

## Triterpenoid $\beta$ -Amirin dari Kulit Batang *Garcinia bancana* Miq.

MUHARNI DAN ELFITA

Jurusan kimia, FMIPA, Universitas Sriwijaya, Indonesia

**INTISARI:** Satu senyawa triterpenoid telah diisolasi dari ekstrak kulit batang tumbuhan *Garcinia bancana* Miq. Senyawa ini dipisahkan menggunakan berbagai teknik kromatografi dan pemurnian dengan rekristalisasi. Struktur molekul senyawa tersebut ditetapkan berdasarkan analisis data spektroskopi UV, IR, dan NMR 1-D dan dengan membandingkan data spektroskopi tersebut dengan yang dilaporkan dalam literatur. Berdasarkan hasil analisis data-data spektroskopi tersebut maka disimpulkan senyawa isolasi adalah  $\beta$ -amirin. Penemuan senyawa ini telah memberikan informasi penting untuk studi kandungan kimia dan aktivitas biologis dari genus *Garcinia* berdasarkan pendekatan taksonomi.

**KATA KUNCI:** Triterpenoid,  $\beta$ -amirin, *Garcinia bancana*

**ABSTRACT:** One triterpenoid compound was isolated for the first time from the stem bark of *Garcinia bancana* Miq. These compounds were separated by chromatographic techniques, purified by recrystallization. The structure of this compound was determined on the basis of spectroscopic data UV, IR, NMR 1-D and comparison with those of reported data in literature. The base on spectroscopic data the structure of this compound was determined as triterpenoid  $\beta$ -amyrin. The results were very important to study the phytochemicals and biological activities of the other in *Garcinia* genus based on the chemotaxonomic approach.

**KEYWORDS:** Triterpenoid,  $\beta$ -amirin, *Garcinia bancana*

E-MAIL: muharnimyd@yahoo.co.id

Oktober 2011

### 1 PENDAHULUAN

**G**arcinia merupakan genus dari famili Guttiferae dan di Indonesia dikenal dengan nama manggis-manggis. Kajian fitokimia dari genus *Garcinia* menunjukkan bahwa genus ini kaya dengan senyawa fenol golongan santon, benzofenon, dan flavonoid<sup>[1]</sup>. Aktivitas biologi senyawa-senyawa yang berasal dari genus *Garcinia* juga beragam meliputi aktivitas antimikroba, antioksidan, sitotoksik, dan antikanker<sup>[2,3]</sup>.

Salah satu spesies *Garcinia* adalah *G. bancana* dan di Indonesia dikenal dengan nama manggis hutan<sup>[4,5]</sup>. Dari penelusuran pustaka dilaporkan dari bagian daun *G. bancana* telah ditemukan dua senyawa golongan flavonoid yaitu kuercetin 3-O- $\alpha$ -L-ramnosida, kaemferol 3-O- $\alpha$ -L-ramnosida sedangkan pada bagian ranting ditemukan enam senyawa yang terdiri dari 1,1'-bifenil -2- (3-metilbut-2-enil)-3-metoksi-4,4',5,6-tetraol, garsinol dan isogarsinol, 8-hidroksi-6-metoksi-3-n-pentilisokumarin, lupeol, dan stigmasterol<sup>[6]</sup>. Pada penelitian kami sebelumnya telah berhasil diisolasi tiga senyawa golongan fenol dari ekstrak metanol kulit batang *G. bancana* yaitu 1,5-dihidroksi-3,6-dimetoksi-2,7-di-(3-metilbut-2-enil)santon, isosantosimol, dan (-)-epikatekin<sup>[7,8,9]</sup>. Dalam rangka penelitian berkelanjutan untuk me-

lengkapi informasi kandungan kimia dan aktivitas biologis dari *G. bancana* pada penelitian ini telah berhasil diisolasi satu senyawa triterpenoid  $\beta$ -amirin dari ekstrak diklorometana kulit batang *G. bancana*. Struktur molekul senyawa tersebut telah ditetapkan berdasarkan data spektroskopi UV, IR, <sup>1</sup>H NMR, <sup>13</sup>C NMR, dan DEPT serta didukung oleh data perbandingan yang telah dilaporkan sebelumnya. Dalam makalah ini akan disampaikan penentuan struktur senyawa hasil isolasi.

### 2 METODE PENELITIAN

#### 2.1 Bahan dan Alat

Spektrum UV dan IR diukur masing-masing dengan spektrofotometer Beckman DU-700 dan Shimadzu FTIR 8400. Spektrum <sup>1</sup>H dan <sup>13</sup>C NMR ditentukan dengan spektrofotometer JEOL JNM ECA-500 yang beroperasi pada 500 MHz (<sup>1</sup>H) dan 125 MHz (<sup>13</sup>C) menggunakan TMS sebagai standar. Kromatografi vakum cair (KVC) menggunakan Si-gel 60 GF<sub>254</sub> (Merck), kromatografi kolom cair terbuka menggunakan Si gel 60 G (70-230 Mesh). Analisa KLT menggunakan plat KLT Kieselgel 60 F<sub>254</sub> 0,25 mm (Merck). Pelarut yang digunakan semuanya berkualitas teknis

yang didestilasi.

Bahan tumbuhan berupa kulit batang *G. bancana* diperoleh dari Hutan Raya Bogor pada bulan April 2009. Tumbuhan tersebut diidentifikasi di Herbarium Bogoriensis, Bogor.

## 2.2 Ekstraksi dan Isolasi

Serbuk kering kulit batang *G. bancana* (3 Kg) dimase-rasi berturut-turut dengan *n*-heksana, diklorometana dan metanol dan masing- masing ekstrak selanjutnya dipekatkan pada tekanan rendah sehingga diperoleh ekstrak kental *n*-heksana, diklorometana dan ekstrak metanol.

## 2.3 Pemisahan dan Pemurnian Senyawa Antibakteri dari Ekstrak $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ Kulit Batang *G. bancana*

Fraksi diklorometana (20 g) kemudian difraksinasi dengan kromatografi vakum cair (KVC) (adsorben Sigel, eluen campuran *n*-heksana-EtOAc bergradien), menghasilkan 6 subfraksi gabungan F1 - F5. Pemisahan fraksi F2 (3,3 g) selanjutnya menggunakan kolom kromatografi cair terbuka (adsorben Si gel, eluen *n*-heksana, campuran *n*-heksana-EtOAc 9:1 dan 8:2) menghasilkan 4 subfraksi F2.1 - F2.4. Fraksi F2.1 (0,8 g) kembali dimurnikan dengan kolom kromatografi cair terbuka dan didapatkan 3 subfraksi F2.1.1 ( vial 1 - 9; 100 mg); F2.1.2 (vial 10 - 12; 220 mg), dan F2.1.3 (vial 13 - 21; 155 mg). Dari subfraksi F2.1.1 didapatkan kristal dan setelah dicuci dengan *n*-heksana didapatkan senyawa 1 (52 mg) berupa kristal putih.

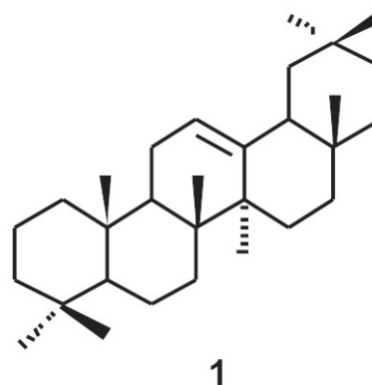
## 2.4 Karakterisasi Senyawa Murni Hasil Isolasi

Karakterisasi senyawa murni meliputi pemeriksaan sifat fisika, (titik leleh) dan fisiko kimia dengan melakukan analisis spektroskopi untuk penentuan struktur senyawa murni yang berhasil diisolasi dengan menggunakan alat spektrometer UV, IR,  $^1\text{H}$ -NMR dan  $^{13}\text{C}$  NMR 1D dan 2D. Dari analisis spektroskopi ini akan dapat diketahui struktur kimia dari senyawa yang berhasil diisolasi.

## 3 HASIL DAN PEMBAHASAN

Ekstraksi secara bertingkat dari kulit batang *G. bancana* (3 Kg) menghasilkan ekstrak kental *n*-heksana (40 g), diklorometana (22 g) dan ekstrak metanol (32 g). Fraksinasi dari ekstrak diklorometana (22 g) dengan KVC juga dihasilkan 5 fraksi F1-F5. Pemisahan dan pemurnian dari Fraksi F2 didapatkan 4 subfraksi F2.1-F2.4. Dari subfraksi F2.1 didapatkan senyawa

1 dan diidentifikasi sebagai senyawa triterpenoid  $\beta$ -amirin. Struktur molekul senyawa tersebut ditetapkan berdasarkan data spektroskopi, yang meliputi UV, IR dan NMR, serta dengan perbandingan data yang sama dengan yang telah dilaporkan sebelumnya. Pada makalah ini akan dibahas penentuan struktur senyawa 1 dan aktivitas antibakteri dari kedua senyawa yang berhasil diisolasi.



GAMBAR 1: Struktur senyawa hasil isolasi dari ekstrak kulit batang *G. bancana*

Spektrum UV dan IR menunjukkan ciri khas senyawa golongan triterpenoid. Spektrum UV menunjukkan satu serapan maksimum pada  $\lambda_{max}$  ( $\log \epsilon$ ) 226 yang merupakan serapan untuk C=C ikatan rangkap yang tidak terkonyugasi. Spektrum IR menunjukkan serapan maksimum ( $\nu_{maks}$   $\text{cm}^{-1}$ ) untuk gugus OH (3450), CH alifatik (2943 dan 2868), gemdimetil (1373), dan C-O (1105).

Pada spektrum  $^1\text{H}$  NMR juga terlihat pola sinyal yang khas untuk triterpenoid, dimana terlihat sinyal-sinyal yang berdempet pada daerah di bawah sekitar 2 ppm untuk karbon alifatik. Pada spektrum terlihat adanya delapan sinyal metil masing-masing dengan puncak singlet dengan integrasi 3H pada  $\delta_{\text{H}}$  0,76; 0,85; 0,86; 0,90; 0,93; 0,94; 1,13; dan 2,0 ppm. Selain itu juga terlihat sinyal untuk proton vinilik pada  $\delta_{\text{H}}$  5,28 (1H, t) yang terkopling oleh dua proton tetangganya sehingga muncul sebagai puncak triplet. Selanjutnya jsinyal proton pada  $\delta_{\text{H}}$  4,49 (1H, t) merupakan sinyal dari proton pada C yang juga mengikat OH yang terkopling dengan dua proton tetangganya.

Pada spektrum  $^{13}\text{C}$  NMR terlihat adanya 30 sinyal atom karbon yang khas untuk senyawa golongan triterpenoid. Dari ke 30 sinyal tersebut hanya dua sinyal yang muncul di atas 100 ppm yaitu pada  $\delta_{\text{C}}$  142,0 dan 122,7 ppm dan merupakan sinyal yang khas untuk C  $\text{sp}^2$ , yang mengindikasikan senyawa memiliki satu ikatan rangkap. Namun berdasarkan data  $^1\text{H}$  NMR ditunjukkan hanya ada satu sinyal H vinilik pada 5,28 (1H, t), sehingga ikatan rangkap terjadi dengan C kuartener. Selanjutnya sinyal pada  $\delta_{\text{C}}$  81,1

ppm merupakan sinyal yang khas untuk C kuartener yang mengikat OH.

Pada spektrum DEPT terlihat adanya 8 sinyal CH<sub>3</sub> pada  $\delta_C$  33,2; 28,2; 23,8; 21,5; 17,3; 16,9; dan 15,6, 10 sinyal CH<sub>2</sub> pada  $\delta_C$  46,0; 38,2; 33,9; 32,7; 32,6; 27,8; 23,7; 23,6; 23,1 dan 18,4, lima sinyal CH pada  $\delta_C$  122,7; 81,1; 55,5; 47,7; dan 41,2 dan 7 sinyal C dan  $\delta_C$  142,0; 46,6; 41,8; 39,4; 37,9; 37,1; dan 30,9 ppm.

TABEL 1: Data pergeseran kimia proton dan karbon dari spektrum <sup>1</sup>H dan <sup>13</sup>C NMR dan data DEPT senyawa 1 pada 500 MHz untuk <sup>1</sup>H dan 125 MHz untuk <sup>13</sup>C, dalam CD<sub>3</sub>OD, Serta <sup>13</sup>C NMR senyawa pembanding ( $\beta$ -amirin)<sup>[10]</sup> ( $\delta_C$  dalam ppm)

Posisi	$\delta_C$	$\delta_C$ Pembanding	DEPT
1	38,2	38,7	CH2
2	27,8	27,3	CH2
3	81,1	79,0	CH
4	46,6	38,8	C
5	55,5	55,3	CH
6	18,3	18,5	CH2
7	32,5	32,8	CH2
8	39,4	38,8	C
9	47,7	47,7	CH
10	37,9	37,6	C
11	23,5	23,6	CH2
12	122,7	121,8	CH
13	142,0	145,1	C
14	41,8	41,8	C
15	23,7	26,2	CH2
16	23,6	27,0	CH2
17	37,1	32,5	C
18	41,2	47,4	CH
19	46,0	46,9	CH2
20	30,9	31,1	C
21	33,9	34,8	CH2
22	32,7	37,2	CH2
23	28,2	28,2	CH3
24	15,6	15,5	CH3
25	17,3	15,6	CH3
26	16,9	16,9	CH3
27	26,0	26,0	CH3
28	21,5	28,4	CH3
29	33,2	33,3	CH3
30	23,8	23,7	CH3

Data-data Spektrum <sup>1</sup>H NMR dibandingkan dengan data <sup>13</sup>C NMR dari senyawa  $\beta$ -amirin pada

literatur<sup>[10]</sup> dan menunjukkan kemiripan parameter yang tinggi. Berdasarkan analisis data ini maka disimpulkan senyawa 1 adalah golongan triterpenoid yang mempunyai rumus molekul C<sub>30</sub>H<sub>49</sub>O dengan nilai DBE 6 yang merupakan lima siklik dan 1 ikatan rangkap dan diidentifikasi sebagai  $\beta$ -amirin.

#### 4 KESIMPULAN

Satu senyawa triterpenoid  $\beta$ -amirin (1) telah berhasil diisolasi dari ekstrak kulit batang Penemuan kedua senyawa ini telah melengkapi informasi kandungan kimia dari *G. bancana* dan memiliki arti yang penting pada kemotaksonomi *Garcinia*.

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan pada kepala staf Pusat Penelitian kimia LIPI Serpong yang telah membantu pengukuran spektrum ini dan juga kepada staf herbarium Bogoriensis Bogor yang telah mengidentifikasi sampel tumbuhan yang digunakan dalam penelitian ini.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Bennett, G.J. & H.H. Lee, 1989, Xanthones from Guttiferae, *Phytochemistry*, 28(4):967-998
- [2] Mackeen, M.M., A.M. Ali, N.H. Lajis, K. Kawazu, Z. Hassan, M. Amran, M. Hasbah, LY. Mooi, and S.M. Mohamed, 2000, Antimicrobial, antioxidant, antitumor-promoting and cytotoxic activities of different plant part extracts of *Garcinia atroviridis* Griff. Ex T. Anders, *Journal of Ethnopharmacology*, 72: 394-402
- [3] Hay, A.E., MC. Aumond, S. Mallet, V. Dumonted, M. Litaudon, D. Rondeau, and P. Richomme, 2004, Antioxidant xanthones from *Garcinia vieillardii*, *J. Nat.Prod.*, 67:707-709
- [4] Whitmore, M.A., 1973, *Tree Flora of Malaya*, Forest Department, Ministry of Primary Industries, Malaysia, Longman 218
- [5] Heyne, K., 1987, *Tumbuhan berguna Indonesia*, Jilid III, Yayasan SaranaWana Jaya, Jakarta, 1387
- [6] Rukachaisirikul, V., W. Naklue, Y. Sukpondma, and S. Phongpaichit, 2005, An Antibacterial Biphenyl Derivative from *Garcinia bancana* Miq., *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, 53: 342-343
- [7] Muharni, Dachriyanus, H.B. Bahti, dan Supriyatna, 2007a, A Xanthone from the Stem Bark of Manggis Hutan (*Garcinia bancana* Miq.), *Indonesian Journal of Chemistry*, 7(3):1342-1345
- [8] Muharni, Dachriyanus, H.B. Bahti, dan Supriyatna, 2007b, Benzofenon Terpoliprenilasi dari Kulit Batang *Garcinia bancana* Miq., *Jurnal Alchemy*, 6(2): 9 -13
- [9] Muharni, Dachriyanus, H.B. Bahti, dan Supriyatna, 2009, Phenolic compound from the stem bark of manggis hutan (*Garcinia bancana* Miq.) and their antioxidant activity, *Indonesian Journal of Chemistry*, 9(2):321-327
- [10] Mahato, S.B. & A.P. Kundu, 1994, <sup>13</sup>C NMR spectra of pentasiklik triterpenoid- A Compilation and Some Salient Features, *Phytochemistry*, 37(6): 1517-1575.