

This file has been cleaned of potential threats.

If you confirm that the file is coming from a trusted source, you can send the following SHA-256 hash value to your admin for the original file.

c9cdd034580b0c08e1f2855c8f967dc237f2aef2cdfc536868abd3712a119134

To view the reconstructed contents, please SCROLL DOWN to next page.

## STUDI EKSTRAK *n*-HEKSANA DARI KULIT BATANG KANDIS HUTAN (*Garcinia cymosa*) (*The Study of n-Hexane Extract From Kandis Hutan (Garcinia cymosa) Bark*)

Darwati, Nurlelarsari, Tri Mayanti, & Unang Supratman

Departemen kimia, Fakultas MIPA, Universitas Padjadjaran  
Jl. Raya Sumedang-Jatinangor Km. 21, Telp/Faks. (022) 7794391  
E-mail: darwati@unpad.ac.id

Diterima 4 Juni 2019, direvisi 27 Oktober 2021, disetujui 8 November 2021

### ABSTRACT

Plants of *Garcinia* genera (Fam: Guttiferae) that grows in Indonesia's tropical forests are potential of triterpenoid compounds contents. *Garcinia cymosa* has been reported as the main source of triterpenoid compounds which provided useful biological activity such as anti-inflammatory, antibacterial, antifungal, antioxidant, cytotoxic, and anti-HIV. Currently, data and information of triterpenoid compounds in the *G. cymosa* is relatively low. This paper studies triterpenoid compound of *G. cymosa*. This compound was obtained from macerated *G. cymosa* stem bark using *n*-hexane solvent. *G. cymosa* bark was macerated using *n*-hexane solution, which was then separated and purified by chromatography method, to produce pure isolate in the form of white needle crystals (10.8 mg). The chemical structure was then determined by using spectroscopy methods of IR, 1D-NMR, 2D-NMR, and mass spectroscopy compared with published structure. Result show friedelin compound was successfully isolated from extracted *n*-hexane of *G. cymosa* bark.

Keywords: *Garcinia cymosa*, bark extract, triterpenoid, friedelin

### ABSTRAK

Tanaman dari *Garcinia* (Famili Guttiferae) yang tumbuh di hutan tropis Indonesia memiliki potensi kandungan senyawa triterpenoid. *Garcinia cymosa* telah dilaporkan memiliki potensi sebagai sumber utama senyawa triterpenoid yang memiliki aktivitas biologis yang bermanfaat, seperti anti-inflamasi, antibakteri, antijamur, anti-oksidan, sitotoksik, dan anti-HIV. Saat ini data dan informasi mengenai senyawa triterpenoid yang terkandung di dalam *G. cymosa* relatif masih sangat sedikit. Tulisan ini mempelajari senyawa triterpenoid dari kulit batang *G. cymosa*. Kulit batang *G. cymosa* dimaserasi dengan menggunakan pelarut *n*-heksana yang kemudian dipisahkan dan dimurnikan dengan metode kromatografi hingga diperoleh isolat murni berupa kristal jarum putih (10,8 mg). Struktur kimia isolat murni ditentukan dengan metode spektroskopi IR, 1D-NMR, 2D-NMR dan spektroskopi massa serta dilakukan perbandingan dengan literatur. Hasil penelitian menunjukkan senyawa friedelin berhasil diisolasi dari *n*-heksana kulit batang *G. cymosa*.

Kata kunci: *Garcinia cymosa*, ekstrak kulit batang, triterpenoid, friedelin

### I. PENDAHULUAN

*Garcinia* adalah genus terbesar dari famili Guttiferae yang memiliki sekitar 400 spesies tersebar luas di Asia, Afrika, Amerika Selatan, dan Kepulauan Polinesia (Sari, Elya, & Katrin, 2017). Di Asia Tenggara terdapat sekitar 30 spesies yang menghasilkan buah yang dapat dimakan, seperti *G. mangostana* (buah manggis), *G. parvifolia* (kandis), dan *G. dulcis* (mundu). Beberapa spesies *Garcinia* juga tumbuh di daerah subtropis, seperti di Kepulauan Jepang, Korea dan sebagian wilayah dataran Cina (Elya, 2003).

Tumbuhan *Garcinia* dikenal sebagai sumber dari senyawa metabolit sekunder yang terdiri dari flavonoid, triterpenoid, santonin, dan floroglusinol. Tumbuhan *G. cymosa* adalah salah satu spesies dari tumbuhan tersebut. Penelitian tumbuhan *Garcinia* sudah banyak dilakukan dan diketahui memiliki banyak aktivitas biologis yang baik seperti anti-oksidan, anti-inflamasi, antibakteri, anti-HIV, antivirus, dan antikanker (Sari et al., 2017). Salah satu spesies *Garcinia* yang tumbuh di Indonesia adalah *G. cymosa*. Data dan informasi karakteristik *G. cymosa* masih terbatas, sehingga masih diperlukan penelitian

lebih lanjut. Tulisan ini mempelajari isolasi senyawa triterpenoid dari kulit batang *G. cymosa* dan elusidasinya menggunakan metode spektroskopi MS, FTIR, NMR-1D, dan NMR-2D.

## II. BAHAN DAN METODE

### A. Bahan dan Alat

Sampel yang digunakan adalah kulit batang *G. cymosa* yang dikumpulkan dari Kebun Raya Bogor. Bahan kimia adalah berbagai jenis pelarut teknis (redistilasi) *n*-heksana, etil asetat, metanol, aseton, dan air, silika gel 60 GF<sub>254</sub>, silika gel 60 (0,063-0,200 nm), dan penampak noda H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10% dalam etanol. Peralatan yang digunakan meliputi peralatan gelas Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam, alat destilasi (redistilasi), alat maserasi, rotary evaporator tipe R144 Buchi yang dilengkapi dengan B169 vakum sistem Buchi, dan kromatografi kolom terbuka, lampu detektor UV $\lambda$ 254 dan 365 nm, spektrofotometer ultraviolet (UV) 8452A diode array, alat FTIR Shimadzu 8400, spektrofotometer NMR merk JEOL tipe ECA 500, 500 MHz, dan spektrometer massa (Water QTOF MS).

### B. Metode

Serbuk kulit batang *G. cymosa* (1,03 kg) dimaserasi dengan *n*-heksana, dan dipekatkan dengan rotary evaporator pada suhu kurang lebih 40°C, hingga diperoleh ekstrak *n*-heksana. Ekstrak *n*-heksana (10,24 g) difraksinasi dengan kromatografi vakum cair (KCV) eluen *n*-heksana:etil asetat gradien 5%, aseton 100%, metanol 100% hingga menghasilkan sembilan fraksi gabungan A-J. Fraksi A<sub>1</sub> (271,5 mg) dipisahkan menggunakan kromatografi kolom dengan eluen *n*-heksana:kloroform:etil asetat (7:2:1) menghasilkan lima fraksi gabungan A<sub>1.1</sub>-A<sub>1.5</sub>. Fraksi A<sub>1.5</sub> dicuci dengan metanol 90% dan diperoleh kristal jarum berwarna putih (10,8 mg).

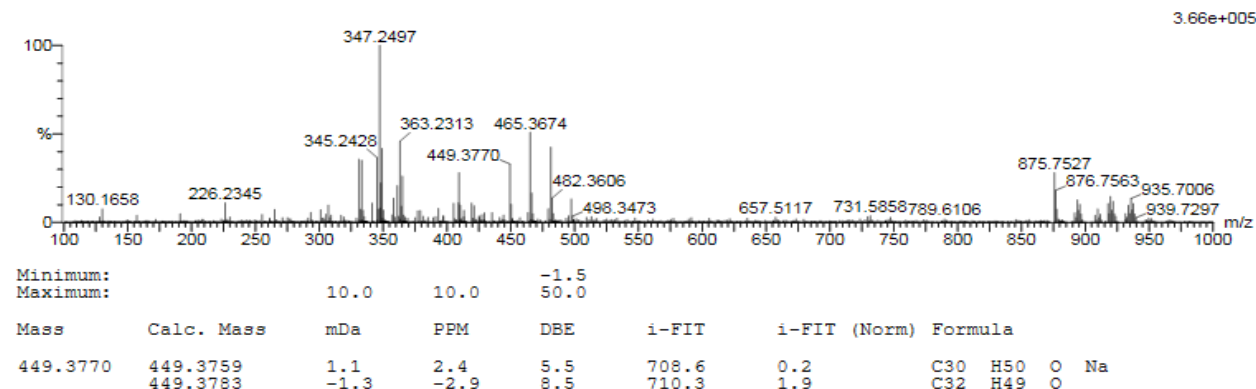
## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari pengukuran spektrofotometer massa diperoleh ion molekul [M+Na] = 449,3770, sehingga rumus molekul isolat A<sub>1.5</sub> ditetapkan sebagai C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O (Gambar 1). Spektrum FT-IR isolat A<sub>1.5</sub> menunjukkan adanya pita vibrasi regang C-H *sp*<sup>3</sup> dengan intensitas kuat dan bentuk tajam (2942 cm<sup>-1</sup>), vibrasi regang C=O (1746 cm<sup>-1</sup>), vibrasi regang gem-dimetil (1375-1455cm<sup>-1</sup>). Dari data IR dapat diduga bahwa isolat A<sub>1.5</sub> adalah senyawa yang memiliki gugus-gugus fungsi seperti ditunjukkan dalam Gambar 2.

Dari spektrum <sup>13</sup>C-NMR yang dirinci oleh DEPT 135<sup>o</sup> tampak bahwa 30 karbon terdiri dari delapan metil *sp*<sup>3</sup> pada ( $\delta_c$ ) 6,9 ; 14,8 ; 18,1; 18,8; 20,4; 32,2; 35,1 dan 31,9 ppm, sebelas metilen *sp*<sup>3</sup> pada ( $\delta_c$ ) 22,4; 41,6; 41,4; 18,3; 35,7; 29,8; 32,5; 36,1; 35,4; 32,9; dan 39,4 ppm. Selain itu, terdapat empat metin *sp*<sup>3</sup> pada ( $\delta_c$ ) 58,3; 53,2; 59,6; dan 42,9 ppm. Adanya tujuh karbon kuartener ditunjukkan pada ( $\delta_c$ ) 28,3; 30,1; 38,4; 39,4; 37,6; dan 42,2, sedangkan gugus C=O pada spektrum FTIR (1746 cm<sup>-1</sup>) diperkuat dengan adanya geseran kimia pada 213,3 ppm. Dari data <sup>13</sup>C-NMR dan DEPT dilaporkan dugaan bahwa isolat A<sub>1.5</sub> memiliki kerangka triterpenoid, yang didukung oleh adanya serapan gem-dimetil pada spektrum FTIR. Senyawa triterpenoid yang diperoleh diduga merupakan triterpenoid dengan kerangka sederhana, karena tidak ditemukan serapan gugus hidroksil dan olifenik pada spektrum IR. Demikian juga pada spektrum <sup>13</sup>C-NMR dan DEPT tidak ada sinyal yang menunjukkan CH teroksidasi dan Csp<sup>2</sup> (Gambar 3).

Hasil dari spektrum <sup>1</sup>H-NMR (500 MHz, CDCl<sub>3</sub>) menunjukkan adanya delapan sinyal proton alifatik pergeseran ( $\delta_H$ ) 0,88; 0,73; 0,87; 0,95; 1,05; 1,18; 1,00; dan 1,01 ppm. Hal ini mendukung dugaan kerangka triterpenoid sederhana yang tidak memiliki sinyal olifenik atau aromatik (Gambar 4). Berdasarkan data analisis spektrum MS, FTIR, <sup>13</sup>C-NMR, dan <sup>1</sup>H-NMR, diperoleh ion molekul [M+Na] = 449,3770, dengan rumus molekul C<sub>30</sub>H<sub>50</sub>O. Dengan demikian diperoleh enam derajat ketidakjenuhan sama dengan enam yang terdiri dari satu ikatan C=O, sedangkan sisa lima derajat ketidakjenuhan menunjukkan bahwa isolat A<sub>1.5</sub> memiliki kerangka triterpenoid pentasiklik.

Untuk mengetahui kepemilikan proton dan karbon dilakukan analisis spektrum HSQC. Spektrum HSQC (Gambar 5) dari isolat A<sub>1.5</sub> memperkuat adanya metil tersier, 11 metilen, metin *sp*<sup>3</sup>, karbon kuartener *sp*<sup>3</sup> dari adanya korelasi proton dan karbon serta gugus karbonil dari 30 karbon. Berdasarkan data MS, FTIR, <sup>13</sup>C-NMR, <sup>1</sup>H-NMR serta DEPT 135<sup>o</sup>, dapat disimpulkan bahwa isolat A<sub>1.5</sub> merupakan kelompok senyawa triterpenoid pentasiklik. Dari beberapa struktur triterpenoid yang telah ditemukan sebelumnya pada Genus *Garcinia*, senyawa triterpenoid memiliki kerangka pentasiklik tarakserol, tarakseron, kanopilol, dan friedelin. Dari jumlah karbon dari isolat A<sub>1.5</sub> terdiri dari delapan metil,



Keterangan (*Remarks*):

**Single Mass Analysis**

Tolerance = 10.0 PPM / DBE: min = -1.5, max = 50.0

Element prediction: Off

Number of isotope peaks used for i-FIT = 5

Monoisotopic Mass, Even Electron Ions

198 formula(e) evaluated with 2 results within limits (up to 50 closest results for each mass)

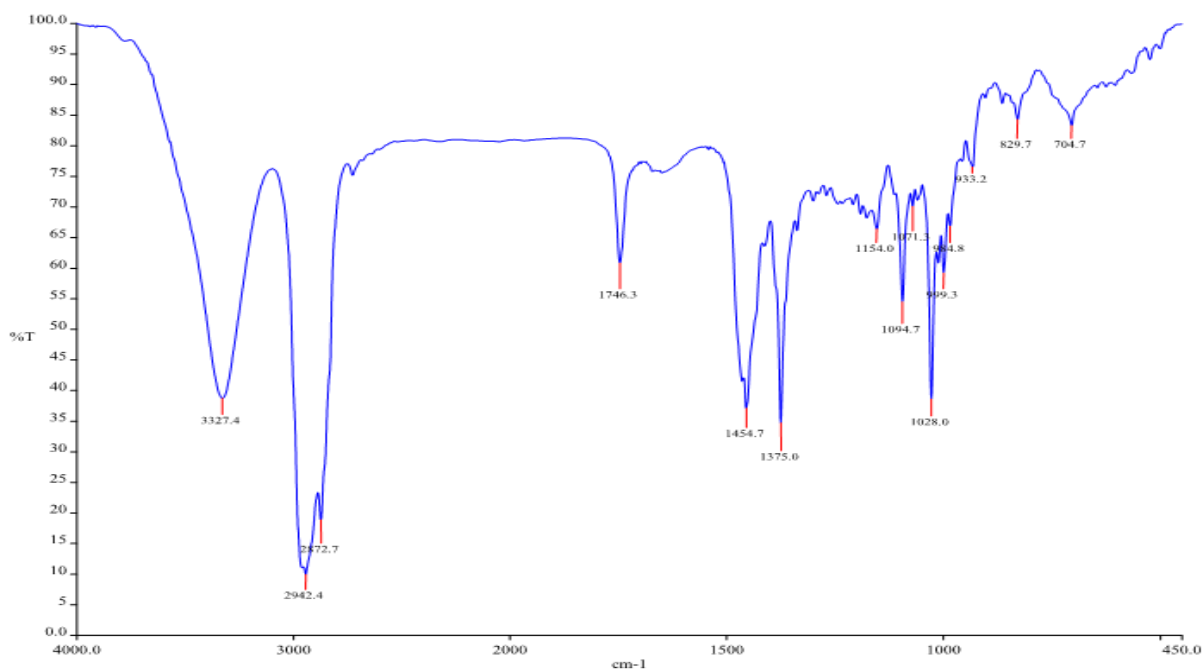
Elements Used:

C: 0-50 H: 0-100 O: 0-200 Na: 0-1

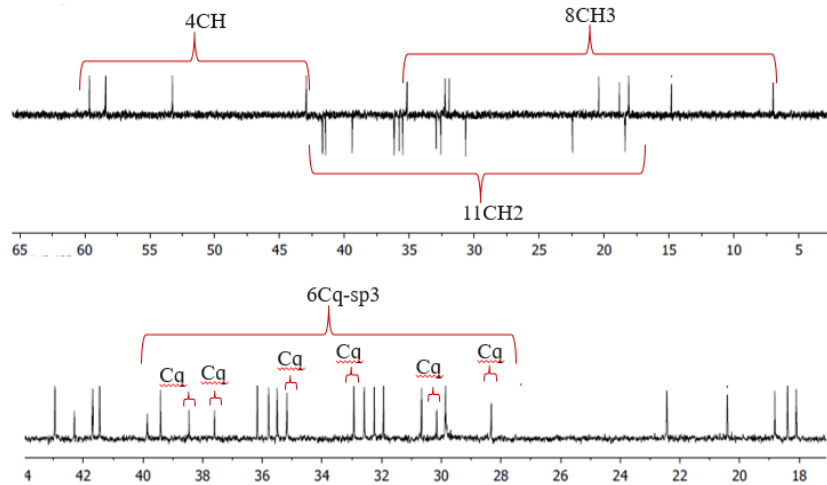
LIZA 11 (0.204) Cm (2.24)

TOF MS ES+

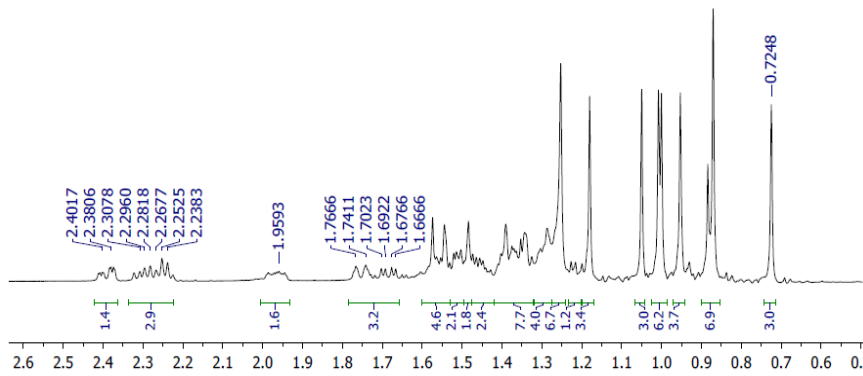
**Figure 1. Spektrum MS isolat A<sub>1.5</sub>**  
*Figure 1. MS spectra from A<sub>1.5</sub> isolate*



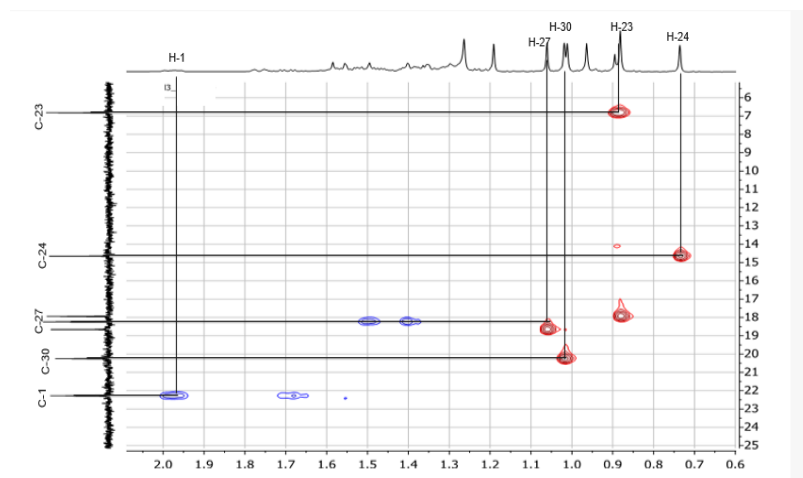
**Gambar 2. Spektrum IR isolat A<sub>1.5</sub> (KBr)**  
*Figure 2. IR spectra (KBr) from A<sub>1.5</sub> isolate*



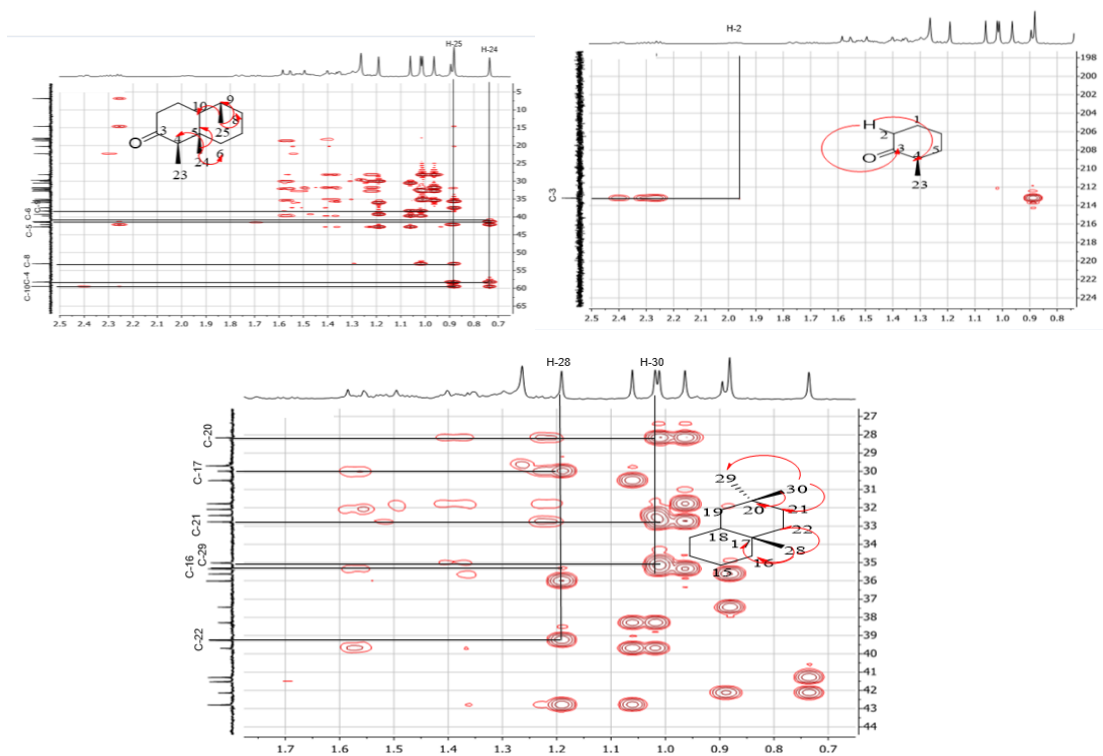
**Gambar 3.** Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR isolat  $A_{1.5}$  (dalam  $\text{CDCl}_3$ ) 125MHz  
*Figure 3.*  $^{13}\text{C}$ -NMR spectra (in  $\text{CDCl}_3$ ) 125 MHz from  $A_{1.5}$  isolate



**Gambar 4.** Spektrum  $^1\text{H}$ -NMR isolat  $A_{1.5}$  (dalam  $\text{CDCl}_3$ ) 500MHz  
*Figure 4.*  $^1\text{H}$ -NMR (in  $\text{CDCl}_3$ ) 500 MHz from  $A_{1.5}$  isolate



**Gambar 5.** Spektrum HSQC isolat  $A_{1.5}$   
*Figure 5.* HSQC spectra from  $A_{1.5}$  isolate



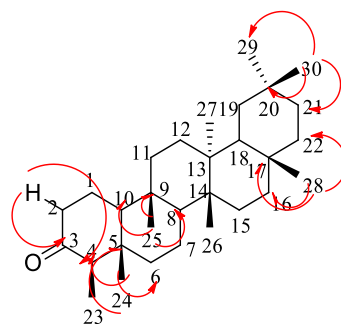
**Gambar 6. Spektrum HMBC terpilih dari isolat A<sub>1,5</sub>**  
**Figure 6. HMBC selected spectra from A<sub>1,5</sub> isolate**

empat metin, 11 metilen dan satu karbonil tidak sesuai dengan senyawa tarakserol, tarakseron, dan kanopilol namun sesuai dengan senyawa friedelin. Maka dari itu, dapat diduga bahwa isolat A<sub>1,5</sub> merupakan senyawa friedelin.

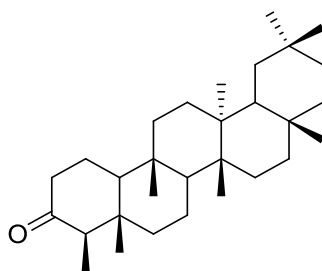
Untuk memastikan struktur senyawa friedelin maka dilakukan analisis spektrum HMBC yang menunjukkan korelasi antara proton-karbon berjarak dua sampai tiga ikatan. Adanya korelasi H-30 ke C-29, C-19, dan C-21 menunjukkan adanya gem dimetil pada C-20 memperkuat struktur pentasiklik pada isolat A<sub>1,5</sub> yang didukung adanya enam metil tersier pada C-23, C-24, C-25, C-26, C-27, dan C-28. Korelasi antara H-2 ke C-3, dan H-2 ke C-4 membuktikan bahwa senyawa friedelin memiliki gugus karbonil yang terletak pada C-3 (Gambar 7).

Untuk memperkuat dugaan struktur senyawa friedelin dari isolat A<sub>1,5</sub> dilakukan perbandingan dengan literatur yaitu senyawa friedelin yang diperoleh dari kulit batang *Garcinia latissima* (Ambarwati, 2019). Data perbandingan <sup>1</sup>H-NMR dan <sup>13</sup>C-NMR isolat A<sub>1,5</sub> dengan friedelin ditunjukkan pada Tabel 1. Perbandingan dengan pustakaa menunjukkan nilai pergeseran kimia yang identik, sehingga berdasarkan data spektrum MS, FTIR, <sup>1</sup>H-NMR, <sup>13</sup>C-NMR, dan 2D-NMR diidentifikasi bahwa isolat A<sub>1,5</sub> adalah senyawa friedelin (Gambar 8).

Tabel 1 menunjukkan perbandingan nilai geseran kimia baik proton maupun karbon dari isolat A<sub>1,5</sub> dengan pustakaa yang ada.



**Gambar 7. Spektrum HMBC isolat A<sub>1,5</sub>**  
**Figure 7. HMBC spectra from A<sub>1,5</sub> isolate**



Gambar 8. Struktur friedelin  
Figure 8. Friedelin structure

Tabel 1. Perbandingan senyawa hasil isolat A<sub>1,5</sub> dan senyawa friedelin  
Table 1. Comparison of compounds isolated from A<sub>1,5</sub> and friedelin

C	Isolat A <sub>1,5</sub> (#)		Friedelin (*)	
	$\delta$ <sup>13</sup> C-NMR	$\delta$ <sup>1</sup> H-NMR (mult; J dalam Hz)	$\delta$ <sup>13</sup> C-NMR	$\delta$ <sup>1</sup> H-NMR (mult; J dalam Hz)
1.	22,4	1,95; 1,72 (2H, m)	22,3	1,95; 1,71 (2H, m)
2.	41,6	2,39; 2,29 (2H, m)	41,5	2,37; 2,27 (2H, m)
3.	213,3	-	213,2	-
4.	58,3	2,25 (1H, q)	58,2	2,25 (1H, q)
5.	42,2	-	42,1	-
6.	41,4	1,73; 1,28 (2H; d; J= 1,5 )	41,3	1,74; 1,28 (2H, d)
7.	18,3	1,49; 1,35 (2H, m)	18,2	1,49; 1,36 (2H, m)
8.	53,2	1,45 (H, dd)	53,1	1,38 (1H, dd)
9.	37,6	-	37,4	-
10.	59,6	1,52 (1H, m)	59,5	1,53 (1H, m)
11.	35,7	1,46; 1,28 (2H, m)	35,7	1,45; 1,26 (2H, m)
12.	29,8	1,33; 1,32 (2H, m)	30,5	1,33; 1,32 (2H, m)
13.	39,4	-	39,7	-
14.	38,4	-	38,3	-
15.	32,5	1,47; 1,27 (2H, m)	32,4	1,47; 1,27 (2H, m)
16.	36,1	1,52; 1,35 (2H, m)	36,0	1,58; 1,35 (2H, m)
17.	30,1	-	30,0	-
18.	42,9	1,52 (1H, m)	42,8	1,56 (1H, m)
19.	35,4	1,37; 1,27 (2H, m)	35,3	1,37; 1,22 (2H, m)
20.	28,3	-	28,2	-
21.	32,9	1,45; 1,30 (2H, m)	32,8	1,50; 1,31 (2H, m)
22.	39,4	1,46; 0,96 (2H, m)	39,2	1,51; 0,95 (2H, m)
23.	6,9	0,88(3H; d; J= 0,87)	7,0	0,88 (3H, d)
24.	14,8	0,73 (3H, s)	14,6	0,73 (3H, s)
25.	18,1	0,87 (3H, s)	17,9	0,87 (3H, s)
26.	20,4	0,95(3H, s)	20,2	0,94 (3H, s)
27.	18,8	1,05 (3H, s)	18,6	1,05 (3H, s)
28.	32,2	1,18 (3H, s)	32,1	1,18 (3H, s)
29.	35,1	1,00(3H, s)	35,0	1,00 (3H, s)
30.	31,9	1,01 (3H, s)	31,8	1,01 (3H, s)

Keterangan (*Remarks*): # isolat A<sub>1,5</sub> diukur pada <sup>1</sup>H-NMR (500 MHz), <sup>13</sup>C-NMR (125 MHz) pada pelarut CDCl<sub>3</sub>; \* friedelin diukur pada <sup>1</sup>H-NMR (600 MHz), <sup>13</sup>C-NMR (150 MHz) pada pelarut CDCl<sub>3</sub>



#### IV. KESIMPULAN

Senyawa friedelin telah berhasil diisolasi dari ekstrak n-heksana kulit batang *G. cymosa* (10,8 mg). Struktur kimia senyawa ini ditentukan berdasarkan analisis data spektroskopi serta perbandingan dengan senyawa yang telah ditemukan dan diidentifikasi bahwa senyawa isolat A<sub>1,5</sub> adalah senyawa friedelin.

#### UCAPAN TERIMAKASIH

Terima kasih disampaikan pada Kemenristek Dikti untuk Hibah PDUPT (D, 2020), kepala staf Pusat Penelitian kimia LIPI serpong, Dr. Ahmad Darmawan dan Dr. Sofa Fajriah yang telah membantu pengukuran NMR, kepada staf herbarium Bogoriensis Bogor yang telah mengidentifikasi sampel tumbuhan yang digunakan dalam penelitian ini.

#### KONTRIBUSI PENULIS

Ide, desain, dan rancangan percobaan dilakukan oleh DR; percobaan dan perlakuan pengujian dilakukan oleh DR dan NUR; pengumpulan data dan analisis data dilakukan oleh DR, NUR, dan TM; penulisan manuskrip oleh DR, NUR, dan TM; perbaikan dan finalisasi manuskrip dilakukan oleh DR, NUR, RI, dan UN.

#### DAFTAR PUSTAKA

Ambarwati. (2019). Isolasi dan karakterisasi senyawa friedelin dari *Garcinia latissima* yang beraktivitas sebagai antibakteri. *Jurnal Kimia Bahan Alam*,

14(03), 23–27.

Auranwiwat (2014). Anticancer T47D triterpenoids from the *Garcinia cova*. *Fitoterapia*, 98(2) 179-183.

Bui, T. Q., Bui.T.A., Nguyen, T.K., Nguyen, T.V., Trinh, B.T.D., Nguyen, L.H.D., (2016) 'A depsidone and six triterpenoid from the bark of *Garcinia celebica*'. *Tetrahedron Letters*. Elsevier, 57(23), 2524–2529.

Elya, B. (2003). Isolasi dan karakterisasi senyawa kimia dari ekstrak n-heksana kulit batang *Garcinia rigida*. *Makara Sains*, 7(2), 45-51.

Harborne, J.B. (1987). Metode fitokimia penuntun cara modern menganalisis tumbuhan. (Terjemahan). Kosasih Padmawinata dan Iwang Soediro. Bandung: Penerbit ITB.

Muharni, Supriyatna, Bahti, Husein H, & Dachariyanus (2011). Senyawa triterpenoid dari *Garcinia cymosa*. *Jurnal Penelitian Sains*, 12(3C), 12307(1-3).

Sukarman, S. (2012). Cytotoxic prenylated triterpenoids from the young fruit of *Garcinia mangostana*. *Chemical and Pharmaceutical Bulletin*, (54), 301-305.

Sari, A. Elya, B., & Katrin. (2017). Antioxidant activity and lipoxygenase enzyme inhibition as say with total flavonoid assay of *Garcinia laness*. Stem Bark Extracts. *Pharmacognosy Journal*, 9(2), 257–266.