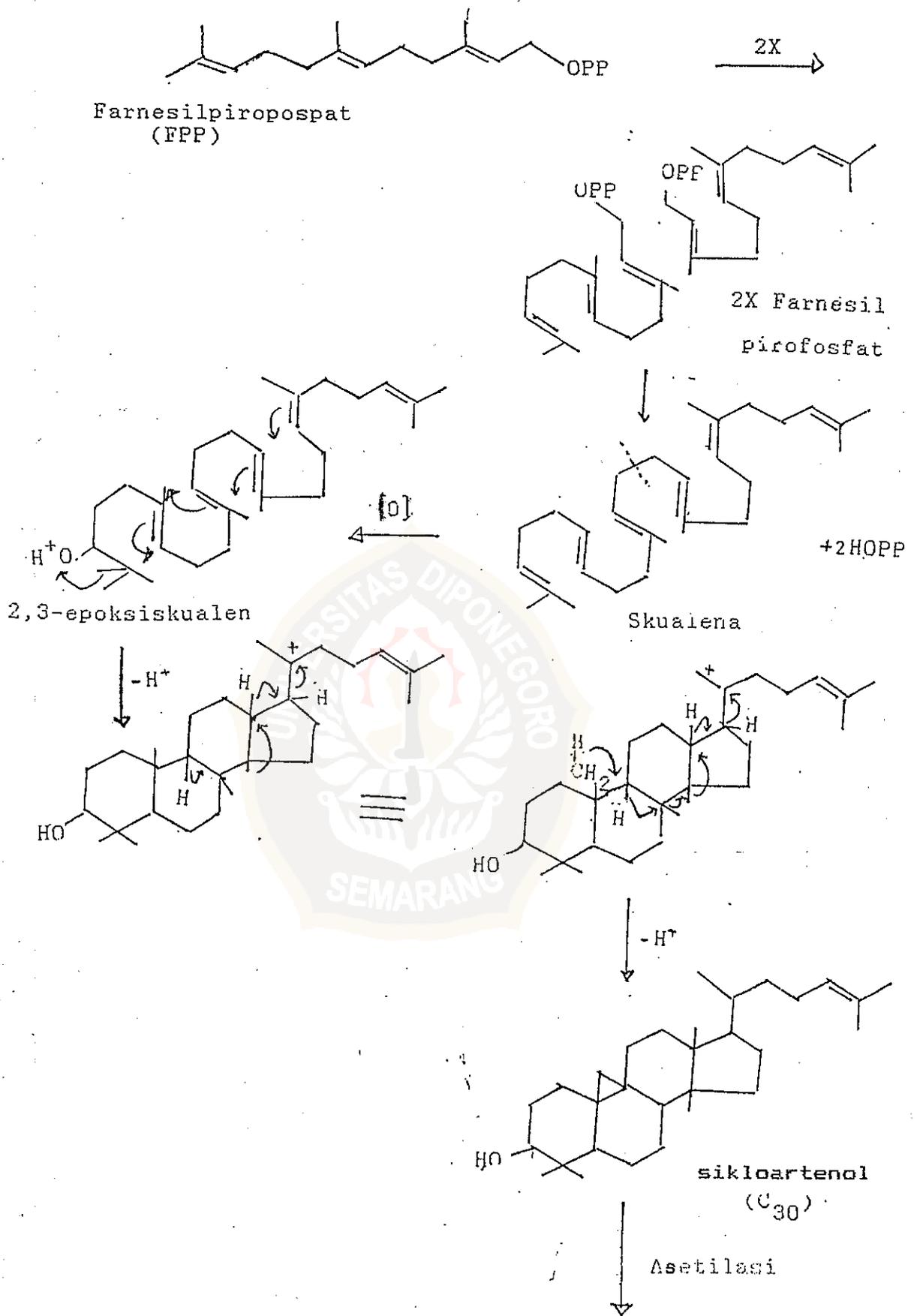
karbon C_{16} , C_{18} dan di atas C_{18} . (Hegnauer, 1948)

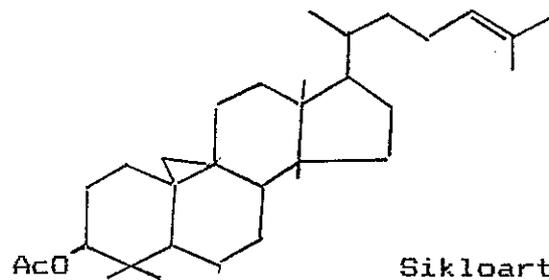
2. 2. Triterpenoid

Triterpenoid merupakan terpenoida tingkat tinggi. Sedangkan terpenoida secara biosintesis, berasal dari molekul isoprenoid $CH_2=C(CH_3)-CH=CH_2$ dan kerangka karbonnya dibangun oleh penggabungan dua atau lebih satuan C_5 ini. Dari penggabungan ini terpenoida diklasifikasikan atas beberapa macam senyawa, mulai dari komponen minyak atsiri ($C_{10} = 2 \times C_5$ dan $C_{15} = 3 \times C_5$), diterpena yang lebih sukar menguap ($C_{20} = 4 \times C_5$) sampai senyawa yang tidak menguap, yaitu triterpenoid dan sterol ($C_{30} = 6 \times C_5$) serta pigmen karotenoida ($C_{40} = 8 \times C_5$). (Manito, P., 1992; Harborne, J.B., 1987)

Dari penelitian J.W. Conforth, isoprenoid yang terlibat dalam biosintesa terpenoid adalah isopentenil pirofosfat (IPP) dan dimetilalil pirofosfat (DMAPP). IPP dan DMAPP berasal dari asam mevalonat (MVA). (Ahmad, S.A., 1986; Harborne, J.B., 1987). Sedangkan senyawa-senyawa triterpenoid berasal dari MVA melalui 2,3 epoksi skualena (Manito, P., 1992)

Triterpenoid adalah senyawa berstruktur siklik yang nisbi rumit, terdiri dari 20 jenis kerangka yang tergantung pada kecenderungan skualena dengan keenam ikatan rangkapnya dalam melakukan multsiklisasi. Kebanyakan berupa alkohol, aldehida atau asam karboksilat. Merupakan senyawa tan warna, berbentuk kristal, seringkali bertitik





Gambar 2.1. Biosintesa senyawa triterpenoid

Triterpenoid sikloartenol merupakan senyawa antara untuk sintesis steroid dalam jaringan tumbuhan misalnya kolesterol (Manito, P.,1992), sedangkan sikloartenil aasetat jarang ditemukan dalam jaringan tumbuhan, namun senyawa ini dilaporkan terdapat dalam tumbuhan Artocarpus heterophyllus (nangka) dan Artocarpus nobilis. (Pavanasasivam, G., and M. Unais, 1973)

2.3. Kemotaksonomi Triterpenoid

Banyak triterpenoid dikenal dalam tumbuhan dan secara berkala senyawa baru ditemukan dan dicirikan. Sampai saat ini hanya beberapa saja yang diketahui tersebar luas, seperti α -amirin dan β -amirin serta asam turunannya yang terdapat dalam lapisan malam daun dan dalam buah. Triterpenoid juga terdapat dalam damar, kulit batang dan getah. (Harborne,J.B., 1987)

Karena triterpenoid berasal dari tumbuhan, maka studi taksonomi dan kemotaksonomi tumbuhan dapat menjadi pendukung atau penunjang yang cukup penting dalam penelitian triterpenoid.

Taksonomi merupakan ilmu yang mempelajari penyusunan atau klasifikasi tumbuhan tertentu secara sistematis

berdasarkan ciri-ciri strukturnya. (Asjhada, T.F.,1986)
Tingkatan takson (klasifikasi) dari tingkat tertinggi sampai terendah diberi istilah divisio (devisi), class (kelas), ordo (bangsa), familia (suku), genus (marga), dan spesies (jenis).

Sedangkan kemotaksonomi tumbuhan ialah cabang ilmu taksonomi tumbuhan yang mempelajari secara khusus ciri-ciri kimiawi serta mengkaji kandungan zat-zat kimianya. (Sutarjadi, 1991)

Dalam kemotaksonomi tumbuhan dapat dibedakan jenis-jenis, suku, dan ras (bangsa) tumbuhan berdasarkan perbedaan kandungan kimia yang seringkali merupakan ciri khas jenis tumbuhan bersangkutan. Ras kimiawi tumbuhan yang mengandung atau menghasilkan triterpenoid merupakan hal yang menarik untuk dipelajari dan dikaji lebih lanjut.

Berikut ini adalah kemotaksonomi berbagai spesies tumbuhan dari suku Moraceae yang banyak terdapat di kepulauan Indonesia (Heyne, K. , 1950 ; Pavanasasivam, G., and M. Unais, 1973)

No	Genus	Spesies	Jenis Triterpenoid	Asal
1.	Morus	<u>Morus bombycinus</u>	Lupeol	Daun
2.	Antiaris	<u>A. toxicaria</u>	α -amirinnamat	Damar
			α -amirinstearat	Damar
3.	Artocarpus	<u>A. heterophylla</u>	sikloartenol	K.Kayu Buah
			sikloartenon	K.Kayu Buah
			sikloartenil aasetat	K.Kayu

		<u>A. lakoocha</u>	β -amirinasetat	Daun
			Lupeol	Daun
			sikloartenon	K.Kayu
			sikloartenol	K.Kayu
		<u>A. communis</u>	β -amirinasetat	Kayu
			α -amirin	Kayu
		<u>A. nobilis</u>	sikloartenon	K.Kayu
			sikloartenol	K.Kayu
			sikloartenil asetat	
		<u>A. altilis</u>	sikloartenon	K.Kayu
			sikloartenol	K.Kayu
			sikloartenil asetat	K.Kayu
		<u>A. chaplasha</u>	sikloartenil asetat	
4	Ficus	<u>F. carica</u>	α -amirin	Daun
			Lupeol	Daun
			β -amirin	Damar
			β -amirinasetat	Damar
		<u>F. macrophylla</u>	Moretenol	Daun
		<u>F. salicifolia</u>	Lupeol	Daun
		<u>F. sycomorus</u>	α -amirin	Daun
			Lupeol	Daun
		<u>F. macrophylla</u>	sikloartenil asetat	
5.	Maclura	<u>M. pomifera</u>	Lupeol	buah
			Butirospermol	buah
			3,2 Lupendeol	buah

Karena tumbuhan yang mempunyai kekerabatan dari segi taksonominya kemungkinan mengandung zat-zat sama atau mirip dari segi kimianya, maka penelitian triterpenoid tumbuhan dapat dilakukan pendekatan dari segi kemotaksonominya.

Dari data di atas dapat diketahui bahwa sikloartenil aasetat, sikloartenon, dan sikloartenol merupakan triterpenoid - triterpenoid yang berada dalam spesies - spesies tumbuhan *Artocarpus*. (Pavanasasivam, G., and M. Unais, 1973)

DISTRIBUSI SIKLOARTENOL DAN SENYAWA YANG BERHUBUNGAN DALAM SPECIES ARTOCARPUS

(Pavanasasivam, G., and M. Unais, 1973)

Kulit kayu dari	% Triterpenoid dalam kulit kayu		
	Sikloartenil aasetat	Sikloartenol	Sikloartenon
<i>A. nobilis</i>	1,2	0,24	0,006
<i>A. altilis</i>	0,68	0,07	0,005
<i>A. heterophyllus</i>	0,04	0,06	0,15
<i>A. lakoocha</i>	-	0,004	0,001
<i>A. nobilis</i>	0,02	0,01	0,001

2.4. Isolasi dan Pemurnian

Isolasi bahan alam dalam bentuk murni, merupakan hal yang menarik untuk dilakukan, karena tanaman/mikroorganisme paling sederhanapun mengandung campuran dari beberapa senyawa organik. (Roberts, R.M., 1979)

Prosedur klasik untuk memperoleh kandungan senyawa

organik dari jaringan tumbuhan kering (biji kering, akar, daun) adalah dengan mengekstraksi-sinambung serbuk bahan dengan alat soklet dengan menggunakan pelarut. (Harborne, J.B., 1987)

Kemudian sebelum senyawa organik dapat diidentifikasi dan diukur, perlu dilakukan pemisahan dari campurannya. Oleh karena itu, pemisahan merupakan langkah awal yang sangat penting dan akan menentukan keberhasilan tahap-tahap selanjutnya. (Roberts, R.M., 1979)

Pemisahan dan pemurnian kandungan tumbuhan terutama dilakukan dengan menggunakan salah satu dari empat teknik atau gabungan teknik kromatografi berikut : Kromatografi Kertas (Kkt), Kromatografi Lapis Tipis (KLT), Kromatografi Gas Cair (KGC), dan Kromatografi Cair Kinerja Tinggi (KCKT). (Harborne, J.B., 1987)

Kromatografi mencakup berbagai proses berdasarkan pada perbedaan distribusi dari penyusun cuplikan antara dua fasa, satu fasa tetap tinggal pada sistem (fasa diam) sedang fasa lainnya adalah fasa gerak.

Pemilihan teknik kromatografi sebagian besar bergantung pada sifat kelarutan dan keatsirian senyawa yang akan dipisah. (Harborne, J.B., 1987)

Kromatografi Lapis Tipis sering dijadikan pilihan pertama, karena bisa digunakan untuk mengetahui berapa jumlah komponen yang terdapat dalam cuplikan. (Sudjadi, 1988). Selain itu dalam penggunaannya memiliki

beberapa keunggulan dibandingkan Kkt. (Sastrohamidjoyo, H., H., 1985 ; Harborne, J.B., 1987). Meski begitu, semua teknik tersebut dapat digunakan pada skala mikro maupun makro. Untuk isolasi pada skala yang lebih besar dari itu, biasanya digunakan kromatografi kolom. Prosedur ini menghasilkan senyawa murni dalam skala gram.

(Harborne, J.B., 1987).

Seringkali senyawa padat hasil isolasi masih bercampur dengan zat pengotor lain, oleh karena itu untuk mendapatkan zat padat tersebut perlu dimurnikan terlebih dahulu. Cara yang sering dilakukan adalah metode rekristalisasi.

Prinsip dasar metode rekristalisasi adalah perbedaan kelarutan antara zat yang akan dimurnikan dengan kelarutan zat-zat yang tidak diinginkan (pengotor).

Campuran senyawa yang akan dimurnikan, dilarutkan dalam pelarut yang cocok (untuk senyawa yang diinginkan), umumnya dengan coba-coba atau dengan melihat dalam Hand Book. Langkah ini dilakukan pada temperatur titik didihnya. Selanjutnya, untuk memisahkan pengotor dari zat yang kita inginkan dilakukan penyaringan. Larutan (senyawa cair hasil saringan) diuapkan hingga jenuh, didiamkan (didinginkan) sehingga senyawa tersebut mengkristal. Kristal yang diperoleh disaring dan dikeringkan. (Roberts, R.M., 1979)

Pemilihan pelarut untuk rekristalisasi sangat penting karena diinginkan recovery maksimum dari zat padat.

Biasanya dipilih pelarut yang sedikit melarutkan dalam suhu dingin (suhu kamar) dan sangat melarutkan dalam suhu tinggi. (Roberts, R.M., 1979)

2.5. Identifikasi Triterpenoid secara Spektroskopi

Pada identifikasi suatu kandungan tumbuhan setelah kandungan itu diisolasi dan dimurnikan, pertama-tama harus ditentukan dahulu golongannya, kemudian barulah ditentukan jenis senyawa dalam golongan tersebut. Sebelum itu, keserbasamaan senyawa tersebut harus diperiksa dengan cermat, artinya senyawa harus membentuk bercak tunggal dalam beberapa sistem KLT dan atau KKt.

Identifikasi lengkap dalam golongan senyawa dapat ditentukan dengan uji warna, penentuan sifat fisis : titik leleh (untuk senyawa padat), titik didih (untuk cairan), putaran optik (untuk senyawa optis aktif), dan Rf atau RRt (pada kondisi baku). (Harborne, J.B., 1987)

Penentuan struktur dan identifikasi senyawa dilakukan dengan spektrometri UV, inframerah, massa, resonansi magnet inti.

Spektroskopi Infra merah (IR) mampu memberikan analisis gugus fungsional yang lengkap serta identifikasi senyawa organik dengan mudah dan cepat. Seluruh gugus fungsional suatu molekul memberikan absorpsi IR yang karakteristik. Tidak ada dua senyawa yang berbeda strukturnya mempunyai spektrum IR yang sama. Daerah pengukuran spektrum dalam spektrosfotometer IR adalah 1500

cm^{-1} - 400 cm^{-1} untuk daerah sidik jari dan daerah gugus fungsi pada 4000 cm^{-1} - 1500 cm^{-1} . Pada daerah sidik jari diperlihatkan puncak-puncak vibrasi yang khas (spesifik) dari suatu senyawa.

Spektroskopi UV memberikan informasi yang bermakna diagnostik, yaitu untuk mengetahui banyaknya sistem elektron π , adanya "conjugated unsaturation", serta adanya konjugasi dengan elektron non bonding. Spektrum serapan kandungan tumbuhan pada spektroskopi UV dapat diukur dalam larutan yang sangat encer dengan pembanding blanko pelarut serta menggunakan spektrofotometer yang merekam otomatis. Senyawa tawarna diukur pada panjang gelombang 200 sampai 400 nano meter (nm), senyawa berwarna pada jangka 200 sampai 700 nm. (Harborne, J.B., 1987)

Spektroskopi nmr (resonansi magnetik inti) mampu mendeteksi semua atom hidrogen dalam lingkungan kimia atom hidrogen, jumlah atom hidrogen dalam setiap lingkungan dan struktur gugusan yang berdekatan dengan setiap atom hidrogen.

Spektroskopi massa memberikan informasi tentang rumus molekul dari senyawa yang diperiksa juga dapat diketahui adanya gugus tertentu dalam molekul senyawa yang diperiksa. (Makin I.H., Mohamad, 1987)

Data-data spektrum yang satu harus saling mendukung dengan data spektrum lainnya agar dapat digunakan untuk menganalisa data.

BAB III

METODE PENELITIAN

3.1. Sampel, Bahan dan Alat

3.1.1. Lokasi Sampel

Sampel tumbuhan diambil di desa Bulu, Kecamatan Jepara, Kabupaten Jepara, Jawa Tengah, pada bulan Juli 1993.

Tumbuhan diambil bunganya, baik yang sudah jatuh maupun yang masih ada di pohon.

3.1.2. Bahan-bahan Kimia

Pelarut yang digunakan untuk ekstraksi yaitu yang berkualitas teknis, sedangkan untuk keperluan analisis dan kristalisasi digunakan yang berkualitas p.a.

Bahan-bahan yang digunakan adalah :

- Asam asetat anhidrat
- Asam sulfat pekat
- Asam sulfat 2 N
- Ammonium hidroksida
- Iodium
- Metanol
- Kloroform
- Kalium bikromat
- Pereaksi Wagner dan Mayer
- Asam klorida
- Etil asetat

- Silika Gel G 60

3.1.3. Alat-alat yang Digunakan

- Erlenmeyer
- Gelas Ukur
- Tabung rekasi
- Corong
- Plat tetes
- Lumpang porselen
- 1 set perangkat distilasi
- 1 set alat kromatografi
- neraca analitis
- 1 set peralatan kromatografi lapis tipis
- Oven listrik
- Penangas Air
- Alat penentu titik leleh "Thermoline"
- Spektrofotometer infra merah " Hitachi " model 270-50
- Spektrofotometer ultra violet " Hitachi ", model 150-20
- Spektrofotometer NMR " Jeol PMX 60 "
- Spektroskopi Massa " Jeol JMS DX 303 "

3.2. Metode Kerja

3.2.1. Di Laboratorium

Identifikasi dan Isolasi senyawa golongan triterpenoid dilakukan di Laboratorium Kimia Organik

Jurusan Kimia MIPA Universitas Diponegoro.

Sedangkan analisis struktur dilakukan di Laboratorium Analisis Kimia Fisika Pusat (LAKFIP) Universitas Gajahmada dan di Laboratorium Dasar Bersama Universitas Airlangga.

3.2.1.1. Pembuatan Pereaksi yang Digunakan untuk Identifikasi Golongan Senyawa

Pereaksi Liebermann - Burchard (L.B.)

Pereaksi LB ini terdiri dari asam asetat anhidrid dengan asam sulfat pekat yang disimpan terpisah.

Pereaksi Wagner

2,54 g Iodium dan 2 g Kalium iodida (KI) dilarutkan dalam 10 ml air suling hingga volumenya menjadi 100 ml. Setelah disaring pereaksi ini disimpan dalam botol yang gelap.

Pereaksi Mayer :

1,36 gram Raksa (II) Klorida dilarutkan ditambahkan pada larutan 5 g Kalium Iodida (KI) dalam 10 ml air suling. Campuran keduanya diencerkan menjadi 100 ml dengan air suling. Disimpan dalam botol berwarna gelap.

3.2.1.2. Pembuatan Peralatan yang Digunakan untuk Kromatografi Lapis Tipis dan Kromatografi Kolom

Kromatografi Lapis Tipis

Pada pembuatan KLT ini dipergunakan plat kaca ukuran

2,5 x 8 cm. Salah satu permukaannya dilapisi silika gel yang dilarutkan dalam air dengan perbandingan 1 : 1. Plat kaca yang sudah dilapisi dengan silika gel diaktifkan dengan memanaskan dalam oven selama 1,5 jam pada suhu 100°C.

Kromatografi Kolom

Kolom kromatografi dengan diameter tertentu dicuci lemaknya dengan merendamnya dalam kalium bikromat yang dicampur dengan asam sulfat pekat selama beberapa jam, lalu dicuci bersih dengan detergen dan air suling, kemudian dikeringkan.

Sebagai adsorben dipergunakan silika gel G 60 yang diaktifkan pada suhu 110°C dalam oven kemudian didinginkan dengan mendingkannya dalam udara, lalu dibuat bubuk dengan pelarut kloroform.

Kolom kromatografi yang telah bebas lemak diklem dengan posisi vertikal, bagian bawah kolom diberi kapas atau glasswool (serat gelas) dan pasir yang telah bebas dari asam dan basa. Kolom diisi dengan pelarut kloroform sampai setengahnya, kemudian bubuk silika gel dimasukkan ke dalam kolom sedikit-sedikit sampai habis. Kolom dipenuhi dengan pelarut, kemudian kran dibuka sehingga pelarut keluar. Hal ini dilakukan berkali-kali sampai molekul silika gel menjadi padat. Untuk membantu mempercepat padatnya silika gel, kolom kromatografi dapat diketuk-ketuk dengan benda lunak.

3.2.1.3. Pemeriksaan Golongan Senyawa

Golongan senyawa yang diperiksa adalah triterpenoid, steroid, alkaloid, saponin dan senyawa fenol.

Pengujian Adanya Triterpenoid dan Steroid

Sampel 50-100 mg dimasukkan dalam tabung reaksi. Dikocok dengan kloroform selama 15 menit. Larutan hasil ekstrak diambil 10 tetes, dan ditempatkan dalam plat tetes dibiarkan sampai kering, setelah itu 5 tetes asam asetat anhidrat dan 1 tetes asam sulfat pekat ditambahkan.

Adanya triterpenoid akan memberikan warna merah ungu sedangkan warna biru menunjukkan adanya steroid.

Pengujian Adanya alkaloid

4 gr sampel digerus dalam lumpang porselen kemudian ditambahkan kloroform secukupnya sambil terus digerus sampai halus. Setelah halus ditambahkan 10 ml NH_4OH dalam kloroform. Saring untuk mendapatkan filtratnya masukkan dalam tabung reaksi. Ke dalam tabung reaksi tersebut ditambahkan asam sulfat dengan konsentrasi 2 N sebanyak 10 tetes kemudian dikocok dengan teratur. Larutan bagian atas yang terdiri dari asam sulfat dan alkaloid dipipet dan dimasukkan ke dalam 2 tabung reaksi. Ke dalam tabung reaksi ini dimasukkan pereaksi Mayer pada tabung satu dan yang lain ditambahkan pereaksi Wagner. Adanya alkaloid ditandai dengan terbentuknya endapan putih pada penambahan pereaksi Mayer, endapan coklat pada penambahan pereaksi Wagner.

Pengujian Adanya Saponin

2 gram sampel dimasukkan dalam tabung reaksi. Air ditambahkan sampai seluruh sampel terendam air, kemudian dididihkan selama 2 - 3 menit dan didinginkan. Setelah dingin dikocok kuat-kuat. Adanya buih yang stabil selama 30 menit setelah pengocokan menunjukkan adanya saponin.

Pengujian Adanya Senyawa Fenol

Sampel ditambah dengan air suling kemudian dipanaskan hingga mendidih. Air rebusan dipipet, masukkan ke dalam tabung reaksi. Tambahkan larutan 1% FeCl_3 ke dalam tabung reaksi tadi. Adanya Senyawa Fenol ditandai dengan terjadinya perubahan warna dari hijau sampai hitam.

3.2.1.4. Pembuatan dan Pemeriksaan Ekstrak dari Bunga Artocarpus Communis terhadap Senyawa Golongan Triterpenoid

Ekstrak bunga dibuat dengan jalan sokletasi. Bahan yang telah ditumbuk halus dan dalam keadaan kering (600 gr), dibungkus dalam kertas saring yang masing-masing beratnya sekitar 20 gram. Dasar soklet diberi glass wol agar bahan tidak terbawa oleh pelarut. Kemudian, alat soklet dipasang pada labu alas bulat yang berisi pelarut kloroform, serta dengan kondensor.

Pelarut dalam labu alas bulat dipanaskan, bila mendidih, uap pelarut akan ke kondensor, dan karena mendapat pendinginan pada alat pendingin, uap mengembun

turun ke alat soklet. Pelarut ini akhirnya melarutkan triterpenoid bersama dengan senyawa kimia lain dari bunga Kluweh. Bila ekstrak dalam soklet sudah memenuhi pipa cabang alat soklet, larutan ekstrak mengalir ke bawah untuk masuk kelabu bulat. Demikian seterusnya, pelarut menguap, mengembun, melarutkan ekstrak dan ekstrak turun ke labu bulat, berjalan secara kontinue. Bila dirasa telah cukup (indikasi: larutan dalam pipa cabang telah bening) ekstraksi dihentikan.

Ekstrak kloroform ini kemudian dipekatkan dengan jalan distilasi hingga volume seperlima volume asal.

Pemeriksaan ekstrak kloroform ini dilakukan dengan pereaksi Liebermann-Burchard yang memberikan warna merah ungu dan warna biru.

3.2.1.5. Isolasi dan Pemurnian Kandungan Kimia Ekstrak

Ekstrak kloroform ini dilakukan pemeriksaan dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dengan fasa diam silika gel G.60, sedangkan fasa geraknya menggunakan berbagai macam pelarut seperti : n-heksana, kloroform, etil asetat, metanol. Dengan pelarut n-heksana tidak memberikan pemisahan, dengan pelarut etil asetat memberikan hasil 2 noda, pelarut metanol tidak memberikan pemisahan yang baik, sedangkan dengan pelarut kloroform diperoleh 4 noda dengan harga Rf : 0,92; 0,76; 0,58; 0,25.

Ekstrak kloroform dipekatkan hingga pekat

sekali, kemudian dilakukan kromatografi kolom. Sebagai pengelusi digunakan pelarut kloroform.

Dari hasil kromatografi kolom, didapatkan 5 buah fraksi. Kemudian terhadap masing-masing fraksi dilakukan uji noda yang diadaptasikan dengan uji Liebermann-Burchard. Masing-masing fraksi ditotolkan pada KLT kemudian dielusi dengan pelarut kloroform, setelah kering disemprot dengan pereaksi LB dan dipanaskan dalam oven pada suhu $85^{\circ} - 90^{\circ} \text{C}$ selama 15 menit. Ternyata hanya 1 fraksi (fraksi ke tiga) yang memberikan noda tunggal dengan warna ungu tunggal. Sedang fraksi yang lain tidak memberikan warna ungu.

Terhadap fraksi ke tiga ini, kemudian diuapkan pelarutnya, dan dikristalisasi dengan eter panas, kemudian didinginkan. Proses ini dilakukan 3 kali untuk memperoleh kristal yang murni.

Kristal yang diperoleh berwarna putih, berbentuk sisik dengan berat 200 mg.

3.2.1.6. Analisis Hasil Isolasi dengan Kromatografi Lapis Tipis serta Uji titik Leleh.

Kristal yang diperoleh diuji kemurniannya dengan menggunakan Kromatografi Lapis Tipis dua dimensi dengan pelarut eluent kloroform dan metanol dan dideteksi dengan uap Iodium (I_2), diperoleh satu noda.

Sedangkan pengujian titik leleh dengan alat penentu

titik leleh "Thermoline" diperoleh titik leleh kristal $99^{\circ} - 100^{\circ} \text{C}$.

3.2.1.7. Analisis Spektroskopi Senyawa Hasil Isolasi

Spektrofotometer ultraviolet

Alat spektrofotometer Ultra Violet yang digunakan adalah "Hitachi", model 150-20, diperoleh panjang gelombang (λ) maksimum dalam pelarut kloroform adalah 239 nm.

Spektrofotometer Inframerah

Alat spektrofotometer Inframerah yang digunakan adalah "Hitachi", model 270-50 dengan menggunakan plat KBr. Spektrum inframerah senyawa hasil rekristalisasi dengan eter memberikan puncak-puncak pada bilangan gelombang :

(ν) : 2914 cm^{-1} ; 1728 cm^{-1} ; 1443 cm^{-1} ; 1371 cm^{-1} ;
 1242 cm^{-1} ; 1092 cm^{-1} ; 1026 cm^{-1} ; 981 cm^{-1} ; 925 cm^{-1} ;
 885 cm^{-1} ; 816 cm^{-1} ; 744 cm^{-1} .

Dari data spektrum yang diperoleh, memperlihatkan puncak-puncak karakteristik antara lain :

2914 cm^{-1} : vibrasi ulur CH dari CH_3 -, $-\text{CH}_2$
 1728 cm^{-1} : vibrasi ulur C=O (karbonil dari ester)
 $1443-1371 \text{ cm}^{-1}$: vibrasi tekuk C-H dari CH_3 -, $-\text{CH}_2$
 $1242; 1026; 1092 \text{ cm}^{-1}$: vibrasi ulur dari C-O ester
 $981; 925; 885; 816;$
 744 cm^{-1} : vibrasi tekuk $\begin{array}{c} \text{H} \\ | \\ \text{C}=\text{C} \\ | \end{array}$

Spektrofotometer NMR

Dilakukan dengan menggunakan alat spektrofotometer NMR "Jeol-PMX 60" dengan pelarut CDCl_3 , dengan standar TMS (Trimetil Silan)

Sampel mengabsorpsi pada daerah :

δ 2,05 ; δ 1,6 ; δ 1,25 ; δ 0,75 ; δ 0,31.

Dari data spektrum diatas memperlihatkan adanya atom-atom Hidrogen :

δ 2,05 : sebuah metil group C=O

δ 1,6 & δ 1,25 : dua buah metil vinil

δ 0,75 & δ 0,31 : dua buah proton cincin siklopropana

Spektroskopi massa

Dilakukan dengan menggunakan alat Spektrometer massa "Jeol JMS DX 303" , sampel dimasukkan dalam kapiler secara padat, memberikan puncak-puncak fragmentasi massa :

m/e (468); 453; 408; 393; 365; 339; 297; 286; 271; 217; 203

BAB IV

HASIL Dan PEMBAHASAN

4.1. Hasil Survei Fitokimia Bunga Artocarpus communis

Bunga Artocarpus communis ditentukan kandungan senyawa alkaloid, steroid, triterpenoid, senyawa fenol serta saponin.

Hasil pengujian sebagai berikut :

Uji senyawa alkaloid, tidak menghasilkan endapan baik dengan pereaksi Wagner maupun dengan pereaksi Mayer, uji triterpenoid dan steroid memberikan warna merah ungu bercampur dengan warna biru, uji senyawa fenol tidak menghasilkan perubahan warna larutan dari hijau sampai hitam, sedangkan uji saponin memperlihatkan adanya buih stabil yang bertahan lebih dari 30 menit setelah pengocokan.

Dari data diatas dapat disimpulkan bahwa :

Sampel	Alkaloid	Triterpenoid	Steroid	S.Fenol	Saponin
Bunga A. communis	-	+	+	-	+

Keterangan : + : mengandung senyawa yang dimaksud
- : tidak mengandung senyawa yang dimaksud

4.2. Hasil Isolasi Triterpenoid dari Bunga Artocarpus communis

Bunga Artocarpus communis (600 gram) , yang telah kering dan telah dihaluskan, dibungkus dalam kertas saring dengan berat masing-masing 20 gram, kemudian

disokletasi. Ekstraksi dihentikan, jika larutan dalam pipa cabang telah bening. Penggunaan sokletasi dimaksudkan agar senyawa kimia dapat terekstrak maksimal dalam pelarut kloroform. Pemilihan pelarut kloroform sebagai pelarut ekstraksi karena selain pelarut kloroform mempunyai daya larut besar, juga tingkat kepolaran senyawa triterpenoid berada pada daerah pelarut kloroform.

Hasil ekstrak dikumpulkan dalam erlenmeyer. Ekstrak yang masih encer ini, dipekatkan hingga seperlima volume asal.

Terhadap ekstrak ini dilakukan uji kualitatif dengan Kromatografi Lapis Tipis dengan beberapa eluent seperti : n-heksana, kloroform, etil asetat, dan metanol. Pemilihan pelarut ini diharapkan dapat memakili tingkat-tingkat kepolaran senyawa organik, yaitu non polar, sedang dan polar.

Dari uji kualitatif dengan KLT ini diperoleh data: elusi dengan pelarut n-heksana tidak memberikan pemisahan yang baik, etil asetat 2 noda, metanol tidak menghasilkan pemisahan yang baik serta dengan pelarut kloroform menghasilkan 4 buah noda dengan R_f : 0,92; 0,76; 0,58; 0,25. Ini menunjukkan bahwa eluent kloroform memberikan pemisahan terbaik dengan jumlah komponen maksimal. Dari uji ini, pelarut kloroform digunakan untuk pemisahan komponen sebagai eluent dalam kromatografi kolom.

Eluat hasil Kromatografi Kolom ditampung dalam botol-

botol kecil dengan volume masing-masing 5 ml sebanyak 200 botol. Terhadap masing-masing botol dilakukan uji noda, dengan kromatografi lapis tipis. Senyawa yang mempunyai noda yang sama kemudian digabung. Hasil penggabungan ini diperoleh 5 buah fraksi :

Fraksi I, nomor botol : 1 - 69
Fraksi II, nomor botol : 70 - 100
Fraksi III, nomor botol : 101 - 150
Fraksi IV, nomor botol : 151 - 175
Fraksi V, nomor botol : 176 - 200

Uji KLT terhadap fraksi I didapat satu noda dengan harga Rf 0,86. Fraksi II didapatkan dua noda dengan harga Rf 0,84 dan Rf 0,80. Fraksi III diperoleh satu noda dengan harga Rf 0,77. Fraksi IV memberikan dua noda dengan harga Rf 0,70 dan Rf 0,58. Fraksi V memberikan satu noda dengan harga Rf 0,26.

Pemeriksaan selanjutnya adalah pemeriksaan apakah senyawa yang diperoleh senyawa triterpenoid atau bukan dengan pereaksi Lieberman Burchard yang diadaptasikan pada TLC. Ternyata hanya satu fraksi yang memberikan uji positif yaitu fraksi dengan Rf 0,77. Sedangkan fraksi Rf 0,86 dan Rf 0,26 tidak memberikan warna atau uji negatif terhadap adanya triterpenoid.

Kemudian fraksi triterpenoid ini diuapkan pelarutnya dan dikristalisasi dengan menggunakan eter, diperoleh kristal putih berbentuk sisik.

Setelah itu analisa kelarutan dilakukan terhadap kristal yang diperoleh. Pelarut yang dipakai adalah: metanol, etanol, kloroform, dan n-heksana. Hasilnya menunjukkan bahwa kristal sangat larut dalam metanol dan etanol, larut dalam kloroform dan tidak larut dalam n-heksana. Hal ini menunjukkan bahwa senyawa triterpenoid yang diperoleh bersifat polar.

Uji kemurnian dilakukan dengan KLT dua dimensi dan dideteksi dengan uap I_2 , hasilnya diperoleh satu noda.

Untuk mengetahui jenis senyawa triterpenoid ini, perlu dilakukan analisa data senyawa triterpenoid hasil isolasi yang diperoleh baik secara kemotaksonomi maupun secara spektroskopi.

Telah dilaporkan bahwa kandungan senyawa triterpenoid dalam tanaman genus *Artocarpus* adalah :

adalah : Sikloartenil asetat, sikloartenon dan sikloartenol. (Pavanasasivam, G., and M. Unais, 1973)

Pengujian titik leleh yang dilakukan dengan alat "Thermoline" diperoleh titik leleh $99^{\circ} - 100^{\circ}C$

Titik leleh senyawa sikloartenil asetat yang telah dilaporkan adalah : $122^{\circ} - 123^{\circ}C$ (dari tumbuhan Buxus sempervirens - Abramson, D., dkk., 1973); $118^{\circ}C$ (Pavanasasivam, G., and M. Unais, 1973 - dari tumbuhan A. heteropyllus, A. altilis dan A. lakoocha,); $132^{\circ}-133^{\circ}C$ (Barton, D.H.R., - dari tumbuhan Artocarpus integrifolia) sedangkan senyawa sikloartenon dilaporkan mempunyai titik

leleh 109°C (Barton, D.H.R., dari tumbuhan Artocarpus heterophyllus) dan senyawa sikloartenol dilaporkan mempunyai titik leleh $106 - 7^{\circ}\text{C}$ (Barton, D.H.R. dari tumbuhan Artocarpus heterophyllus).

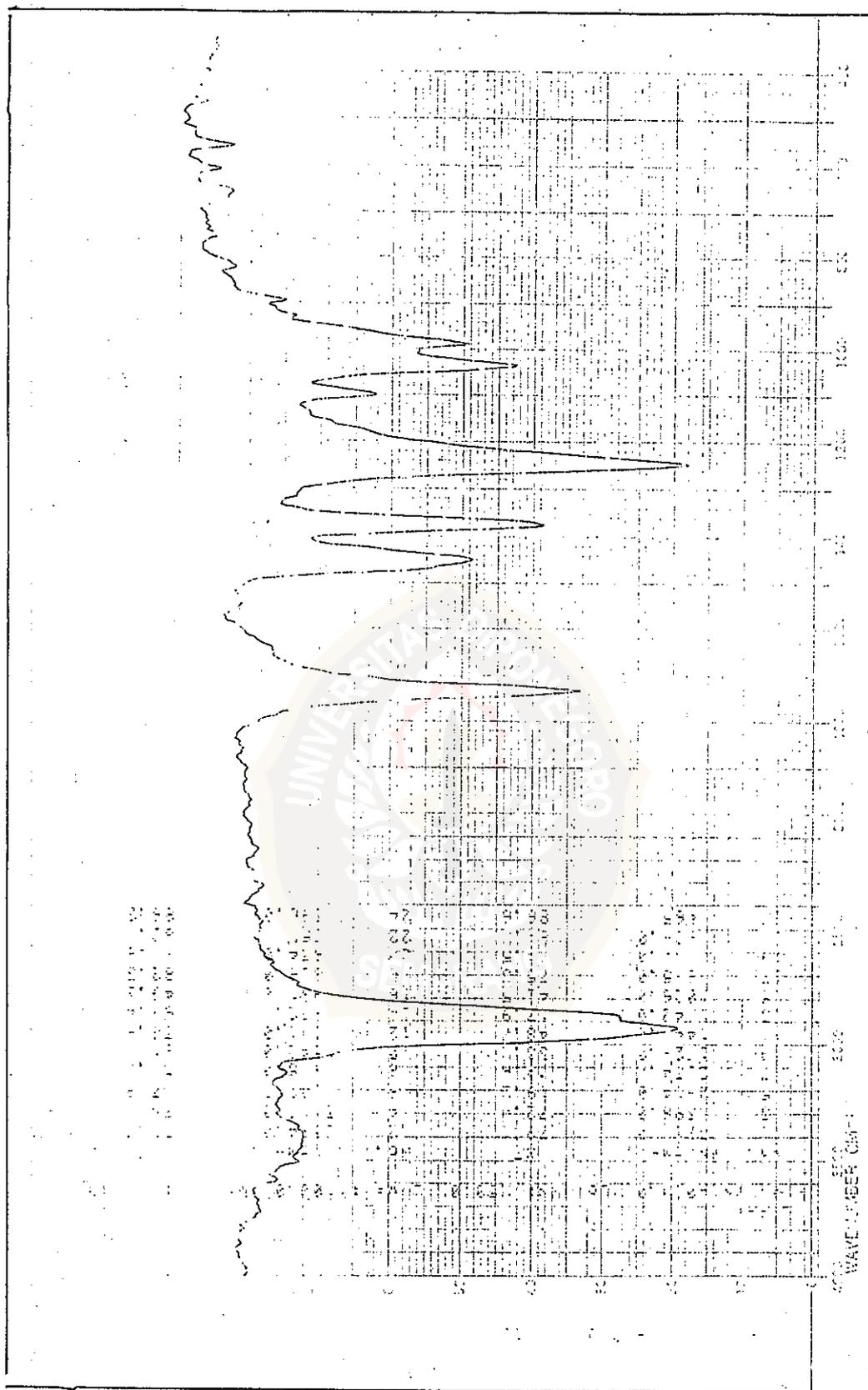
Analisa senyawa hasil isolasi dengan spektroskopi inframerah menunjukkan puncak serapan pada bilangan gelombang (ν) :

2914 cm^{-1} ; 1728 cm^{-1} ; 1443 cm^{-1} ; 1371 cm^{-1} ; 1242 cm^{-1} ;
 1092 cm^{-1} ; 1026 cm^{-1} ; 981 cm^{-1} ; 925 cm^{-1} ; 885 cm^{-1} ; 816 cm^{-1} ;
 744 cm^{-1} (Gambar 4.1.) .Serapan pada 1728 cm^{-1}

menunjukkan adanya gugus $\text{C}=\text{O}$ ester hal ini didukung oleh puncak tajam pada daerah 1242 cm^{-1} ; 1092 cm^{-1} dan 1026 cm^{-1} dari ulur $\text{C}-\text{O}$ ester. Pada daerah serapan 2914 cm^{-1} menunjukkan ulur $\text{C}-\text{H}$ dari CH_3 dan CH_2 yang didukung dengan tekuk $\text{C}-\text{H}$ dari CH_3 dan CH_2 pada daerah serapan 1443 cm^{-1} . Daerah serapan 1371 cm^{-1} menunjukkan adanya gem dimetil ($-\text{C}(\text{CH}_3)_2$). Daerah serapan pada 981 cm^{-1} , 925 cm^{-1} ; 885 cm^{-1} , 816 cm^{-1} dan 744 cm^{-1} menunjukkan adanya tekuk $\text{C}=\text{C}^{\text{H}}$ yang sangat lemah, karena lemahnya ini ulur $\text{C}=\text{C}$ tidak terbaca oleh spektrofotometer yang ditunjukkan pada daerah serapan sekitar 1600 cm^{-1} .

Dari data spektrum inframerah dan senyawa hasil isolasi, disimpulkan bahwa senyawa triterpenoid hasil isolasi mengandung gugus ester dan gugus vinil.

Data IR senyawa sikloartenil asetat yang diisolasi dari



Gambar 4.1. Spektrum IR Senyawa Hasil Isolasi

tumbuhan Buxus sempervirens mempunyai serapan IR pada $\bar{\nu}$ maks: 1730 cm^{-1} ; 1370 cm^{-1} ; 1240 cm^{-1} , (Abramson, D., dkk., 1973) . Data spektrum IR senyawa sikloartenil asetat yang lain yang telah dilaporkan adalah $\bar{\nu}$ maks: 1745 cm^{-1} ; 1650 cm^{-1} ; 1250 cm^{-1} ; 1100 cm^{-1} ; 1045 cm^{-1} ; 1030 cm^{-1} ; 1000 cm^{-1} ; 980 cm^{-1} ; 925 cm^{-1} ; 890 cm^{-1} ; 730 cm^{-1} . Senyawa sikloartenil asetat ini diisolasi dari tumbuhan Artocarpus nobilis Thw. (Pavanasasivam, G., and M. Unais, 1973)

Dari perbandingan data spektrum IR diatas dapat diambil kesimpulan sementara bahwa senyawa hasil isolasi adalah sikloartenil asetat dimana spektrum-spektrum IR senyawa sikloartenil asetat yang telah dilaporkan identik dengan spektrum IR senyawa hasil isolasi.

Analisa spektroskopi ultra violet memberikan serapan maksimal pada daerah 239 nm . (gambar 4.2.). λ maksimal ini disebabkan oleh absorpsi karena adanya transisi $n \rightarrow \pi^*$ dari gugus karbonil ester. Data ini mendukung dugaan bahwa senyawa hasil isolasi adalah sikloartenil asetat.

Dari data spektroskopi NMR (60 MHz) memberikan serapan pada daerah : $\delta 2,05$; $\delta 1,6$; $\delta 1,25$; $\delta 0,75$; dan $\delta 0,31$, dimana $\delta 2,05$ menunjukkan adanya gugus metil yang berdekatan dengan gugus $\text{C}=\text{O}$ dari ester; $\delta 1,65$ dan $\delta 1,25$ menunjukkan dua buah metil pada gugus vinil sedangkan $\delta 0,75$ dan $\delta 0,31$ menunjukkan adanya dua proton dari siklopropana. (gambar 4.3)

Spektrum NMR senyawa hasil isolasi ini jika dibandingkan



UNIVERSITAS DIPONEGORO
SEMARANG

REVISI
N. CHOLID DJ
 Filsa: 0.5 S.
 Smpk: 5. H.
 Kons: .05 milligram
 Suhu: 100°C
 Solvent: 10 ppm

8/0494
 (1)

Gambar 4.3. Spektrum NMR Senyawa Hasil Isolasi

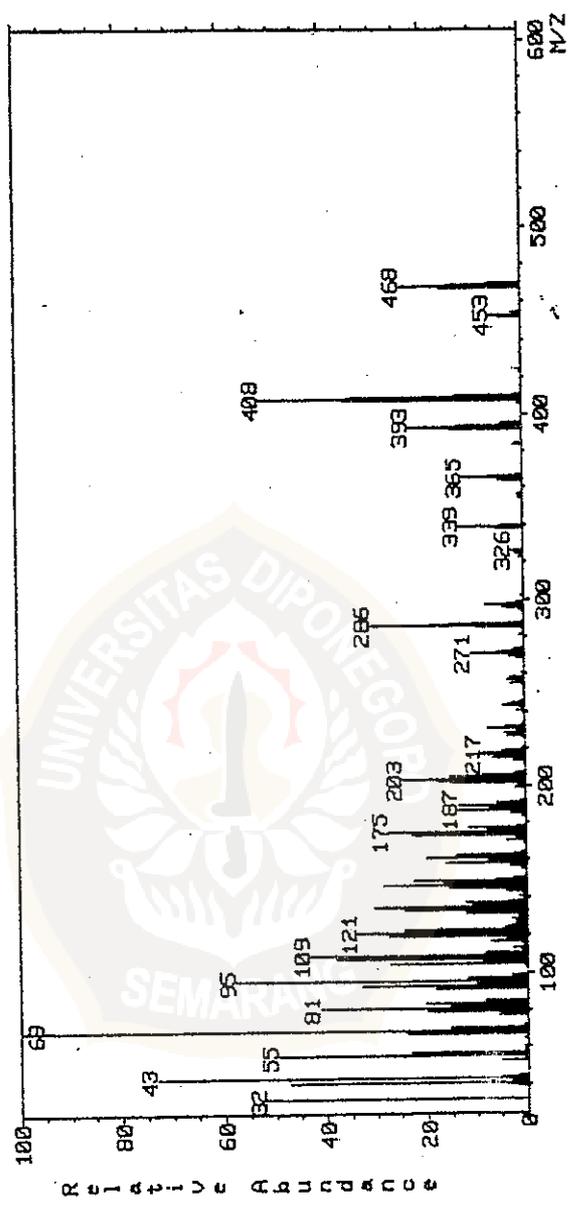
dengan data spektrum NMR senyawa sikloartenil asetat dari tumbuhan Artocarpus nobilis yang mengabsorpsi pada δ 4,66 (satu proton olefinik), δ 4,6 (satu proton gugus -CHO-), δ 2,04; δ 1,6; δ 1,5; δ 0,58; dan δ 0,32. (Pavanasasivam, G., and M. Unais, 1973) adalah mirip. Namun data-data spektroskopi NMR senyawa hasil isolasi, belum sepenuhnya dapat menggambarkan lingkungan proton yang ada pada senyawa sikloartenil asetat, disebabkan karena alat spektrofotometer NMR yang digunakan untuk analisa berkekuatan "hanya" 60 MHz.

Sedangkan analisa berat molekul dan fragmentasi massanya menggunakan spektroskopi massa memberikan puncak-puncak pada m/e : 468, 453, 408, 393, 365, 339, 297, 286, 271, 217, 203. (Gambar 4.4). Puncak M^+ pada 468 menunjukkan bahwa berat molekul senyawa hasil isolasi adalah 468, sama dengan berat molekul senyawa sikloartenil asetat.

Untuk membuktikan kembali senyawa hasil isolasi benar-benar sikloartenil asetat, dibandingkan dengan spektrum massa dari senyawa sikloartenil asetat hasil isolasi Davied A, John G. dan Trevor dari tumbuhan Buxus sempervirens pada tahun 1973, yang memberikan spektrum massa sbb :

m/e : 468 (48%), 453 (16%), 408 (100%), 393 (46%), 365 (21%), 339 (23%), 297 (14%), 286(47%), 271 (16%), 203 (23%) (Abramson, D dkk., 1973). Dari perbandingan data di atas

MASS SPECTRUM Data File: UNIPCHOL.DAT:1 6-JUN-74 11:10
 Sample: SAMPEL NO.1
 RT 3.04" EI (Pos.) GC 1.4c BP: m/z 69.0000 Int. 2.5167 Lv 8.00
 Scan# (150 to 220)

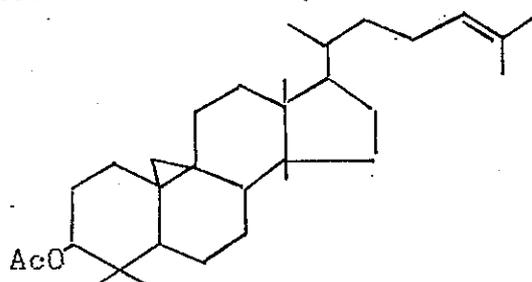


Gambar 4.4. Spektrum Massa Senyawa Hasil Isolasi.

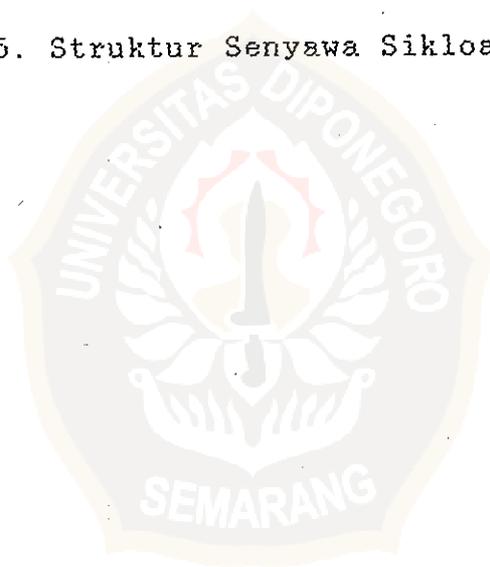
dapat disimpulkan bahwa kedua spektrum massa adalah identik.

Dari data-data yang telah dibahas diatas yaitu, harga titik leleh, spektrum ultra violet, infra merah, NMR, dan spektroskopi massa maka dapat disarankan bahwa senyawa yang diperoleh adalah senyawa sikloartenil aasetat

($C_{32}H_{52}O_2$)



Gambar 4.5. Struktur Senyawa Sikloartenil Asetat



BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1. Kesimpulan

Dari pembahasan pada bab terdahulu, dapat disimpulkan sebagai berikut :

1. Skrining fitokimia terhadap Bunga Artocarpus communis menunjukkan uji positif terhadap senyawa triterpenoid, steroid, saponin dan negatif terhadap senyawa alkaloid dan senyawa fenol.
2. Setelah membandingkan dengan berbagai referensi, dari data titik leleh, harga Rf, spektrum ultra violet, spektrum infra merah, spektrum nmr dan spektrum massa disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi adalah senyawa sikloartenil asetat ($C_{32}H_{52}O_2$)
3. Senyawa hasil isolasi sesuai dengan senyawa hasil pendekatan secara kemotaksonomi

5.2. Saran-saran

Dari hasil penelitian ini disarankan :

1. Dilakukan penelitian lebih lanjut terhadap fraksi lain yang belum dianalisa.
2. Serta bagian - bagian lain dari tumbuhan Artocarpus communis seperti kulit, daun dan batang disarankan pula untuk diteliti.
3. Disarankan untuk perlakuan ekstraksi dengan metode maserasi sehingga dapat membandingkan keefektifan pelarut dalam isolasi senyawa triterpenoid.

BAB VI
DAFTAR PUSTAKA

1. Ahmad, S.A. (1986), " Kimia Organik Bahan Alam , PT Karunika, Jakarta.
2. Abramson, D., L. John Goad and Tevor W. (1973),
Journal Phytochemistry, vol. 12, pp. 2211-2216.
3. Asjhada, Tuty Fadjarwadi,(1986), "Ikhtisar Biologi",
Jilid I, P. T. Edumedia - Ipiems Group, Surabaya.
4. Barton, D.H.R., " Chemical Abstrac", vol 46 p.2020
5. Chatwal, Gurdeep."(1981),"Organic Chemistry of Natural
Natural Product, vol-2, Himalaya Publishing House.
6. Creswell, C. J. D . A. Runquist and M. M .Campbell
(1982),"Analisis Spektrum Senyawa Organik" edisi
ke 2 .Alih Bahasa Kosasih Padwawinata dan Ny.Iwang
Soediro, Penerbit ITB. Bandung.
7. Harborne, J.B.(1987),"Metode Fitokimia"edisi 2,Penerbit
ITB Bandung
8. Heyne,K (1987),"Tumbuhan Berguna Indonesia",jilid 3,
edisi ke-1, Badan Penelitian dan Pengembangan
Kehutanan, Jakarta
9. Hegnauer,R,(1966),"Chemotaxonomie der Pflanzen",Band 5,
Birkhauser Verlog, Basel und Stuttgart .
10. Hill,Albert F,(1952),"Economic Botany, A text book of
useful plant; Mc. Graw Hill Book Co, Tokyo
11. I.H. Burkill, (1935), " A. Dictionary of the Economic
Products of the Malay Peninsula, vol I, Crown
Agents for The Colonies, Mill bank, London.

12. Makin Ibnu hajar, Mohamad, (1987), "Spektroskopi (I) Inframerah, Resonansi Magnet Inti dan Massa, PAU Bioteknologi UGM
13. Manito, P, (1992), "Biosintesis Produk Alam", Editor Terjemah P. C. Sammes, Ellis Horwood Limited Chicester, England
14. Natpro, (1993), "Topik", no.1 vol 3 Januari.
15. Newman, A. A., (1972), "Chemistry of terpenes and terpenoids, "Academic Press London pp. 239-279
16. Pavanasasivam, G and M. Uvais S.Sultanbana, (1973) Journal Phytochemistry, vol 12 pp. 2725-2726
17. Pant, Pushpa and R. P. Rastogi, (1978), Journal Phytochemistry, vol 18 pp. 1095 - 1108
18. Sutarjadi, (1991), " Taksonomi dan Kemotaksonomi Tumbuhan Sebagai Pendukung Penelitian Minyak Atsiri", Makalah Utama Workshop on Research in Essential Oil, Surabaya, 12 - 12 Maret
19. Robert, R M. et al (1979), " An Introduction to Modern Experimental Organic Chemistry", Edisi ke 2, Holt Rinehart & Winton Inc, New York
20. Sudjadi, (1988), " Metode Pemisahan", Fakultas Farmasi UGM, Kanisius, Yogyakarta
21. Sastróhamidjojo, H., (1985) " Kromatografi", UGM ,Liberty Yogyakarta
- 22 Tjitrosoepomo, Gembong, (1981), " Taksonomi Tumbuhan (Spermatopyta), Penerbit UGM

23. Verhij, E.W.M. and R.E. Coromel, (1991), "Prosea, Plant Resource of South East Asia 2, Edible Fruits, Pudoc Wageningen.
24. Varishta, P. C. , (1987), " Taxonomy of Angiosperms", R. C hand & Co., Delhi

