

KARAKTERISASI STRUKTUR TRITERPENOID DARI AKAR TANAMAN LANGSAT (*Lansium domesticum*)

(CHARACTERIZATION OF TRITERPENOID STRUCTURE FROM LEAN PLANT (*Lansium domesticum*))

Rizki Triadi, Rudyansyah*, Andi Hairil Alimuddin

Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura
Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi, Pontianak, 78124

*Corresponding author: rudyansyah@chemistry.untan.ac.id

ARTICLE INFO

Article history:

Received 24 February 2021

Accepted 22 April 2021

Available online 22 April 2021

Keywords:

Lansium domesticum, langsung, triterpenoids, limonoids

ABSTRACT

Langsat root is a part of *Lansium domesticum* which is still rarely explored for its secondary metabolites. Triterpenoids are dominantly isolated from langsung plants. This research was conducted to isolate and characterize a triterpenoid structure by doing maceration and partition, phytochemical test, chromatography, and analysis of ¹H-NMR spectrum. GKGT2 isolate is a white powder with a mass of 4 mg. ¹H-NMR spectrum data (CD₃OD, 500 MHz) shows an oxiran proton signal at δ_H 4.13. The hydroxyl proton at C-1 with a chemical shift of 7.83 (1H, s) is a sharp singlet because a hydrogen bond strongly with the carbonyl at C-16. The presence of a singlet proton at δ_H 5.85 (1H) and signals below 2 ppm are typical for terpenoid compounds. On the basis of a phytochemical test and chemical shift data in ¹H-NMR spectrum, it can be concluded that a structure of GKGT2 isolate showed many similarities to Dukunolida C.

© 2021 IJoPAC. All rights reserved

1. Pendahuluan

Langsat (*Lansium domesticum*) merupakan salah satu tanaman buah-buahan di Indonesia dengan jumlah produksinya mencapai 138.405 ton pada tahun 2017^[1]. Pemanfaatan langsung umumnya baru sebatas konsumsi daging buahnya.

Beberapa bagian tanaman langsung telah digunakan dalam pengobatan populer seperti penyakit malaria, obat diare, dan masih banyak lagi, tetapi lebih penting sebagai tanaman yang bernilai ekonomis sebagai penghasil buah yang dapat dimakan^[2]. Bagian tumbuhan langsung seperti biji, kulit buah, dan daun telah ditemukan metabolit sekunder khusus triterpenoid^[3]. Bagian kulit batang langsung terkandung alkaloid, flavonoid, saponin, triterpenoid, steroid, antosianin, dan kuinon^[4]. Ekstrak daun *Lansium domesticum*, diisolasi tiga triterpenoid tipe onokeranoid baru. Triterpenoid tipe onokeranoid yang diisolasi menunjukkan efek antimutagenik dalam uji Ames^[5]. Tetranortriterpenoid yang diisolasi dari biji *Lansium domesticum* Corr bersama dengan senyawa triterpenoid, dengan analisis data spektroskopi menunjukkan aktivitas antimalaria terhadap *Plasmodium falciparum*^[6].

Berdasarkan penelitian sebelumnya, belum ada laporan penelitian yang membahas tentang metabolit sekunder dari akar langsung. Berdasarkan hasil uji fitokimia yang telah dilakukan menunjukkan bahwa pada akar langsung terkandung senyawa fenolik, triterpenoid, dan flavonoid. Oleh

karena itu perlu dilakukan penelitian lebih lanjut tentang struktur senyawa triterpenoid dari akar langsung. Penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi tentang karakteristik struktur kimia senyawa triterpenoid dari akar langsung (*Lansium domesticum*).

2. Metode

2.1. Preparasi Sampel

Akar langsung yang sudah diambil dikering anginkan tanpa terkena sinar matahari. Setelah itu akar langsung dipisahkan dari kulit akarnya dan dibersihkan hingga tidak ada kotoran yang menempel. Sampel akar kayu selanjutnya dihaluskan sampai menjadi serbuk menggunakan mesin penggilingan kayu.

2.2. Ekstraksi dan Partisi

Ekstraksi dilakukan dengan metode maserasi. Serbuk akar langsung sebanyak 7 kg dimaserasi menggunakan pelarut metanol sampai sampel terendam seluruhnya selama 3x24 jam di dalam bejana pada suhu kamar. Hasil rendaman disaring menggunakan menggunakan kertas saring hingga diperoleh filtrat (ekstrak metanol) yang kemudian dikeringkan dengan *rotary evaporator*.

Ekstrak metanol kering dilarutkan kembali dalam metanol untuk selanjutnya dipartisi menggunakan pelarut yang memiliki tingkat kepolaran berbeda. Pelarut yang digunakan adalah *n*-heksana yang bersifat non-polar. Proses partisi ini menghasilkan fraksi terlarut metanol dan fraksi *n*-heksana.

2.3. Fitokimia dan Kromatografi Lapis Tipis

Uji fitokimia terhadap ekstrak metanol akar langsung dilakukan untuk mengetahui golongan senyawa metabolit sekunder di dalam ekstrak. Identifikasi kandungan senyawa flavonoid dilakukan dengan menambahkan 1 mL HCl pekat dan logam Mg ke dalam ekstrak. Perubahan warna menjadi merah menunjukkan bahwa ekstrak tersebut mengandung flavonoid. Uji senyawa fenolik dilakukan dengan menambahkan 4 tetes larutan FeCl₃ 5% pada ekstrak. Perubahan warna menjadi hijau kehitaman menunjukkan bahwa ekstrak tersebut mengandung fenolik. Uji senyawa terpenoid dilakukan dengan meneteskan larutan Lieberman-Burchard (anhidrida asetat-H₂SO₄ pekat) sehingga terbentuk warna ungu. Fraksi yang dipilih untuk difraksinasi lebih lanjut adalah fraksi metanol yang didasarkan pada hasil uji fitokimia yang positif mengandung senyawa fenolik, flavonoid, dan terpenoid. Fraksi metanol ini terlebih dahulu diuji KLT untuk menentukan pelarut terbaik yang akan digunakan pada tahap selanjutnya^[7].

2.4 Kromatografi Cair Vakum (KCV)

Eluen yang dipilih dari hasil orientasi KLT digunakan dalam proses KCV. Fraksi metanol sebanyak 80 g diimpregnasi pada silika gel 60-70 mesh dengan perbandingan 1:1. Fase diam yang digunakan pada tahap KVC ini berupa silika G60, yang dimasukkan ke dalam kolom dengan ketinggian 6,5 cm dan diameter 10 cm. Sampel yang sudah diimpregnasi dimasukkan pada bagian atas fase diam.

Proses elusi dimulai dengan mengalirkan eluen berdasarkan hasil orientasi KLT sebelumnya dengan dua kali pengulangan untuk setiap kombinasi eluen. Pengelusian pada KVC ini dilakukan dengan eluen kombinasi *n*-heksan 100%, *n*-heksana-etil asetat dengan perbandingan 8:2, 5:5, 2:8, 100% etil asetat, etil asetat-metanol dengan perbandingan 9:1, 7:3, 5:5, dan 100% metanol. Eluat yang dihasilkan sebanyak 69 fraksi kemudian di KLT dengan eluen *n*-heksana-etil asetat (2:8). Fraksi dengan pola noda yang sama digabungkan^[7] sehingga diperoleh 8 fraksi gabungan yaitu GV₁-GV₈. Eluat yang digunakan untuk tahap kromatografi kolom Gravitasi (KKG) yaitu GV₅ dengan massa 5,49g.

2.5 Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG)

Fraksi GV₅ terlebih dahulu di KLT untuk menentukan eluen pertama dalam proses KKG. Kolom yang digunakan pada KKG ini memiliki diameter 4,5 cm dan tinggi 45 cm. Fase diam yang digunakan berupa silika gel 200-400 mesh yang dibuat dengan cara basah/dibuat menjadi bubur silika menggunakan pelarut *n*-heksana. Fase diam yang sudah jenuh dimasukkan ke dalam kolom dengan tinggi ± 17 cm. Kolom tersebut dijenuhkan selama 24 jam sebelum digunakan untuk proses pemisahan.

Fraksi GV₅ sebanyak 5,49 g diimpregnasi pada silika gel 60-70 mesh dengan perbandingan 1:1. Sampel yang terimpregnasi dimasukkan ke kolom dan di atas fase diam. Elusi dimulai dari pelarut yang diperoleh dari hasil KLT yaitu kombinasi *n*-heksana:etil asetat dengan perbandingan 9:1, 7:3, 1:1, 3:7, 1:9, dan metanol 100%. Eluat ditampung dalam botol vial setiap 5 mL dan diuapkan pelarutnya dengan cara dikering-anginkan. Eluat yang dihasilkan sebanyak 177 fraksi. Eluat di KLT dengan eluen *n*-heksana:etil asetat (4:6) untuk melihat pola noda dari hasil KKG. Eluat dengan pola noda yang mirip digabungkan sehingga dihasilkan 15 fraksi gabungan yaitu GK_{G1}-GK_{G15}. Fraksi hasil gabungan ini dilakukan KLT kembali dan ditimbang massanya. Isolat yang dilanjutkan ke tahap kemurnian yaitu GK_{G5} dengan massa 43 mg.

2.6 Kromatografi Lapis Tipis Preparatif

KLT preparatif dilakukan untuk memisahkan fraksi yang memiliki kompleksitas rendah. Fraksi GK_{G5} dilarutkan dalam metanol dan ditotolkan pada plat KLT preparatif yang memiliki ukuran 20x20 cm dengan jarak elusi 18 cm. Eluen yang digunakan adalah kombinasi *n*-heksana:etil asetat dengan 3-4 kali elusi hingga diperoleh pemisahan yang baik. Hasil KLT preparatif dilihat pada lampu UV₂₅₄ dan diperoleh pita-pita noda yang berbeda. Senyawa target dipisahkan dari plat preparatif dengan cara dikerok, kemudian dilarutkan dalam metanol dan didekantasi untuk memisahkan isolat yang mengandung senyawa target dan silika. Masing-masing isolat diuji fitokimia golongan fenolik, flavonoid, dan terpenoid lalu dikering-anginkan. Isolat yang diperoleh dikeringkan dan ditimbang untuk mengetahui massa dari setiap isolat. Diperoleh massa dari setiap isolat GKGT₁ (4 mg), GKGT₂ (20 mg), GKGT₃ (5 mg), GKGT₄ (10 mg), dan GKGT₅ (4 mg). Kelima Isolat ini diuji fitokimia untuk golongan fenolik, terpenoid, dan flavonoid. Hasil fitokimia menunjukkan senyawa target (GKGT₂) yang memberikan hasil positif untuk golongan terpenoid, karena mengalami perubahan warna dari tak berwarna menjadi merah muda. Isolat GKGT₂ yang diperoleh berwujud serbuk putih dengan massa 20 mg.

2.7 Uji Kemurnian

Kemurnian Isolat GKGT₂ diketahui dengan melakukan KLT dua dimensi. Eluen yang digunakan pada KLT dua dimensi memiliki komposisi yang berbeda. Eluen yang digunakan pada KLT dua dimensi adalah kombinasi *n*-heksana: etil asetat (1:1) dan dilanjutkan dengan kloroform : *n*-heksan (7:3). Hasil kromatogram menunjukkan hasil isolasi yang diperoleh sudah cukup murni.

2.8 Karakterisasi Isolat

Isolat GKGT₂ murni dianalisis menggunakan ¹H-NMR yang dilakukan di Laboratorium Kimia Organik Bahan Alam (KOBA) Institut Teknologi Bandung. Spektrum yang diperoleh digunakan untuk menentukan karakteristik struktur triterpenoid pada akar langsung.

3 Hasil dan pembahasan

3.1 Ekstraksi dan Partisi

Akar tanaman langsung dibersihkan dan dikeringanginkan untuk mengurangi kadar airnya. Akar tanaman langsung yang sudah kering dipotong dan dihaluskan. Ekstraksi serbuk akar tanaman langsung (7 Kg) menggunakan metode maserasi dalam pelarut metanol sebanyak 45 L. Maserasi dilakukan selama

3x24 jam agar senyawa metabolit sekunder pada akar langsung dapat terekstraksi secara maksimal. Maserasi dilakukan pada suhu kamar dalam keadaan tertutup agar terhindar dari sinar matahari secara langsung untuk mencegah terjadinya perubahan kandungan senyawa metabolit sekunder (artefak) pada sampel. Hasil maserasi disaring sehingga mendapatkan filtrat dan residu. Filtrat yang diperoleh berwarna merah tua. Hasil maserasi diuapkan menggunakan *rotatory evaporator* pada suhu 40°C sehingga menghasilkan ekstrak metanol sebanyak 203 g (rendemen 2,9%).

Ekstrak metanol difraksinasi menggunakan metode partisi. Ekstrak metanol sebanyak 203 g dilarutkan dalam metanol untuk dibagi menjadi dua bagian dan dimasukkan dalam corong pisah yang berbeda lalu ditambahkan dengan 100 mL *n*-heksana. Partisi menggunakan *n*-heksana bertujuan agar dapat memisahkan komponen senyawa nonpolar pada ekstrak metanol. Fraksi *n*-heksana dan fraksi metanol dipisahkan dan endapan yang terbentuk pada fraksi *n*-heksana disaring. Perlakuan partisi diulang sampai fraksi *n*-heksana tidak berwarna. Fraksi *n*-heksana yang diperoleh dipekatkan menggunakan *rotary evaporator*. Adapun hasil setiap fraksi dapat dilihat pada tabel 1.

Tabel 1. Hasil rendemen setiap fraksi

Fraksi	Massa (g)	Rendemen(%)
<i>n</i> -heksan	105,58	54,89
Metanol	86,77	45,11

3.2 Uji Fitokimia

Uji fitokimia dilakukan untuk mengetahui kandungan senyawa metabolit sekunder berdasarkan perubahan warna dari penambahan reagen tertentu. Fraksi metanol dan *n*-heksana diuji kandungan senyawanya dengan uji fitokimia. Hasil uji fitokimia pada setiap fraksi dapat dilihat pada Tabel 2.

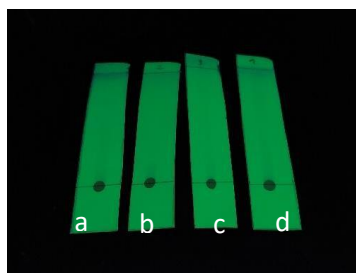
Tabel 2. Hasil uji fitokimia setiap fraksi

Fraksi	Uji Alkaloid	Uji Terpenoid	Uji Flavonoid	Uji Fenolik
<i>n</i> -heksana	-	-	+	+
metanol	-	+	++	++

Berdasarkan hasil uji yang diperoleh, dapat disimpulkan bahwa fraksi metanol positif mengandung senyawa fenolik, flavonoid, dan terpenoid yang ditandai berturut-turut munculnya warna hijau kehitaman dengan reagen FeCl₃, warna merah muda tua dengan reagen HCl + logam Mg, dan warna ungu dengan larutan Liebermann-Burchard (anhidrida asetat-H₂SO₄ pekat). Fraksi *n*-heksana juga memberikan hasil positif untuk golongan fenolik dan flavonoid, namun negatif untuk senyawa terpenoid.

3.3 Pemisahan dan Pemurnian Kromatografi Cair Vakum (KCV)

Fraksi metanol difraksinasi menggunakan metode kromatografi cair vakum (KCV) dengan terlebih dahulu melakukan pencarian variasi fase gerak melalui metode KLT. Hasil orientasi KLT fraksi metanol dapat dilihat pada Gambar 1.

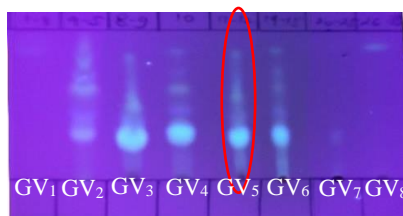


Gambar 1. Hasil KLT fraksi metanol eluen *n*-heksana : etil asetat (a) 1:1 (b) 8:2 (c) 2:8 (d) 100%

Berdasarkan kromatogram Gambar 1 menunjukkan kompleksitas senyawa yang terdapat pada fraksi metanol, sehingga diperlukan kombinasi eluen dengan kepolaran secara bergradien untuk mendapatkan hasil pemisahan yang sesuai dengan tingkat kepolaran dari senyawa. Elusi dilakukan secara bergradien dimulai dengan pelarut nonpolar hingga pelarut yang paling polar agar senyawa-senyawa dapat terelusi dengan teratur sesuai dengan tingkat kepolaran dari senyawa tersebut.

Fraksi metanol sebanyak 80 g diimpregnasi menggunakan silika gel 60-70 mesh dengan perbandingan 1:1 untuk menghomogenkan sampel. Fraksi metanol yang sudah diimpregnasi kemudian dimasukkan ke dalam kolom yang sudah diisi fase diam. Fase gerak yang digunakan bervariasi dimulai dengan *n*-heksana 100%, *n*-heksana : etil asetat, etil asetat 100%, etil asetat : metanol, dan metanol 100%. Elusi diawali dengan eluen *n*-heksana 100% dengan tujuan untuk memisahkan senyawa nonpolar yang diduga masih terdapat pada fraksi metanol. Setiap fraksi pemisahan ditampung sebanyak 100 mL dalam botol vial sehingga diperoleh 69 fraksi.

Semua fraksi hasil KCV kemudian dilakukan KLT menggunakan eluen *n*-heksana : etil asetat (2:8). Kromatogram hasil KLT digunakan sebagai acuan untuk menggabungkan fraksi yang memiliki pola noda dan nilai R_f relatif sama. Hasil gabungan dari 69 fraksi diperoleh 8 fraksi gabungan yaitu GV1-GV8.



Gambar 2. KLT hasil fraksi gabungan KCV fraksi Metanol UV \square_{366} nm

Hasil KLT gabungan pada Gambar 2 menunjukkan bahwa setiap fraksi memiliki pola noda yang berbeda-beda. Fraksi GV5 memiliki pemisahan lebih baik dan terdapat senyawa target dengan massa 5,49 g sehingga dipilih ke tahap pemurnian menggunakan metode kromatografi kolom Gravitasi (KKG).

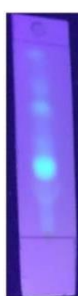
Kromatografi Kolom Gravitasi (KKG)

Fraksi GV5 terlebih dahulu di uji fitokimia dan orientasi KLT. Hasil uji fitokimia yang dilakukan menunjukkan bahwa fraksi GV5 positif mengandung senyawa golongan fenolik, flavonoid, dan terpenoid.

Tabel 3. Uji Fitokimia terhadap fraksi GV5

Senyawa	Pereaksi	Hasil
Fenolik	FeCl ₃ 5%	+
Flavonoid	HCl pekat + serbuk Mg	+
Terpenoid	Liebermann Buchard	+

Terhadap fraksi GV5 dilakukan orientasi KLT untuk menentukan eluen yang akan digunakan pada proses fraksinasi di KKG. Pemisahan yang baik ditunjukkan dengan banyaknya pola noda yang terbentuk. Semakin banyak noda yang terbentuk, maka semakin banyak senyawa yang dapat dipisahkan dengan eluen tersebut^[7]. Berdasarkan hasil orientasi KLT diperoleh eluen yang memiliki pemisahan terbaik adalah kombinasi *n*-heksana:etil asetat (4:6) seperti Gambar 4 berikut.

Gambar 3. kromatogram fraksi GV₅ dibawah sinar UV \square_{366} nm dan eluen *n*-heksana:etil asetat (4:6)

Berdasarkan kromatogram pada Gambar 4, eluen yang digunakan untuk KKG adalah kombinasi *n*-heksana : etil asetat dengan perbandingan 9:1, 7:3, 5:5, 3:7, 1:9 dan 100% metanol. Sampel yang dipisahkan diimpregnasi dengan silika gel 60-70 mesh lalu ditempatkan di atas fase diam di dalam kolom kromatografi. Elusi dilakukan dengan mengalirkan fase gerak secara perlahan. Fase gerak yang digunakan sebagai eluen pertama adalah *n*-heksana:etil asetat (9:1) kemudian ditingkatkan kepolarannya secara bertahap. Hasil total fraksi pemisahan ditampung sebanyak 10 mL ke dalam botol vial sehingga diperoleh sebanyak 177 vial.

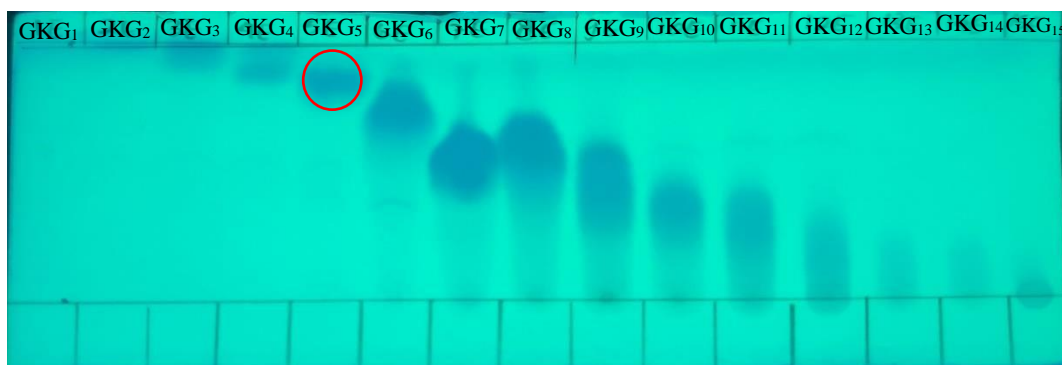
Semua vial hasil proses KKG diidentifikasi menggunakan metode KLT dengan eluen *n*-heksana : etil asetat (4:6) yang kemudian digabungkan menjadi 15 fraksi berdasarkan kemiripan pola-pola noda yang terbentuk. Data penggabungan fraksi dapat dilihat pada Tabel 4.

Tabel 4. Hasil fraksi gabungan kromatografi kolom gravitasi

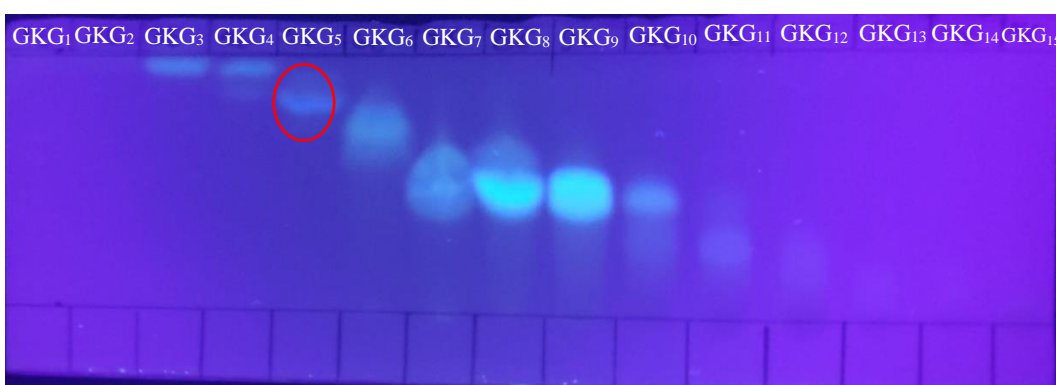
Kode Fraksi	No. Vial	Massa Sampel (mg)	Kode Fraksi	No. Vial	Massa Sampel (mg)
GKG ₁	01-25	4	GKG ₉	76-85	224
GKG ₂	26-30	15	GKG ₁₀	86-90	177
GKG ₃	31-35	9	GKG ₁₁	91-95	98
GKG ₄	36-40	11	GKG ₁₂	96-115	169
GKG ₅	41-45*	43*	GKG ₁₃	116-120	22
GKG ₆	46-55	305	GKG ₁₄	121-140	37
GKG ₇	56-65	754	GKG ₁₅	141-177	855
GKG ₈	66-75	418			

Keterangan : (*) sampel yang diambil ketahap selanjutnya

Hasil fraksi gabungan dilakukan KLT kembali dengan eluen *n*-heksana : etil asetat (4:6) seperti dapat terlihat pada Gambar 4 dan 5.



Gambar 4. KLT fraksi gabungan KKG *n*-heksana : etil asetat (4:6) UV \square_{254} nm



Gambar 5. KLT fraksi gabungan KKG *n*-heksana : etil asetat (4:6) UV \square_{366} nm

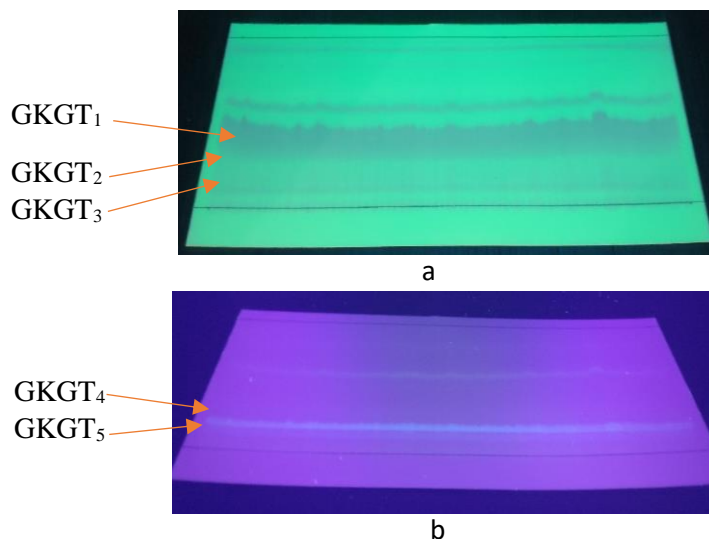
Gambar 4 dan Gambar 5 menunjukkan bahwa fraksi GKG₅ memiliki noda yang paling sederhana dan massa yang cukup untuk dimurnikan. Terhadap fraksi ini juga dilakukan uji fitokimia untuk golongan fenolik, terpenoid, dan flavonoid, dimana hasilnya dapat dilihat pada Tabel 5 berikut:

Tabel 5. Uji Fitokimia terhadap fraksi GKG₅

Senyawa	Pereaksi	Hasil
Fenolik	FeCl ₃ 5%	+
Flavonoid	HCl pekat + serbuk Mg	+
Terpenoid	Liebermann Buchard	+

Fraksi GKG₅ dipilih untuk dimurnian dengan metode KLT preparatif. Eluen yang digunakan adalah *n*-heksana:etil asetat (4:6) dengan proses elusi yang dilakukan 2-3 kali hingga pola noda terpisah dengan baik.

Fraksi GKG₅ dilarutkan dalam pelarut etil asetat dan ditotolkan disepanjang garis batas bawah plat KLT preparatif kemudian dielusi. Penampakan pola pita hasil elusi tersebut dilihat di bawah lampu UV \square_{254} dan UV \square_{366} diperoleh lima pita noda. Senyawa dengan pola noda bawah diberi kode GKGT₁, GKGT₂, GKGT₃, GKGT₄, dan GKGT₅.



Gambar 6. Hasil (a) KLT preparatif dibawah lampu UV δ_{254} dan (b) KLT preparatif di bawah lampu UV δ_{366}

Semua isolat yang diperoleh dikeringkan dan ditimbang untuk mengetahui massa dari setiap isolat. Kelima Isolat ini diuji fitokimia untuk golongan fenolik, terpenoid, dan flavonoid. Hasil uji fitokimia terhadap kelima isolat dapat dilihat pada Tabel 6.

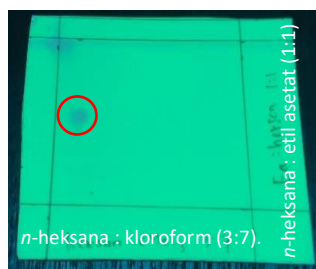
Tabel 6. Uji fitokimia golongan fenolik, terpenoid dan flavonoid dari kelima isolat

Senyawa	Fenolik	Terpenoid	Flavonoid	Massa (mg)
GKGT ₁	-	-	-	4
GKGT ₂	-	+	-	20
GKGT ₃	+	-	-	5
GKGT ₄	-	+	-	10
GKGT ₅	-	-	+	4

Hasil fitokimia menunjukkan senyawa target (GKGT₂) yang memberikan hasil positif untuk golongan terpenoid karena mengalami perubahan warna dari tak berwarna menjadi ungu muda dengan massa 20 mg. Isolat tersebut dianalisis menggunakan spektrometer ¹H-NMR.

Uji Kemurnian Isolat

Uji kemurnian isolat GKGT₂ dilakukan dengan KLT dua dimensi. Eluen yang digunakan adalah *n*-heksana : etil asetat (1:1), yang kemudian dilanjutkan dengan eluen perbandingan *n*-heksana : kloroform (3:7). Hasil KLT dua dimensi isolat GKGT₂ dapat dilihat pada Gambar 7.

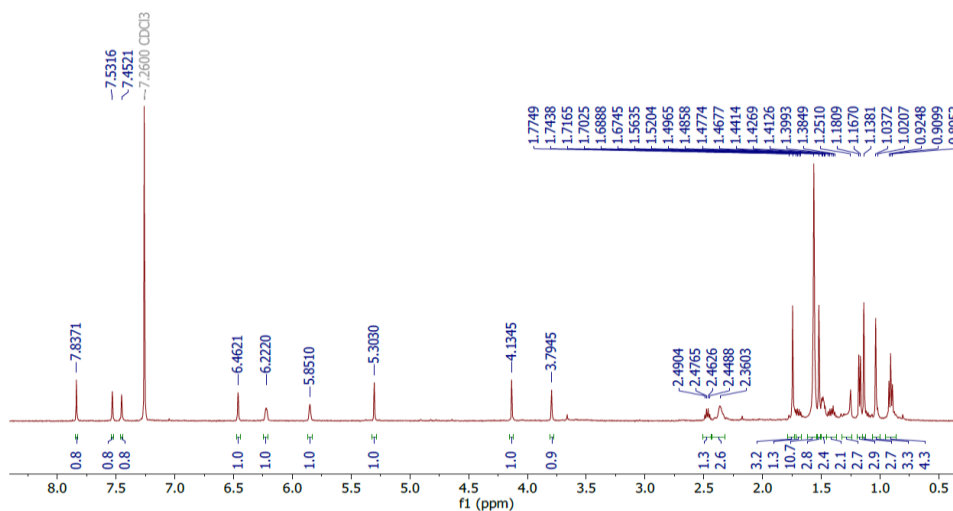


Gambar 7. Orientasi KLT dua dimensi isolat GKGT₂ dengan penampakan di bawah lampu UV \square_{254} .

Hasil analisis KLT 2 dimensi tersebut menunjukkan adanya satu noda yang menandakan bahwa senyawa terpenoid tersebut sudah cukup murni.

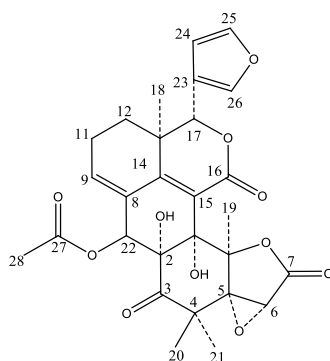
Karakterisasi Struktur Terpenoid

Isolat GKGT₂ dilarutkan dalam pelarut kloroform deuterasi (CDCl₃) kemudian dilakukan analisis menggunakan ¹H-NMR pada frekuensi 500 MHz untuk menganalisis pola-pola geseran kimia proton pada struktur terpenoid. Spektrum ¹H-NMR isolat GKGT₂ dapat dilihat pada Gambar 8.



Gambar 8. Spektrum ¹H-NMR GKGT₂ (500 MHz dalam CdCl₃)

Spektrum ¹H-NMR pada Gambar 8 menunjukkan bahwa isolat GKGT₂ mengandung 22 sinyal. Spektrum ¹H-NMR menunjukkan sinyal proton oxiran (δ_H 4,13 ppm, s). Proton hidroksil di C-1 dengan δ_H 7,83 ppm (1H) sebagai singlet tajam karena hidrogen yang kuat ikatan dengan oksigen karbonil di C-16. Terlihat sinyal yang tumpang tindih pada daerah dibawah geseran 2 ppm yang khas untuk senyawa terpenoid termasuk sinyal-sinyal metil pada geseran kimia δ_H 1,13 ppm (3H, s), δ_H 1,56 ppm (3H, s), δ_H 1,25 ppm (3H, s), δ_H 1,52 ppm (3H, s). Data ¹H-NMR isolat GKGT₂ menunjukkan banyak kesamaan dengan pergeseran kimia struktur Dukunolida C. Prediksi struktur isolat (Gambar 9) ini dibandingkan dengan literatur yang dapat dilihat pada Tabel 7 berikut.



Gambar 9. Struktur Dukunolida C

Tabel 7. Data perbandingan spektrum ¹H-NMR GKGT₂ (500 MHz dalam CdCl₃) dan Dukunolida A, B dan C (400 MHz dalam CdCl₃).

Posisi (C)	Pergeseran Kimia (ppm)			
	Isolat GKGT ₂	Dukunolid A ^[8]	Dukunolid B ^[8]	Dukunolid C ^[8]
1	7,83 (1H, s)	7,83 (1H, s)	7,80 (1H, s)	7,52 (1H, s)
6	4,13 (1H, s)	4,08 (1H, s)	3,91 (1H, s)	3,89 (2H, s)
9	6,22 (1H, s)	6,22 (1H, s)	3,39 (1H, d, J=3Hz)	6,76 (1H, dd, J=2Hz,1Hz)
17	5,30 (1H, s)	5,29 (1H, s)	5,34 (1H, s)	5,25 (1H, s)
18	1,13 (2H, s)	1,10 (3H, s)	1,14 (1H, s)	1,13 (3H, s)
19	1,56 (1H, s)	1,74 (3H, s)	1,73 (3H, s)	1,71 (3H, s)
20	1,25 (3H, s)	1,03 (3H, s)	1,08 (3H, s)	1,09 (3H, s)
21	1,52 (1H, s)	1,52 (3H, s)	1,48 (1H, s)	1,43 (3H, s)
24	6,46 (1H, s)	6,46 (1H, dd, J=2Hz,1Hz)	6,41(1H, dd, J=2Hz,1Hz)	6,42 (1H, dd, J=2Hz,1Hz)
25	7,45 (1H, s)	7,45 (1H, d, J=2Hz)	7,43 (1H, d, J=2Hz)	7,41(1H, d, J=2Hz)
26	7,53 (1H, s)	7,52 (1H, d, J=1Hz)	7,49 (1H, d, J=1Hz)	7,48 (1H, d, J=1Hz)
27	5,85 (1H, s)			
28	2,36 (3H, s)			
29	1,48 (2H, q, J=5,35Hz, 9,55Hz)			
30	1,02 (3H, d, J=8,25Hz)			

4 Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian dapat disimpulkan bahwa isolat yang diperoleh merupakan senyawa golongan terpenoid yang berbentuk serbuk putih. Struktur terpenoid yang terkandung pada akar langsung (*Lansium domesticum*) berdasarkan data spektrum ¹H-NMR memiliki banyak kemiripan dengan struktur triterpenoid senyawa Dukunolida C.

Daftar Pustaka

- [1] Badan Pusat Statistik. (2017). Statistik tanaman buah-buahan dan sayur-sayuran tahunan Indonesia. *Katalog BPS*, 5205010.
- [2] Tilaar M., Wih W.L., Ranti A.S., Wasitaatmadja S.M., Suryaningsih., Januarydy F.D., and Maily. (2008). Review of *Lansium domesticum* Correa and its use in cosmetics. *Boletin Latinoamericano y del Caribe de Plantas Medicinales y Aromaticas*, 7(4):183-189.
- [3] Yapp D.T.T., and Yap S.Y. (2002). *Lansium domesticum*: skin and leaf extracts of this fruit tree interrupt the lifecycle of *Plasmodium falciparum* and are active towards a chloroquine-resistant strain of the parasite (T9) in vitro. *Journal of Ethnopharmacology*, 85:145–150.
- [4] Worang R.L., Samuel M.Y., and Pendong D.F. (2013). Antimalarial and antibacterial bioactivity of langsung (*Lansium minahasae* l.) bark extract. *Journal of Natural Sciences Research*, 3(14):1-12.
- [5] Matsumoto T., Kitagawa T., Ohta T., Yoshida T., Imahori D., Teo S., Ahmad H.S.b., and Watanabe T., (2019). Structures of triterpenoids from the leaves of *Lansium domesticum*. *Journal of Natural Medicines*, 73: 727–734.
- [6] Saewana N., Sutherland J.D., and Chantraprommaa K., (2006). Antimalarial tetranortriterpenoids from the seeds of *Lansium domesticum* Corr. *Phytochemistry*, 67(20): 2288-2293.

- [7] Sukmawati S.H., Harlia, and Rudiyanasyah. (2017). Karakterisasi struktur senyawa kumarin glikosida dari biji buah rambutan (*Nephelium lappaceum* L.). *Jurnal Kimia Khatulistiwa*, 6(3):1-5.
- [8] Nishizawa M., Nademoto Y., Sastrapradja S., Shiro M., and Hayashit Y. (1985). Structure of dukunolides bitter principles of *Lansium domesticum*. *Journal Org Chem*, 50(26):5487-5490.