

**ISOLASI DAN PENENTUAN STRUKTUR SENYAWA KIMIA  
SERTA UJI AKTIVITAS BIOLOGI DARI KULIT BATANG  
*Garcinia maluensis* Lauterb.**

**EKA PUTRI  
6305070031**



**UNIVERSITAS INDONESIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM PASCASARJANA  
PROGRAM STUDI ILMU KEFARMASIAN  
DEPOK  
2008**

**ISOLASI DAN PENENTUAN STRUKTUR SENYAWA KIMIA  
SERTA UJI AKTIVITAS BIOLOGI DARI KULIT BATANG  
*Garcinia maluensis* Lauterb.**

**TESIS**

**Diajukan sebagai salah satu syarat untuk  
Memperoleh gelar Magister Sains**

**Oleh:**

**EKA PUTRI**

**6305070031**



**UNIVERSITAS INDONESIA  
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM  
PROGRAM PASCASARJANA  
PROGRAM STUDI ILMU KEFARMASIAN  
DEPOK  
2008**

**JUDUL** : ISOLASI DAN PENENTUAN STRUKTUR  
SENYAWA KIMIA SERTA UJI AKTIVITAS  
BIOLOGI DARI KULIT BATANG *Garcinia*  
*maluensis* Lauterb

**Nama** : Eka Putri  
**NPM** : 6305070031

**MENYETUJUI**

**1. Komisi Pembimbing**

Dr. Berna Elya, MSi, Apt  
Pembimbing I

Dr. Sri Hartati, MSi  
Pembimbing II

**2. Penguji**

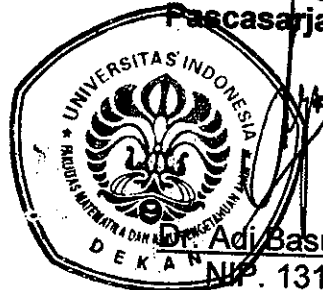
Prof. Dr. Endang Hanani  
Penguji I

Prof. Dr. Soleh Kosela, MSc  
Penguji II

**3. Ketua Program  
Studi Ilmu Kefarmasian**

Prof. Dr. Endang Hanani  
NIP. 130 353 812

**4. Ketua Program  
Pascasarjana FMIPA UI**



Dr. Adi Basukriadi, MSc  
NIP. 131 472 297

Tanggal lulus : 21 Juli 2008

Name : Eka Putri Date : July 15, 2008  
Title : Isolation and Structure Determination of Chemical  
Compounds and Bioactivities Test from The Stem  
Bark of *Garcinia maluensis* Lauterb

Thesis Supervisors : Dr. Berna Elya, MSi, Apt. and Dr. Sri Hartati, MSi.

---

### SUMMARY

The use of natural products as medicines has been known since long time ago. Until nowadays plants are still being the primary source for the treatment of a wide variety of diseases by the great civilizations in the world. Indonesia has a high species richness of *Garcinia* (*Garcinia* spp.) and it is as an important basic materials for breeding of bioactive chemical compounds for medicines. One of species from *Garcinia* genus which grows in Papua (Indonesia) is *Garcinia maluensis* Lauterb that belong to Guttiferae (Clusiaceae) family.

This research was intended to isolate and determine the structure of chemical compounds from the stem bark of *G. Maluensis* Lauterb, as well as to conduct bioactivity test comprising a preliminary test to brine shrimp lethality test (BSLT) and antioxidant test by using DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil) method from the isolated compounds. The isolation was conducted by technique of chromatographic combinations and structure of isolated compounds were established by spectroscopy data: mass spectrometry (MS), IR, UV,  $^1\text{H-NMR}$ ,  $^{13}\text{C-NMR}$  and 2-D NMR, included HMQC and HMBC.

The research founded mixture two compounds of polyisoprenylbenzophenones (GML-1, GML-2 and GML-4). One of compound which has molecular formula  $C_{38}H_{50}O_6$  was predicted as camboginol and the other compound which molecular formula  $C_{38}H_{48}O_6$  was predicted as (Z)-3-(3,4-dihydroxibenzoil) hidroxi-1-(3-methylbut-2-enyl)-5-((E)-2-(3-methylbut-2-enyl)hept-3-enyl)-7-(3-methylbutenyidene) bisiclo [3,3,1]non-3-ene2,9 dione (GML-2 dan GML-4 = cayubenzofenon). GML-3 compound has molecular formula  $C_{38}H_{50}O_6$  was predicted as epicambogin and GML-5 which molecular formula  $C_{29}H_{48}O$  was predicted as stigmasterol.

The result of the preliminary brine shrimp lethality test showed that compounds GML-1, GML-2, GML-3 and GML-4 were toxic with each  $LC_{50}$  was 2,72; 1,64; 7,34 dan 1,68  $\mu\text{g/mL}$ . The result of antioxidant test to DPPH on the GML-1, GML-2, GML-3 and GML-4 showed antioxidant DPPH radical scavenging with  $IC_{50}$  13,92; 12,59; 23,27 dan 13,95  $\mu\text{g/mL}$ . GML-5 did not show toxicity and antioxidant activity significantly.

Toxicity and ability to inhibit free radical reaction of DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil) of GML-1, GML-2, GML-3 and GML-4 were predicted because of hidroxy groups existention on that compounds which give the polarity and have function as radical scavenging and so that inhibited the free radical reaction goes on.

For getting pure compound from mixture of GML-1, GML-2 and GML-4 need the next technical purification. The further isolation of the others fraction was needed for founding the others compound which have

more interesting bioactivities. Also need to do the anticancer and antibacterial test or others bioactivities test from these compounds.



## KATA PENGANTAR

Segala puji bagi Allah SWT, atas izin dan petunjuk-Nya sehingga penulis dapat menyelesaikan penelitian dan penulisan tesis dengan judul "Isolasi dan Penentuan Struktur Senyawa Kimia serta Uji Aktivitas Biologi dari Kulit Batang *Garcinia maluensis* Lauterb ".

Penulis menyadari bahwa tesis ini masih jauh dari kesempurnaan, oleh karena itu segala saran dan kritik membangun yang diberikan terhadap tesis sangat penulis harapkan. Penulis berharap tesis ini akan memberikan manfaat bagi penulis, kalangan peneliti, kalangan akademis maupun masyarakat umum.

Selesainya tesis ini tidak lepas dari doa dan dukungan yang telah diberikan oleh suami, anak-anak (Masayu dan Akbar), Papa, Mama, dan seluruh keluarga yang penulis cintai.

Penulis menyampaikan terima kasih kepada Ibu Prof. Dr. Endang Hanani selaku ketua program studi beserta staf pengajar dan staf administrasi Pascasarjana Ilmu Kefarmasian FMIPA Universitas Indonesia atas segala bimbingan dan bantuan yang diberikan selama penulis mengikuti masa pendidikan.

Ucapan terima kasih yang tulus dan dengan penuh rasa hormat penulis sampaikan kepada Ibu Dr. Berna Elya, MSi, Apt dan Ibu Dr. Sri Hartati, MSi yang telah memberikan bimbingan, dukungan dan semangat serta meluangkan waktu dan pikiran bagi penulis selama penelitian dan penulisan tesis ini sehingga dapat diselesaikan.

Terima kasih juga penulis sampaikan kepada Dr. L. Broto S. Kardono selaku Kepala Pusat Penelitian Kimia LIPI dan Dr. Muhammad Hanafi sebagai kepala bidang Bahan Alam Pangan dan Farmasi Pusat Penelitian Kimia LIPI beserta staf yang telah mengizinkan dan memberikan sarana dan prasarana kepada penulis selama pelaksanaan penelitian. Ucapan terima kasih kepada Mega, Mbak Mimin, Lia, Lala, Nita, Sofa, Ahmad Darmawan, Ibu Puspa dan Teh Rizna atas semua bantuan yang telah diberikan.

Terima kasih kepada semua pihak yang turut membantu dalam penulisan yang tidak dapat disebutkan namanya satu persatu. Semoga tesis ini bermanfaat untuk kemajuan ilmu pengetahuan umumnya dan ilmu kefarmasian khususnya.

Depok, Juli 2008

Penulis



## DAFTAR ISI

	Halaman
SUMMARY.....	iv
KATA PENGANTAR.....	vii
DAFTAR ISI.....	ix
DAFTAR GAMBAR.....	xi
DAFTAR TABEL.....	xii
DAFTAR LAMPIRAN.....	xiii
BAB I PENDAHULUAN.....	1
1.1 LATAR BELAKANG.....	1
1.2 RUMUSAN MASALAH.....	5
1.3 TUJUAN PENELITIAN.....	5
1.4 MANFAAT HASIL PENELITIAN.....	5
BAB II TINJAUAN PUSTAKA.....	7
2.1 GENUS GARCINIA.....	7
2.2 <i>Garcinia maluensis</i> Lauterb.....	9
2.2.1 Taksonomi.....	9
2.2.2 Morfologi Tumbuhan.....	9
2.3 KANDUNGAN KIMIA GENUS GARCINIA.....	11
2.3.1 Senyawa Xanton.....	11
2.3.2 Senyawa Benzofenon dan Isoprenilbenzofenon.....	19
2.3.3 Senyawa Terpenoid.....	21
2.3.4 Senyawa Depsidone.....	22
2.3.5 Senyawa Flavonoid.....	23
2.3.6 Senyawa Asam-asam Organik.....	24
2.4 BIOAKTIVITAS SENYAWA-SENYAWA DARI GENUS GARCINIA.....	26
2.4.1 Bioaktivitas Xanton.....	26
2.4.2 Bioaktivitas Benzofenon.....	29
2.4.3 Bioaktivitas Flavonoid.....	29
2.4.4 Bioaktivitas Terpenoid.....	30
2.4.5 Bioaktivitas Asam-asam Organik.....	31
2.5 UJI TOKSISITAS.....	32
2.6 ANTIOKSIDAN.....	34
BAB III METODE PENELITIAN.....	37
3.1 LOKASI DAN WAKTU PENELITIAN.....	37
3.2 BAHAN DAN ALAT.....	37
3.2.1 Tanaman.....	37
3.2.2 Bahan Kimia.....	37
3.2.3 Hewan Uji.....	37
3.2.4 Alat – alat.....	38

3.3	CARA KERJA.....	38
3.3.1	Penyiapan Bahan dan Pembuatan Ekstrak.....	38
3.3.2	Penapisan Fitokimia.....	38
3.3.3	Fraksinasi dan Isolasi Ekstrak.....	40
3.3.4	Identifikasi Senyawa Murni.....	41
3.3.5	Uji Toksisitas.....	41
3.3.6	Uji Aktifitas Antioksidan.....	42
BAB IV HASIL DAN PEMBAHASAN.....		44
4.1	HASIL DETERMINASI TUMBUHAN.....	44
4.2	HASIL PEMBUATAN EKSTRAK.....	44
4.3	HASIL UJI PENAPISAN FITOKIMIA.....	45
4.4	HASIL ISOLASI DAN PEMURNIAN SENYAWA.....	45
4.4.1	Isolasi dan Pemurnian Senyawa dari Ekstrak <i>n</i> - heksana.....	45
4.4.2	Isolasi dan Pemurnian Senyawa dari Ekstrak Aseton.....	46
4.5	HASIL PENENTUAN STRUKTUR.....	47
4.6	HASIL UJI BIOAKTIVITAS.....	55
4.6.1	Uji Toksisitas.....	55
4.6.2	Uji Antioksidan.....	56
4.7	PEMBAHASAN.....	57
4.7.1	Senyawa GML-1.....	57
4.7.2	Senyawa GML-2 dan GML-4.....	65
4.7.3	Senyawa GML-3.....	78
4.7.4	Senyawa GML-5.....	91
4.8	Pengujian Aktivitas Biologi.....	95
4.8.1	Uji Toksisitas (BSLT).....	95
4.8.2	Uji Antioksidan.....	96
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN.....		99
5.1	KESIMPULAN.....	99
5.2	SARAN.....	100
DAFTAR ACUAN.....		101

## DAFTAR GAMBAR

	Halaman
Gambar 1. Daun <i>Garcinia maluensis</i> Lauerb.....	11
Gambar 2. Senyawa xanton.....	12
Gambar 3. Skema Isolasi Senyawa Kimia dari Kulit Batang <i>Garcinia maluensis</i> Lauterb.....	43
Gambar 4. Senyawa GML-1a = Camboginol.....	62
Gambar 5. HMBC Penggalan struktur GML- 4 (1).....	75
Gambar 6. HMBC Penggalan struktur GML- 4 (2).....	76
Gambar 7. HMBC Penggalan struktur GML- 4 (3).....	77
Gambar 8. Struktur senyawa GML-4b = cayubenzofenon.....	77
Gambar 9. Struktur senyawa GML-3 = epicambogin.....	84
Gambar 10. HMBC penggalan A dan B GML-3.....	85
Gambar 11. HMBC penggalan C struktur GML-3.....	86
Gambar 12. HMBC dari senyawa GML-3.....	86
Gambar 13. Senyawa GML-5 = stigmasterol.....	93
Gambar 14. Reaksi penangkapan radikal bebas DPPH oleh antioksidan.....	97

## DAFTAR TABEL

	Halaman
Tabel 1. Hasil uji penapisan fitokimia.....	45
Tabel 2. Hasil pengamatan spektrum IR (plat KBr) senyawa GML-1, GML-2, GML-3, GML-4 dan GML-5.....	51
Tabel 3. Data pergeseran kimia $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa GML-1, GML-2, GML-3, GML-4 dan GML-5 .....	52
Tabel 4. Data pergeseran kimia $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa GML-1, GML-2, GML-3, GML-4 dan GML-5.....	53
Tabel 5. Hasil pengamatan DEPT $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa GML-1, GML-2, GML-3, GML-4 dan GML-5.....	54
Tabel 6. Hasil uji toksisitas (BSLT) fraksi-fraksi uji dan senyawa GML1-5.....	55
Tabel 7. Hasil uji aktivitas antioksidan (metode DPPH ) fraksi-fraksi uji dan senyawa GML1-5.....	56
Tabel 8. Tabulasi spektrum NMR proton dan karbon serta DEPT, HMQC dan HMBC ( $\text{CDCl}_3$ , 500 MHz) senyawa GML-1.....	63
Tabel 9. Data perbandingan pergeseran kimia $^{13}\text{C}$ -NMR GML-1 dan camboginol.....	64
Tabel 10. Data spektrum $^1\text{H}$ dan $^{13}\text{C}$ -NMR, DEPT, HMQC serta HMBC GML-4.....	70
Tabel 11. Data perbandingan pergeseran kimia $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ , 500 MHz) GML-2, GML-4 dan camboginol.....	72
Tabel 12. Data pergeseran kimia $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa GML-3 dan camboginol.....	87
Tabel 13. Data pergeseran kimia HMQC dan HMBC senyawa GML-3.....	88
Tabel 14. Tabulasi spektrum NMR proton dan karbon serta DEPT dan HMQC ( $\text{CDCl}_3$ , 500 MHz) senyawa GML-3.....	90
Tabel 15. Perbandingan data pergeseran kimia $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa GML-5 dan stigmasterol.....	94

## DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
Lampiran 1. Hasil identifikasi tumbuhan <i>Garcinia maluensis</i> Lauterb.....	108
Lampiran 2. Spektrum IR GML-1.....	109
Lampiran 3. Spektrum LC-MS GML-1.....	110
Lampiran 4. Spektrum <sup>1</sup> H-NMR GML-1.....	112
Lampiran 5. Spektrum <sup>13</sup> C-NMR GML-1.....	115
Lampiran 6. Spektrum DEPT <sup>13</sup> C-NMR GML-1.....	117
Lampiran 7. Spektrum HMQC GML-1.....	121
Lampiran 8. Spektrum HMBC GML-1.....	122
Lampiran 9. Spektrum UV GML-2.....	123
Lampiran 10. Spektrum IR GML-2.....	124
Lampiran 11. Spektrum LC-MS GML-2 (a).....	125
Lampiran 12. Spektrum LC-MS GML-2 (b).....	126
Lampiran 13. Spektrum LC-MS GML-2 (c).....	127
Lampiran 14. Spektrum <sup>1</sup> H-NMR GML-2.....	128
Lampiran 15. Spektrum <sup>13</sup> C-NMR GML-2.....	130
Lampiran 16. Spektrum DEPT <sup>13</sup> C-NMR GML-2.....	132
Lampiran 17. Spektrum HMQC GML-2.....	134
Lampiran 18. Spektrum HMBC GML-2.....	135
Lampiran 19. Spektrum UV GML-4.....	136
Lampiran 20. Spektrum IR GML-4.....	137
Lampiran 21. Spektrum <sup>1</sup> H-NMR GML-4.....	138
Lampiran 22. Spektrum <sup>13</sup> C-NMR GML-4.....	141
Lampiran 23. Spektrum DEPT <sup>13</sup> C-NMR GML-4.....	143
Lampiran 24. Spektrum HMQC GML-4.....	147
Lampiran 25. Spektrum HMBC GML-4.....	148
Lampiran 26. Spektrum UV GML-3.....	149
Lampiran 27. Spektrum IR GML-3.....	150
Lampiran 28. Spektrum <sup>1</sup> H-NMR GML-3.....	151
Lampiran 29. Spektrum <sup>13</sup> C-NMR GML-3.....	154
Lampiran 30. Spektrum DEPT <sup>13</sup> C-NMR GML-3.....	156
Lampiran 31. Spektrum HMQC GML-3.....	158
Lampiran 32. Spektrum HMBC GML-3.....	159
Lampiran 33. Spektrum LC-MS GML-3.....	160
Lampiran 34. Spektrum IR GML-5.....	161
Lampiran 35. Spektrum <sup>1</sup> H-NMR GML-5.....	162
Lampiran 36. Spektrum <sup>13</sup> C-NMR GML-5.....	164
Lampiran 37. Spektrum DEPT <sup>13</sup> C-NMR GML-5.....	166
Lampiran 38. Spektrum HMQC GML-5.....	168
Lampiran 39. Spektrum HMBC GML-5.....	169

# BAB I

## PENDAHULUAN

### 1.1. LATAR BELAKANG

Penggunaan bahan-bahan alami sebagai bahan obat telah dikenal sejak jaman dahulu oleh masyarakat. Bahan-bahan alami tersebut berasal dari tumbuhan, hewan, mineral maupun bahan galenik atau campuran dari bahan-bahan tersebut. Sampai dasawarsa terakhir ini tumbuhan masih merupakan sumber bahan obat utama bagi mayoritas masyarakat dunia.

Sekitar 25% resep obat di seluruh dunia berasal dari tumbuhan dan 121 diantaranya yang digunakan pada saat ini adalah dalam bentuk senyawa aktif. Lebih dari 252 obat dianggap sebagai obat dasar dan esensial oleh WHO (*World Health Organization*), 11% diisolasi dari tumbuhan asli dan dalam jumlah yang cukup signifikan merupakan bentuk obat sintetik yang diperoleh dari prekursor bahan alam (Rates, 2001).

Sebelum abad ke-19 tumbuhan dimanfaatkan dalam bentuk ekstraknya untuk mengobati berbagai penyakit. Sekitar awal abad ke-19 terjadi suatu era perubahan dalam pemanfaatan tumbuhan obat. Pada masa ini para ilmuan telah berhasil mengisolasi senyawa-senyawa murni dari tumbuhan seperti striknin, kinin, dan morfin yang sampai sekarang masih dimanfaatkan sebagai obat. Pada rentang waktu ini metabolit sekunder dari tumbuhan menjadi target utama riset dalam rangka mencari

senyawa kimia yang berpotensi sebagai bahan obat (David Phillipson, J., 2001).

Bangsa Indonesia yang terdiri dari berbagai suku bangsa, memiliki keanekaragaman obat tradisional yang dibuat dari bahan-bahan alami bumi Indonesia, termasuk tumbuhan obat. Indonesia yang dianugerahi kekayaan keanekaragaman hayati tersebut, memiliki lebih dari 30.000 spesies tumbuhan dan 940 spesies di antaranya diketahui berkhasiat sebagai obat atau digunakan sebagai bahan obat. Keanekaragaman hayati Indonesia ini diperkirakan terkaya-kedua di dunia setelah Brazil, dan terutama tersebar di masing-masing pulau-pulau besar di Indonesia. (Maheshwari, H., 2002)

Senyawa metabolit sekunder merupakan sumber bahan kimia yang tidak akan pernah habis, sebagai sumber inovasi dalam penemuan dan pengembangan obat-obat baru ataupun untuk menunjang berbagai kepentingan industri. Hal ini terkait dengan keberadaannya di alam yang tidak terbatas jumlahnya. Sejalan dengan hal itu dan diikuti oleh keberadaan organisme yang juga tidak terbatas jumlahnya, maka topik penelitian bahan alam juga tidak akan pernah habis. Ini didukung pula oleh fakta bahwa di muka bumi ini terdapat 250.000-500.000 jenis tumbuhan tingkat tinggi, akan tetapi tidak lebih dari 0,4 % dari jumlah tumbuhan tersebut telah diselidiki oleh peneliti untuk berbagai kepentingan. Sebagian besar dari penelitian itupun masih sangat dangkal sifatnya atau belum menyeluruh, lagi pula terbatas pada tumbuhan yang terdapat di daerah beriklim sedang. Dari 250.000 -500.000 jenis tumbuhan

tingkat tinggi seperti yang dikemukakan di atas 54 % diantaranya terdapat di hutan-hutan tropika dan Indonesia dengan hutan tropikanya yang mengandung lebih dari 30.000 jenis tumbuhan tingkat tinggi sangat berpotensi untuk diteliti dan dikembangkan sehingga dapat menjadi sumber bahan bioaktif (Evan Putra, S., 2005; Atun, S., 2005).

Pemilihan tumbuhan dalam rangka pencarian senyawa bioaktif baru dari tumbuhan dapat dilakukan melalui pendekatan identifikasi bahan alam secara etnobotani dan secara kimiawi kemotaksonomi. Pendekatan secara etnobotani adalah pendekatan yang berdasarkan penggunaan tumbuhan dengan khasiat tertentu pada daerah tertentu. Sedangkan pendekatan secara kimiawi kemotaksonomi dilakukan dengan asumsi bahwa apabila pencarian suatu senyawa aktif dari suatu tumbuhan sedang dilakukan, maka dapat pula dilakukan pencarian senyawa aktif tersebut pada keluarga tumbuhan yang sama (tumbuhan yang sekerabat akan mempunyai kandungan kimia yang sama atau paling tidak mempunyai rangka atau inti yang hampir sama) atau dari keluarga tumbuhan lain yang kemungkinan mengandung kelas senyawa kimia yang sama (Anonim, 1997; Partomuan, 2003).

Salah satu tumbuhan tinggi Indonesia yang mempunyai potensi sebagai sumber senyawa kimia bioaktif adalah Genus *Garcinia*. *Garcinia* merupakan tumbuhan tropis yang termasuk dalam famili Clusiaceae (Guttiferae). Sampai saat ini sudah ditemukan 551 spesies dari genus ini dan tersebar di berbagai negara seperti Meksiko, India, Brazil, Australia, Afrika, Costa rica, China, Philipina, Malaysia dan Indonesia. Di Indonesia



terdapat sekitar 100 spesies *Garcinia* yang banyak tersebar dan merupakan bagian penting dari komposisi hutan (Sari, R., 1999; Sari, R., 2000)

Masyarakat mengenal famili ini sebagai tumbuhan keluarga manggis yang merupakan tanaman pangan dan banyak dimanfaatkan untuk obat tradisional, seperti kulit buah dari *Garcinia mangostana* untuk obat infeksi pada kulit dan luka, kulit batang untuk obat sakit perut, kulit buah untuk obat diare, seduhan akar dan daun untuk obat rematik, biji buahnya untuk obat penyakit kulit dan bunganya untuk bahan jamu bersalin.

Dari penelitian yang dilakukan *Garcinia* kaya akan senyawa xanton dan merupakan tumbuhan yang sangat berpotensi sebagai sumber dari senyawa tersebut. Disamping itu tumbuhan ini juga mengandung senyawa benzofenon, flavonoid dan terpenoid. Umumnya senyawa-senyawa tersebut mempunyai aktivitas biologis dan farmakologis yang beragam dan menarik seperti : sitotoksik, antifungal, antimikrobia, antimalaria, antioksidan, dan antiinflamasi.

*Garcinia maluensis* Lauterb merupakan tumbuhan asli Papua yang tumbuh di daerah Morobe atau Milne Bay. Dari penelusuran literatur diketahui belum ada penelitian yang dilakukan terhadap jenis tumbuhan ini (Barry, C. and Kipiro, D., 1922) .

Pada penelitian ini yang digunakan adalah kulit batang tumbuhan *G. maluensis* Lauterb. Senyawa yang diperoleh diidentifikasi dengan spektrofotometer inframerah, spektrofotometer UV-Visible, spektrometer

resonansi magnetik inti proton dan karbon, teknik resonansi magnetik inti dua dimensi (NMR-2D) meliputi  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HMQC,  $^1\text{H}$ - $^1\text{H}$  dan  $^1\text{H}$ - $^{13}\text{C}$  HMBC. Untuk mengetahui bioaktivitas dari senyawa yang didapat dilakukan uji toksisitas terhadap larva udang *Artemisia salina* Leach dan uji antioksidan dengan metoda DPPH (1,1-diphenil-2- pikrilhidrazil).

## 1.2. RUMUSAN MASALAH

Dari penelusuran kepustakaan bahwa belum ada penelitian mengenai kandungan senyawa kimia dari tanaman *G. maluensis* Lauterb ini. Dari latar belakang tersebut maka dicoba untuk diteliti kulit batang tanaman ini yang secara taksonomi berpeluang besar menemukan senyawa kimia yang kemungkinan berbeda dari tanaman spesies *garcinia* lainnya.

## 1.3. TUJUAN PENELITIAN

Tujuan penelitian ini adalah untuk mengisolasi dan menentukan struktur senyawa kimia dari kulit batang *G. maluensis* Lauterb. serta uji aktifitas biologi yang meliputi uji awal toksisitas terhadap udang *Artemia salina* Leach dan uji aktivitas antioksidan dari senyawa-senyawa yang diperoleh.

## 1.4. MANFAAT HASIL PENELITIAN

Manfaat yang diharapkan dari penelitian ini adalah dapat melengkapi data penelitian bahan alam, mengingat tanaman ini belum pernah diteliti. Temuan senyawa baru yang didapatkan nantinya dapat memperkaya pengetahuan dalam bidang kimia bahan alam. Uji aktivitas

biologi yang juga ditentukan pada penelitian ini dapat dimanfaatkan untuk kepentingan manusia. Bagi peneliti sendiri penelitian ini dapat meningkatkan keterampilan dan wawasan dalam hal pencarian senyawa kimia yang mempunyai bioaktivitas dalam bahan alam terutama tumbuhan.



## BAB II

### TINJAUAN KEPUSTAKAAN

#### 2.1. GENUS GARCINIA

Garcinia termasuk dalam famili Clusiaceae (Guttiferae). Genus ini sampai dasawarsa ini memiliki 551 spesies yang sebagian besar ditemukan di daerah tropis. Di Indonesia, terdapat sekitar 100 spesies Garcinia yang tersebar dan merupakan bagian penting dari komposisi hutan. Beberapa spesies Garcinia juga tumbuh di daerah yang mempunyai empat musim seperti di kepulauan Jepang, Korea dan sebagian wilayah dataran Cina (Sari, R. dan Hanan, A., 2000)

Garcinia mempunyai habitus berupa pohon dengan tinggi mencapai 25-33 meter dan jarang yang berupa semak. Batangnya lurus dengan diameter 60-100 cm, mengecil ke arah ujung. Bentuk pohon seperti kerucut, memiliki percabangan berselang-seling. Seluruh bagian tanaman mengeluarkan getah putih atau kuning yang kental dan lengket, bila dilukai. Daun selalu berwarna hijau, berhadapan silang. Marga ini ada yang berumah satu (*monoecious*) dan ada yang berumah dua (*dioecious*). Bunga berada di ketiak daun. Daun kelopak dan daun mahkota terdiri dari 4-5 helai; bunga jantan memiliki benang sari yang jumlahnya bervariasi, dengan tangkai sari bersatu menjadi satu tiang tengah atau membentuk 4-5 berkas. Bagian putik mengecil atau tidak sama sekali. Bunga betina biasanya berukuran lebih besar daripada bunga jantan, seringkali menyendiri, benang sari semu dengan tangkai-tangkai sarinya yang

bersatu menjadi sebuah cincin di bagian pangkal, atau menjadi 4-5 berkas pendek; bakal buah beruang 2-12, biasanya berbentuk *papilla*. Bijinya besar, biasanya terbungkus oleh *arilus* yang berisi banyak sari buah; embrionya berupa massa yang padat, hanya tersusun atas hipokotil, sedangkan keping bijinya tidak ada. Bagian kayu dari marga ini biasanya keras dengan warna yang beragam mulai kuning sampai coklat kemerahan dan umumnya memiliki tekstur bagus (Sosef, 1998; Veirheij 1992).

Masyarakat mengenal famili ini sebagai tumbuhan keluarga manggis yang merupakan tanaman pangan dan banyak dimanfaatkan untuk obat tradisional. *Garcinia mangostana* merupakan spesies yang banyak terdapat di Asia Tenggara yang dikenal dengan *Queen of fruit* selain buahnya dapat dimakan, kulit ari biji dari buah ini digunakan sebagai obat luka dan infeksi, penurun panas dan mengurangi rasa sakit. *G. Cambogia* sekarang banyak terdapat di pasaran sebagai jamu digunakan sebagai suplemen untuk mengatasi kegemukan. Gom-resin bagian batang *G. hanburyi* Hook sebagai pencahar; *G. merguensis* Wight untuk obat edema, dan biji *G. dulcis* Kurz dikenal sebagai obat gondok (Sosef, 1998). *G. indica* yang berasal dari India secara komersil dikenal dengan "Kokam butter" di dunia perindustrian digunakan sebagai bahan dasar sabun dan lilin, sebagai preparat industri farmasi, minyak dari tanaman ini digunakan untuk obat urut dan urtikaria, buahnya digunakan sebagai obat cacing dan kardiotonik (Fumio, Y., 2000; Sari, R., 1999).

## 2.2. *Garcinia maluensis* Lauterb.

### 2.2.1. Taksonomi

Tanaman *G. maluensis* Lauterb secara taksonomi mempunyai klasifikasi sebagai berikut (Barry, C., dan Kipiro ,D., 1922) :

Regnum	: Plantae
Divisi	: Spermatophyte
Subdivisi	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledoneae
Subkelas	: Archichmydeae
Ordo	: Guttiferales
Famili	: Guttiferae / Clusiaceae
Genus	: <i>Garcinia</i>
Spesies	: <i>Garcinia maluensis</i> Lauterb.

### 2.2.2. Morfologi Tumbuhan

Tumbuhan *G. maluensis* Lauterb. merupakan tumbuhan dengan pohon kecil sampai sedang yang memiliki akar kuat, batang tumbuhan ini berbentuk pohon berkayu, tumbuh tegak ke atas hingga mencapai ketinggian 12 meter dengan diameter batang pokok pohon dewasa dapat mencapai 15 cm dengan percabangan ke semua arah. Kulit batang berwarna merah atau coklat, tidak rata, agak pustular, mempunyai lentisel yang tidak teratur. Lapisan yang berada di bawah kulit batang berwarna coklat atau merah dengan ketebalan kurang dari 25 mm. Kulit batang mengeluarkan getah berwarna kuning dimana warnanya tidak

berubah di udara. Kuncup terminal tidak tertutup daun. Tumbuhan ini merupakan tumbuhan aromatik kuat sampai lemah.

Daun berbentuk lanset sampai elips terdapat sepanjang percabangan, letak daun tunggal berhadapan (berpasangan) tanpa daun penumpu (*stipulae*), terdapat petiola tanpa sayap yang menempel di dasar helai daun. Panjang daun 8,5-20 cm dan lebar 3-5,5 cm dengan ujung dan pangkal meruncing, tepi daun rata dan memiliki urat daun sekunder yang tidak begitu jelas dan tidak memiliki urat daun intramarginal. Permukaan daun bagian bawah berwarna biru-hijau atau hijau pucat sedangkan bagian atas berwarna hijau tua, tidak memiliki *indumentum* dan *domatia*.

Bunga terdapat pada ketiak daun (aksilaris), tunggal dan umumnya terdapat pada bagian ujung (aksis). Bunga biseksual dan mempunyai tangkai dengan panjang 7,5 mm dan diameter mencapai 10 mm. *Perianth* mempunyai daun kelopak (sepal) dan daun mahkota (petal) yang terpisah dan membentuk pusaran, *perianth* bagian dalam berwarna kuning atau orange. Stamennya pendek dengan jumlah yang banyak (mencapai 100) dan terpisah satu sama lain serta terpisah dari *perianth*. Ovarium superior dan bersatu dengan karpel, mempunyai lokulae 2, tidak mempunyai stigma.

Buah tunggal dengan panjang 25-30 mm dan diameter 22-25 mm. Buah berwarna hijau atau hijau pucat dan bila masak berwarna merah, tidak berduri dan daging buah dapat dimakan. Biji 1-2 dengan panjang 10 mm dan lebar yang sama dengan panjangnya (Barry, C., dan Kipiro ,D., 1922).

Tumbuhan ini merupakan tumbuhan asli Papua dan tersebar di daerah Morobe atau Milne Bay.



Gambar 1. Daun *Garcinia maluensis* Lauerb

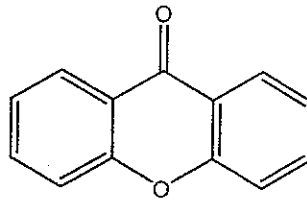
### 2.3. KANDUNGAN KIMIA GENUS GARCINIA

Berdasarkan penelusuran literatur, kandungan kimia Genus *Garcinia* ini adalah senyawa xanton, benzofenon, golongan flavonoid, triterpen dan asam organik.

#### 2.3.1. Senyawa Xanton

Xanton adalah substansi kimia alami yang tergolong dalam senyawa polifenol. Senyawa organik ini mempunyai struktur molekul  $C_{13}H_8O_2$ . pada tahun 1939 xanton dikenal sebagai insektisida. Dalam tumbuhan senyawa ini banyak ditemui pada famili bonnetiaceae dan clusiaceae. Xanton mempunyai bioaktifitas sebagai antioksidan, antiproliferativ, antiinflamasi dan antimikrobial. Sifat antioksidannya melebihi vitamin E dan vitamin C. Lebih dari 200 senyawa xanton yang sudah di isolasi dari tumbuhan dan sebagian besar terdapat pada famili *Garcinia* (Iswari, K., Sudaryono, T., 2007).



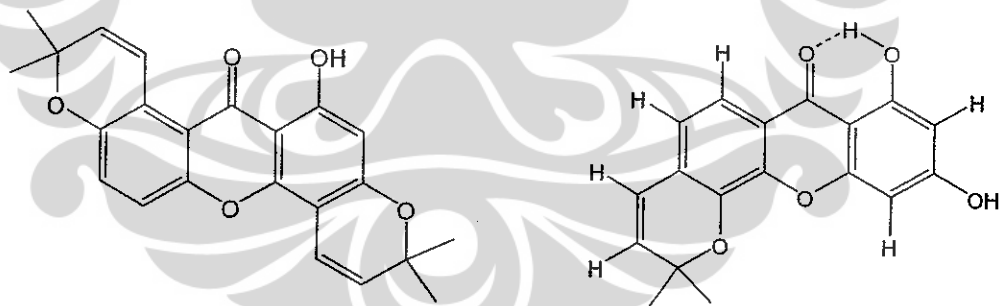


Gambar 2. Senyawa xanton

Beberapa senyawa xanton yang telah berhasil diisolasi dari genus *Garcinia* adalah :

1. ***Garcinia tetrandra* Pierre**

Hartati. S, 2007 menemukan senyawa xanton dari kulit batang kayu tumbuhan ini yaitu cudraxanton (1) dimana sebelumnya senyawa ini ditemukan pada kulit batang dan akar *Cudrania conchinensis* dan *Cudrania tricuspidata*. Dari tumbuhan ini juga berhasil di isolasi senyawa baru xanton yaitu tetrandraxanton (2).

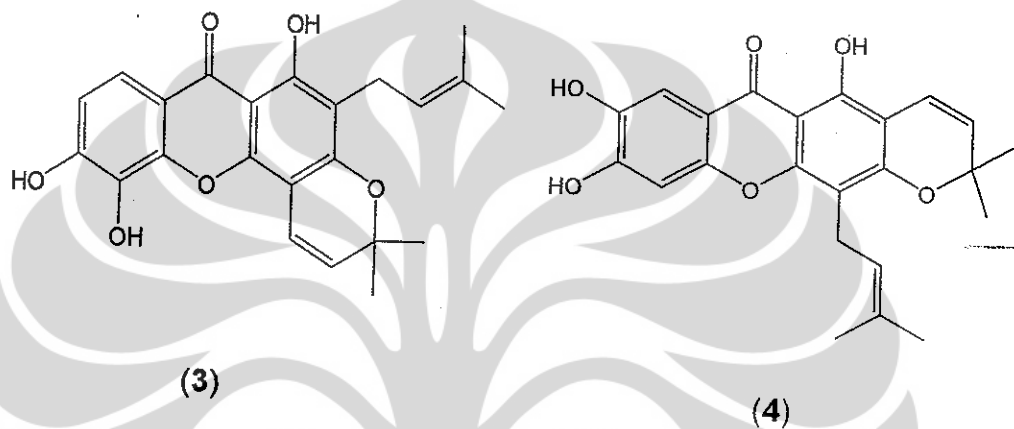


(1)

(2)

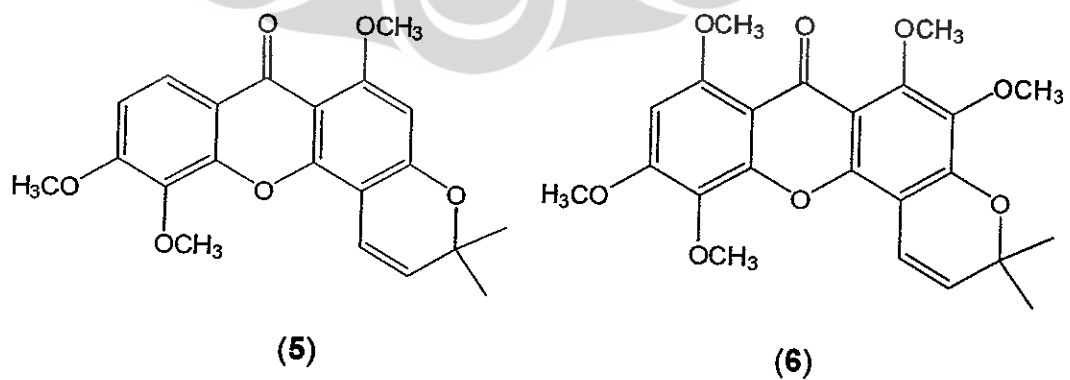
## 2. *Garcinia lancilimba*

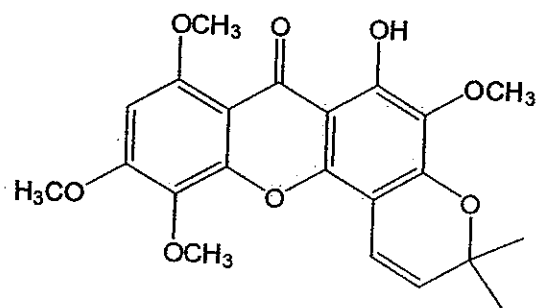
Dua xanton baru yaitu 1,5,6-trihidroksi-6',6'-dimetil-2H-pirano (2',3':3,4)-2-(3-metilbut-2-enil) xanton (3) dan 1,6,7-trihidroksi-6',6'-dimetil-2H-pirano (2',3':3,2)-4-(3-metilbut-2-enil) xanton (4) telah berhasil diisolasi dari kulit batang *G. lancilimba* (Nian-Yun .Y *et al.* 2007).



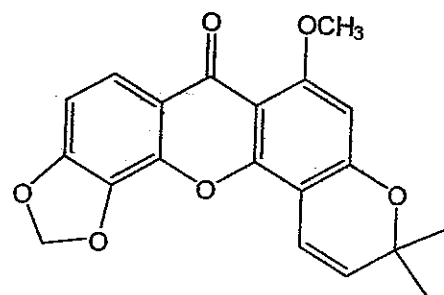
## 3. *Garcinia rigida*

Dari daun tanaman ini ditemukan lima senyawa baru turunan xanton yaitu sahlaxanton (5), salmaxanton (6) (Elya, B. *et al.* 2005) dan isomernya (7), musaxanton (8), asmaxanton (9) (Elya, B. *et al.* 2006) dan yahyaxanton (10) (Elya, B. *et al.* 2008).

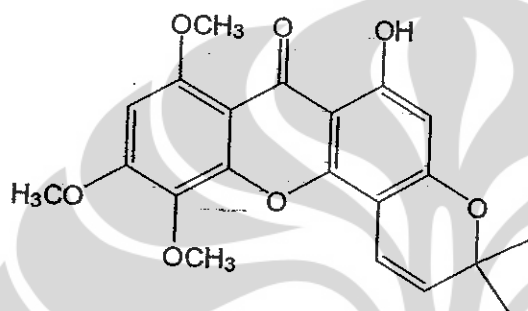




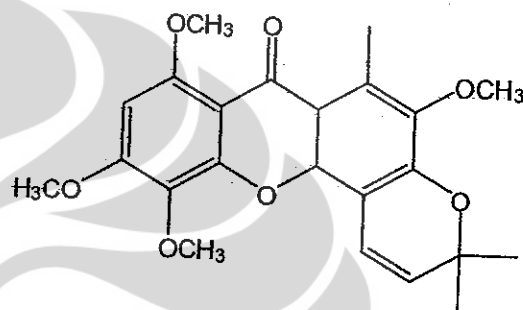
(7)



(8)



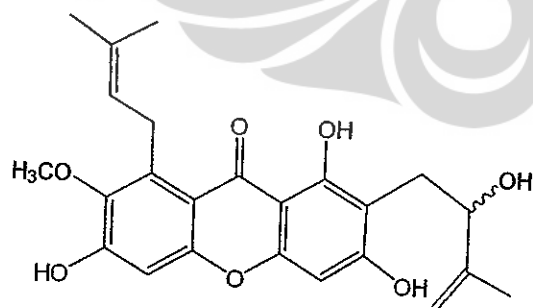
(9)



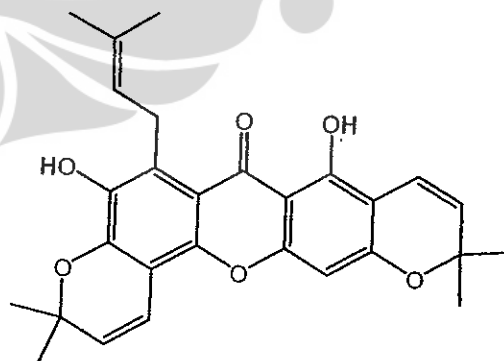
(10)

### 3. *Garcinia mangostana*

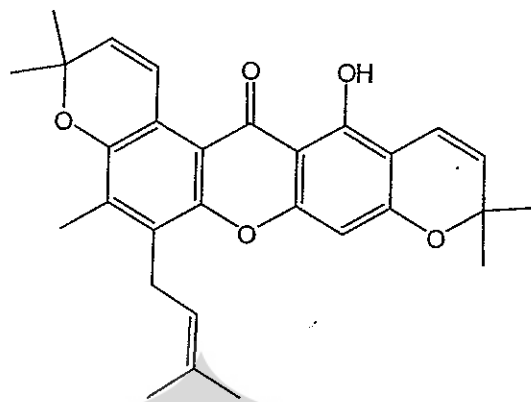
Dari kulit buah jenis ini telah berhasil diisolasi tiga xanton baru yaitu mangostenol (11), mangostenone A (12), dan mangostenone B (13) (Sunit S. *et al.* 2002).



(11)

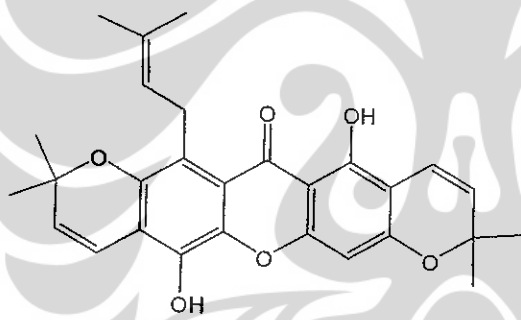


(12)

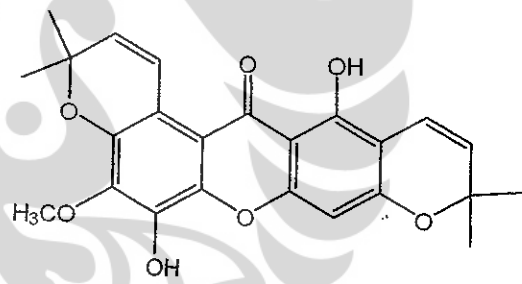


(13)

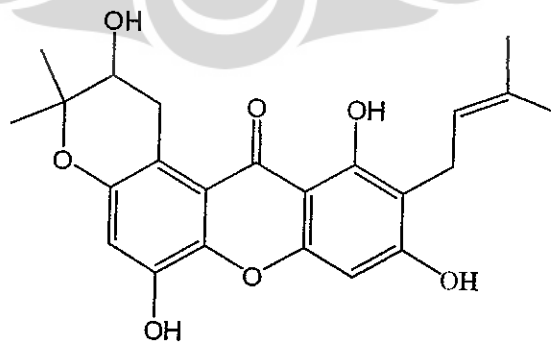
Masih pada kulit buah tumbuhan ini ditemukan tiga senyawa xanton (Huang *et al.* 2001) yaitu garcimangosone A (14), garcimangosone B (15), dan garcimangosone C (16).



(14)

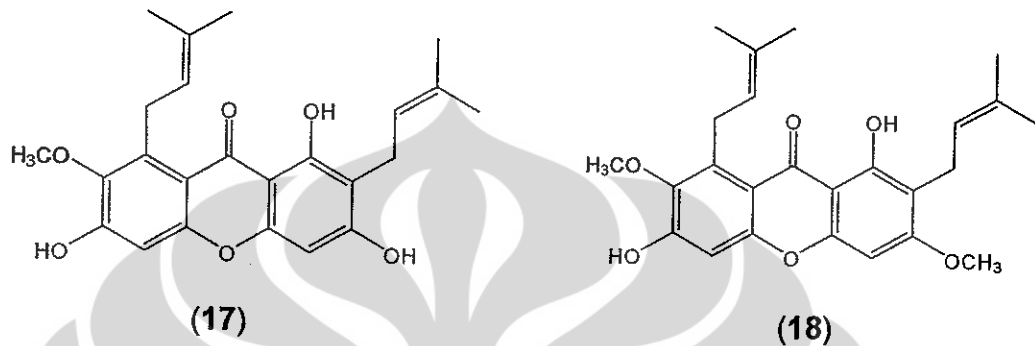


(15)

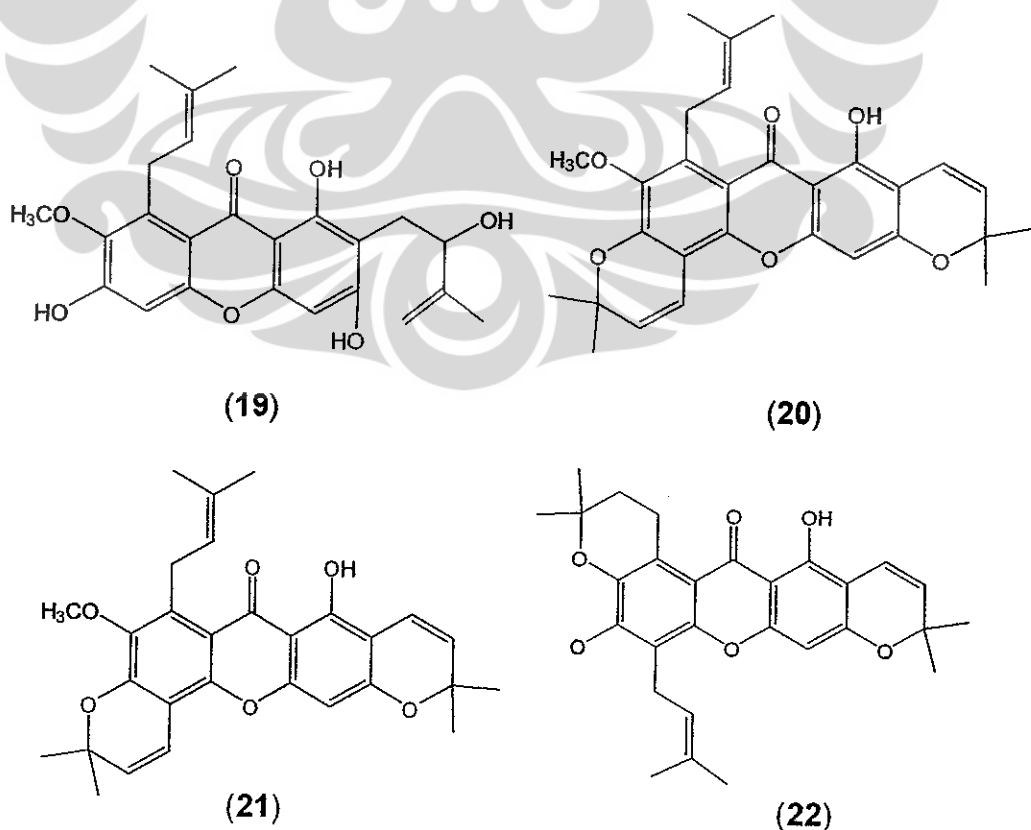


(16)

Dua senyawa diprenilxanton, yaitu  $\alpha$ - dan  $\beta$ -mongostin (17-18) telah dapat diisolasi dan ditentukan strukturnya dari kulit batang *G. mangostana* (Purwani, 2004).

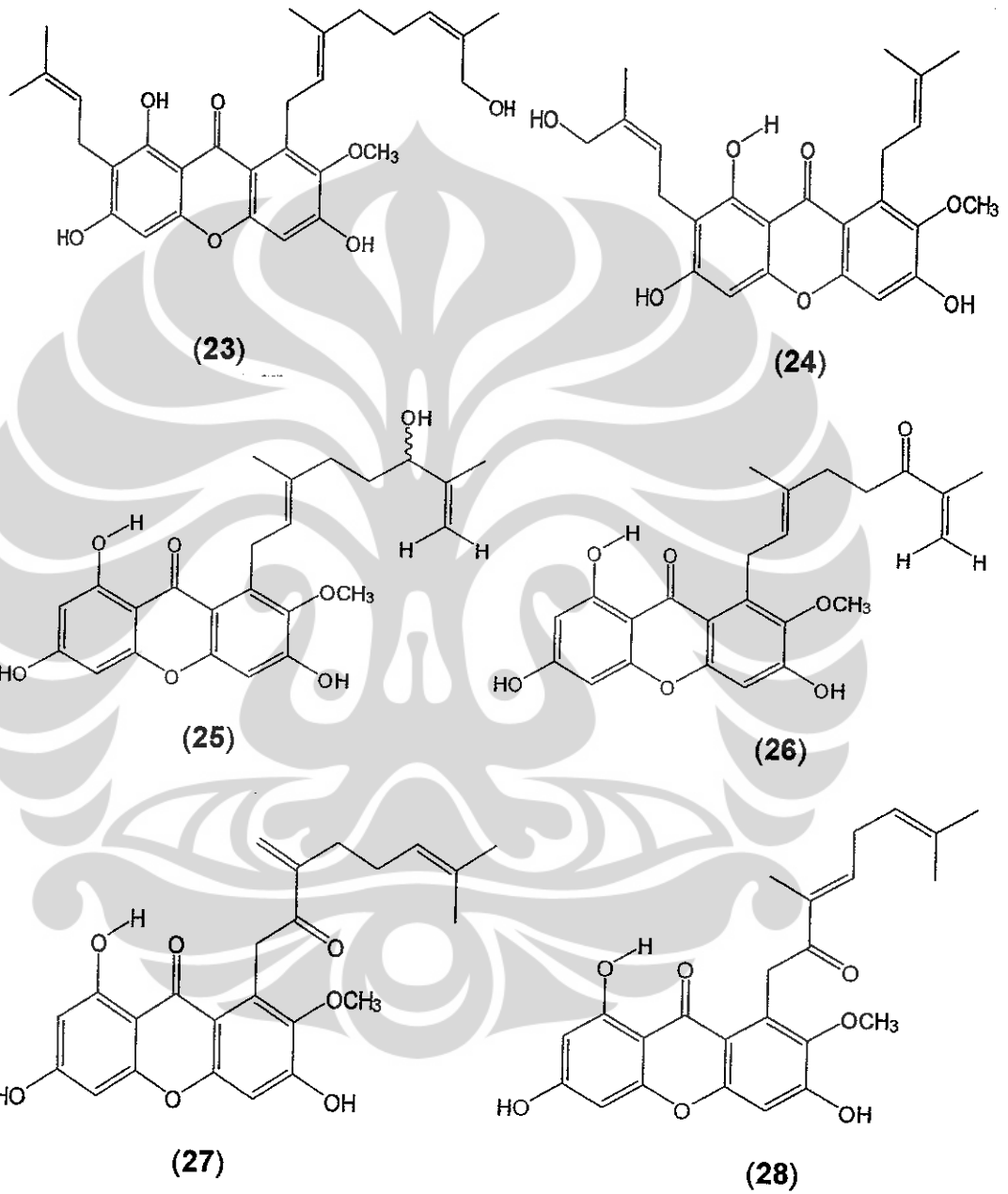


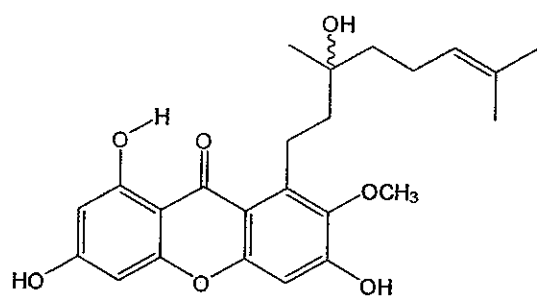
Selanjutnya para peneliti terdahulu melaporkan empat senyawa xantonterprenilasi, yaitu mangostenol (19), mangostenon A dan B (20-21), dan tovopilin B (22) dari buah hijau dari *G. mangostana*, asal Thailand (Ersam, 2005).



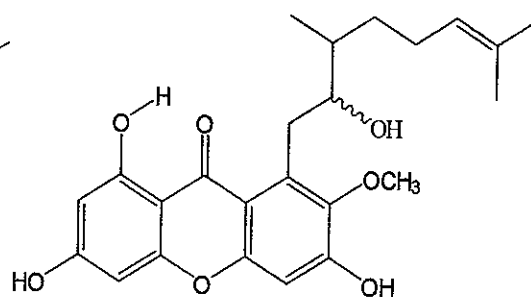
#### 4. *Garcinia parvifolia*

Sembilan senyawa xanton dari *G. parvifolia* oleh Xu, Y.J. *et al.* 2001, yaitu parvixanthonas A - I (23 – 31).

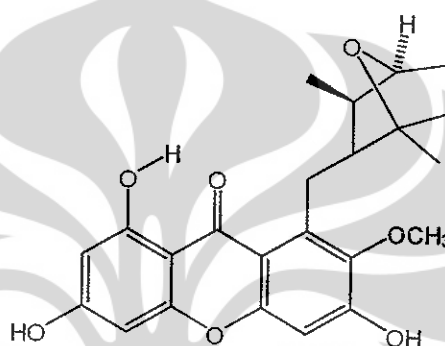




(29)



(30)

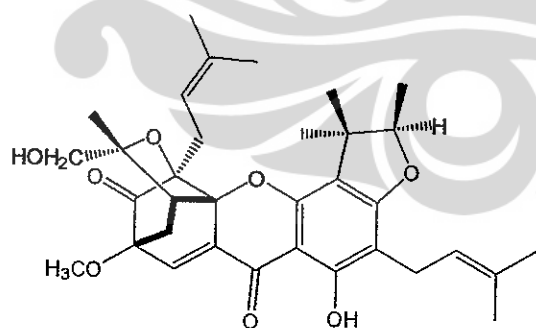


(31)

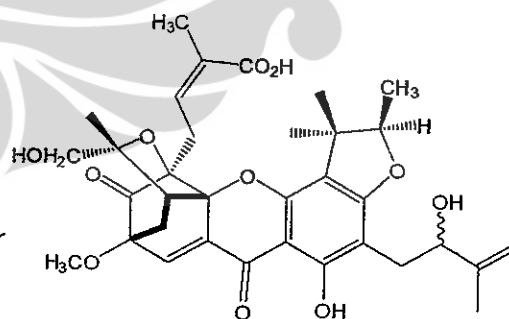
### 5. *Garcinia scortechinii*

Empat senyawa xanton terpenilasi dari buah *G. scortechinii*

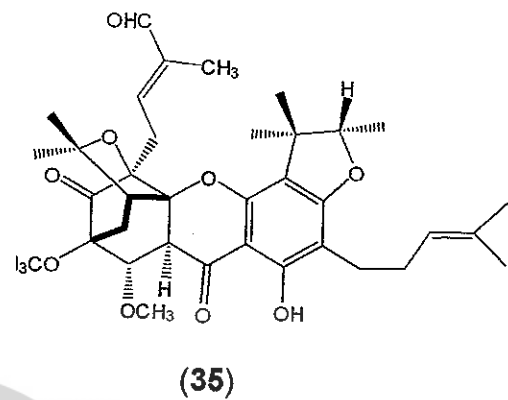
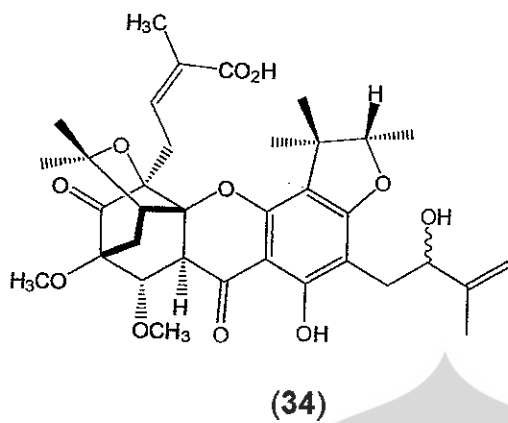
(Yaowapa Sukpondma *et al.* 2005) yaitu scortechinones Q-T (32–35).



(32)

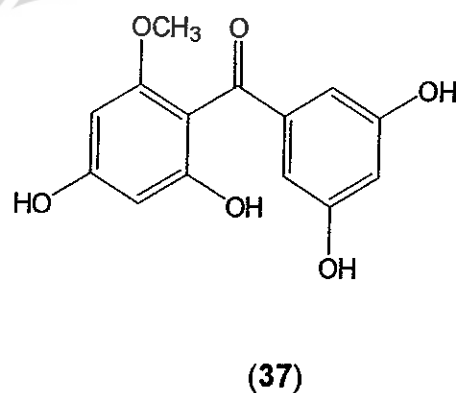
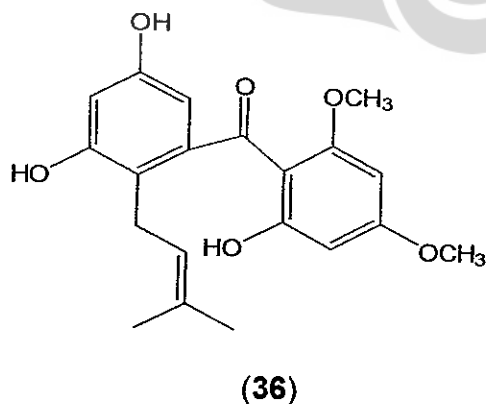


(33)

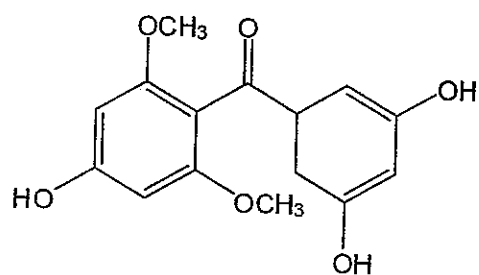


### 2.3.2. Senyawa Benzofenon dan Isoprenil Benzofenon

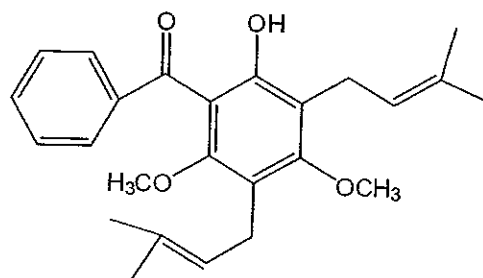
Benzofenon juga ditemui dalam genus *garcinia*. Dari kulit batang *G. benthami* ditemukan tiga benzofenon baru yaitu salimbenzofenon (36) (Elya, B. *et al.* 2006), ismailbenzofenon (37) dan hilmibenzofenon (38) (Elya, B. *et al.* 2004). Empat benzofenon berhasil diisolasi dari *G. pseudoguttifera* yaitu myrtiaphenone-A (39), myrtiaphenone-B (40), vismiaphenone-C (41), pseudoguttiaphenone-A. (42) (Sadaquat Ali *et al.* 2000). Suatu benzofenon glukosida, garcimangosone D (43) diisolasi dari kulit buah *G. mangostana* (Huang, Yu-Ling *et al.* 2001). Poliisoprenilbenzofenon lain juga ditemukan pada *G. pyrifera* yaitu xantochymol (44) dan guttiferone E (45) (Delphine Roux *et al.* 2000).



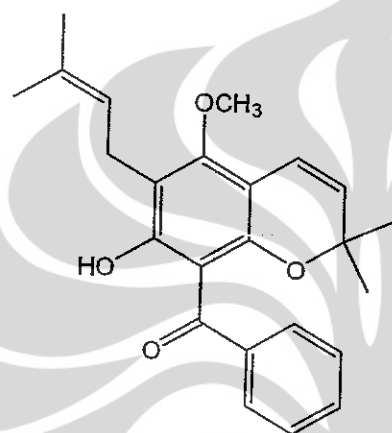




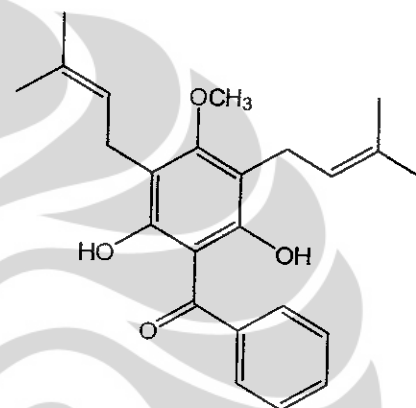
(38)



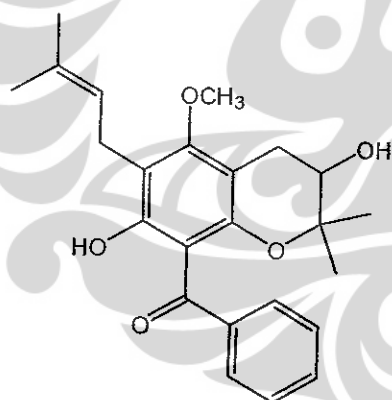
(39)



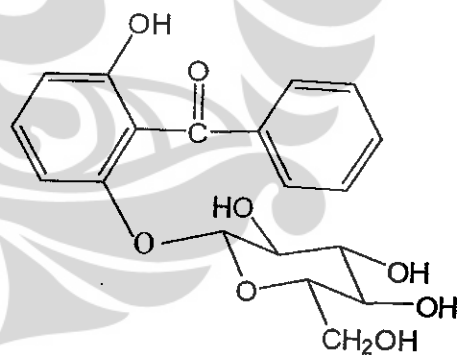
(40)



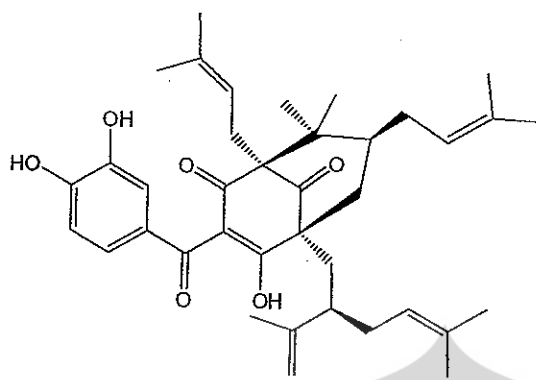
(41)



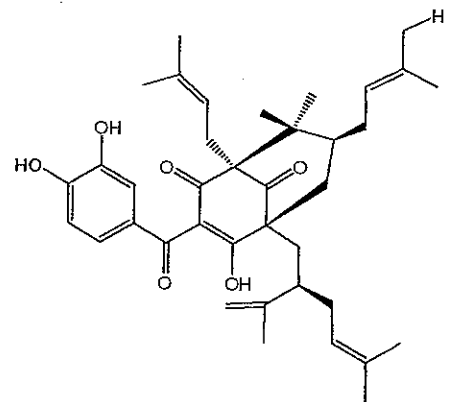
(42)



(43)



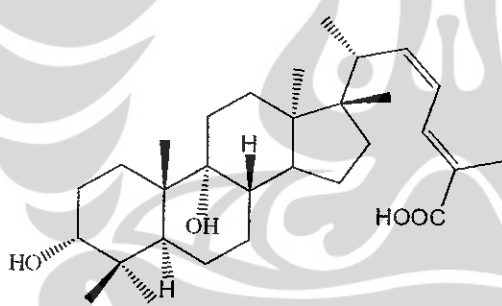
(44)



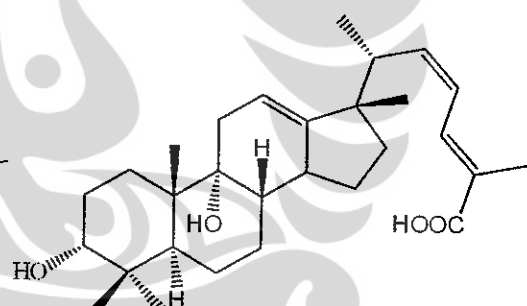
(45)

### 2.3.3. Senyawa Terpenoid

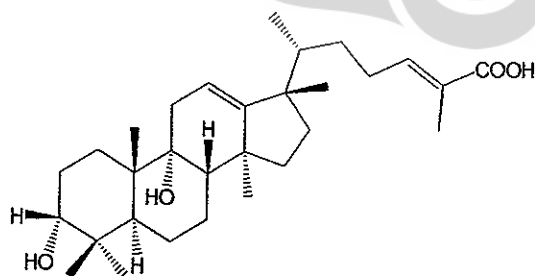
Dari daun *G. hombroniana* telah berhasil diisolasi lima triterpen baru yaitu garchombronane F-J (46-50) (Vatcharin Rukachaisirikul *et al.* 2005).



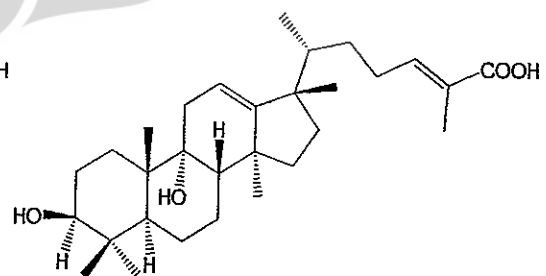
(46)



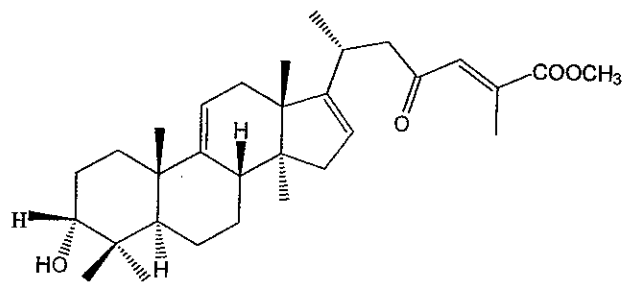
(47)



(48)



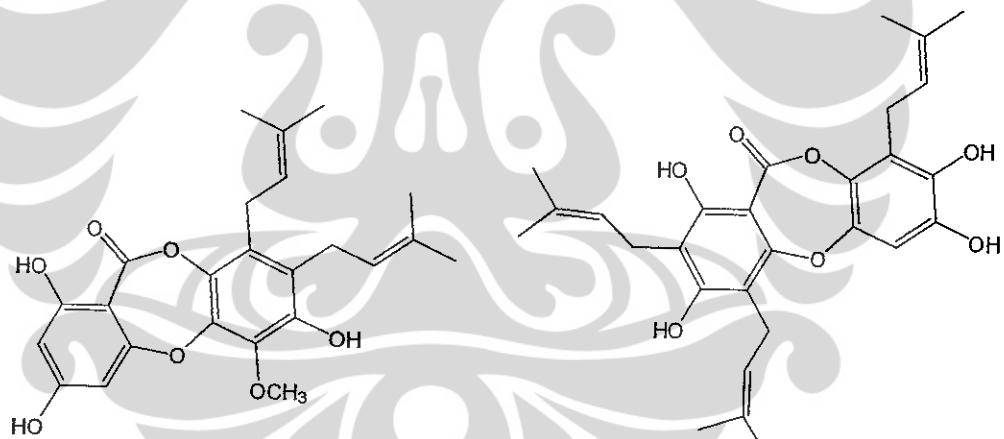
(49)



(50)

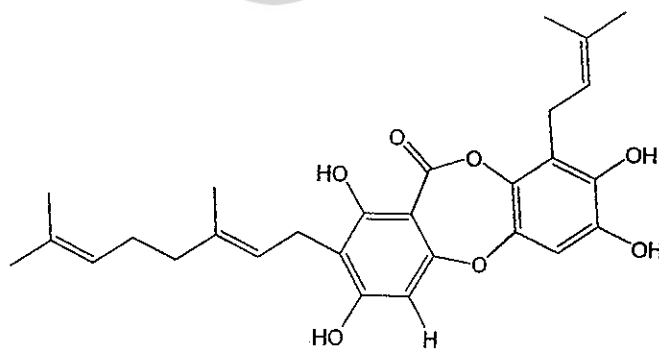
### 2.3.4. Senyawa Depsidone

Dari akar *G. atroviridis* berhasil diisolasi suatu depsidone atrovirisidone (51) (Dharma, P., 2001). Empat depsidone baru berhasil diisolasi dari ekstrak etanol daun *G. parvifolia* yaitu garcidepsidone A-D (52-55) (Yuan-Jian Xu *et al.* 2000)

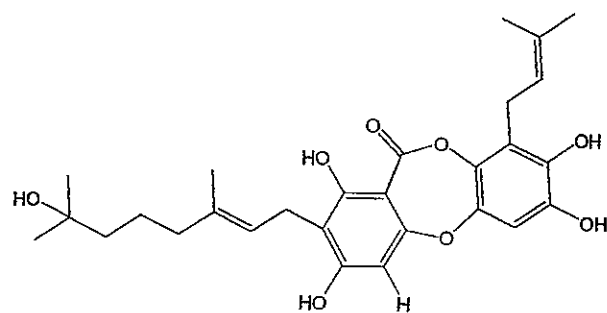


(51)

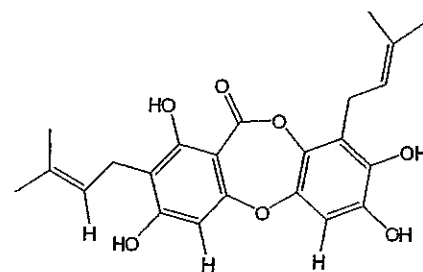
(52)



(53)



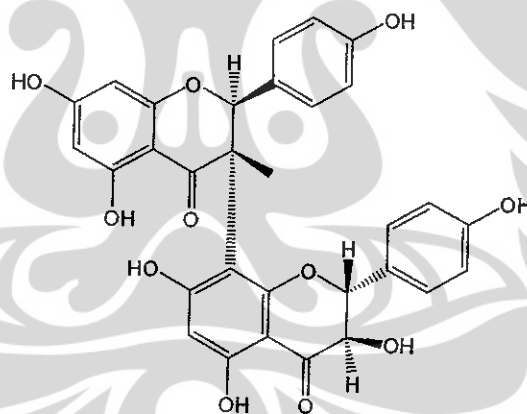
(54)



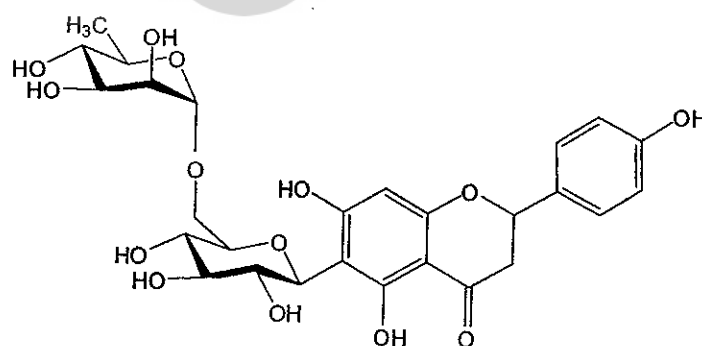
(55)

### 2.3.5. Senyawa Flavonoid

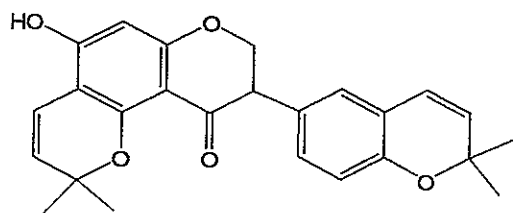
Suatu biflavanon yaitu 3',4',4',5',5',7,7'-heptahidroksi-3,8'-biflavanon (56) berhasil diisolasi dari akar *G. kola* (Quan-Bin Han *et al.* 2005). Dari buah *G. dulcis* ditemukan tiga flavonoid baru yaitu Dulcinoside (57), Dulcisisoflavone (58) dan Dulcisflavan (59) (Deachathai S. *et al.* 2005).



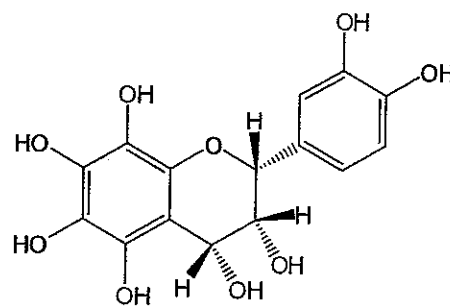
(56)



(57)



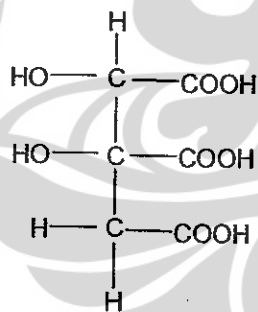
(58)



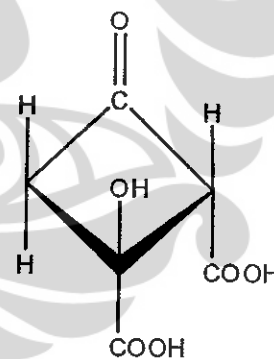
(59)

### 2.3.6. Senyawa Asam – asam Organik

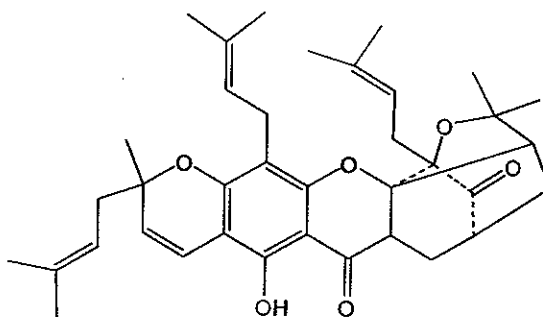
Dari *G. cambogia* dan *G. cowa* ditemukan asam hidroksisitatrat (**60**) dan asam hidroksisitatrat lakton (**61**) (Jena, B.S. *et al.* 2002). Dari *G. hanburyi* diisolasi asam gambogik (**62**) (Qing-Long Guo *et al.* 2005), asam moreolik (**63**) dan asam morelik (**64**) (Sukpondma, Y. *et al.* 2005). Dari batang *G. gaudichaudii* diisolasi asam gaudichaudii F – I (**65-68**) (Xu, Y. J. *et al.* 2000).



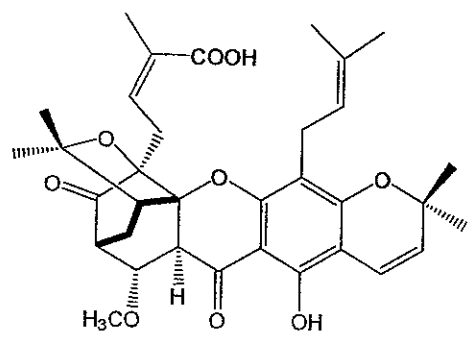
(60)



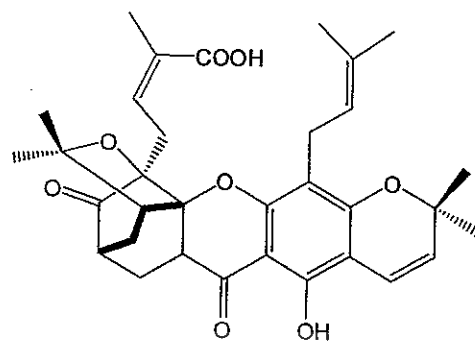
(61)



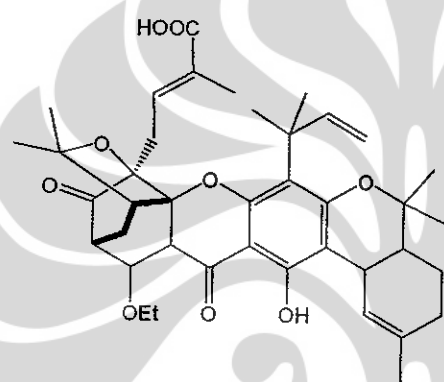
(62)



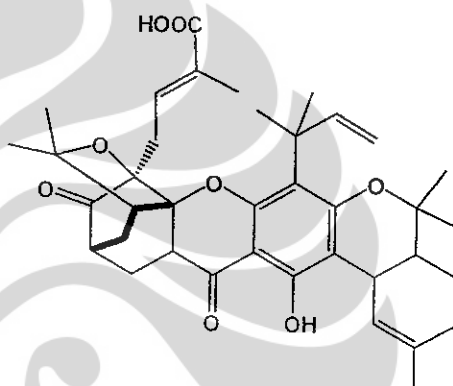
(63)



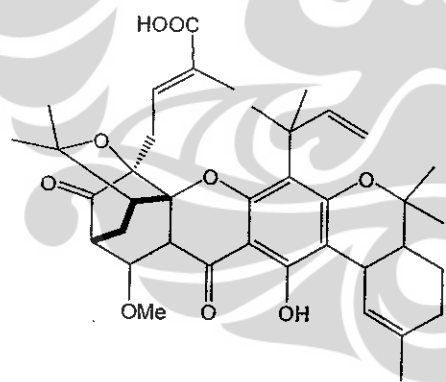
(64)



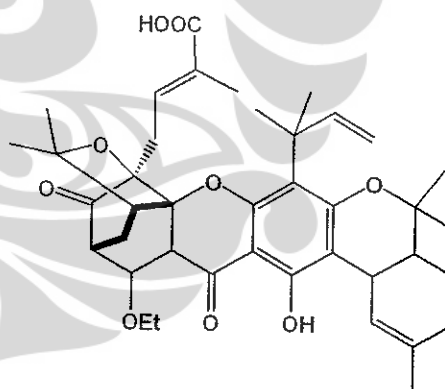
(65)



(66)



(67)

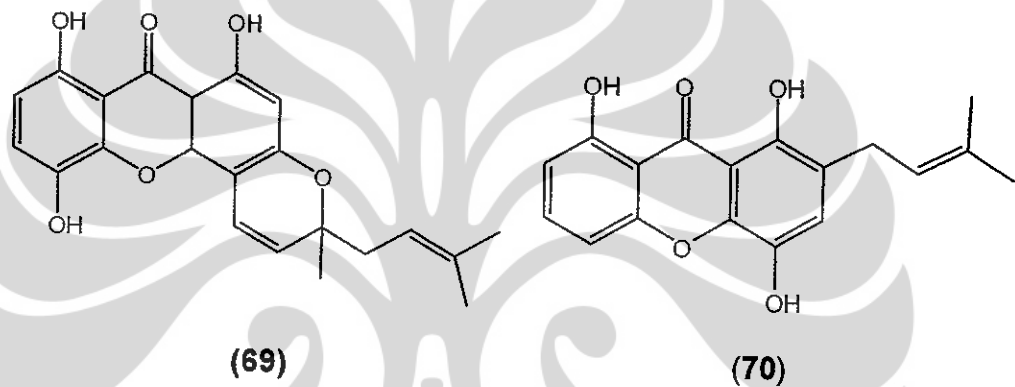


(68)

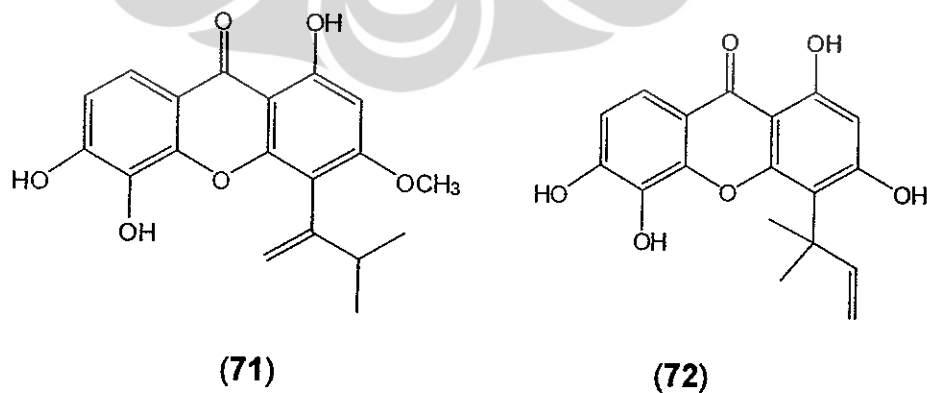
## 2.4. BIOAKTIVITAS SENYAWA-SENYAWA DARI GENUS GARCINIA

### 2.4.1. Bioaktivitas Xanton

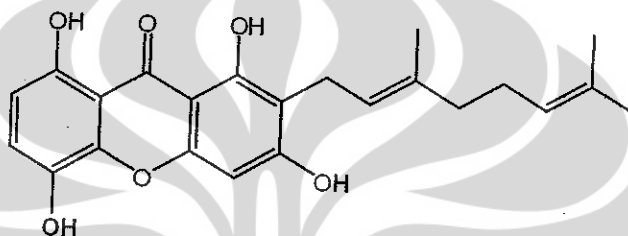
Xanton dari marga *Garcinia* berdasarkan hasil penelitian diketahui mempunyai aktivitas sebagai antioksidan, antibakteri, antimalaria, antikanker dan antiinflamasi. Xanton dari *G. polyantha* yaitu bangangxanton A dan B (69-70) mempunyai aktivitas menghambat radikal bebas dari DPPH ( $IC_{50}=87.0 \mu M$ ) (Meli Lannang *et al.* 2005).



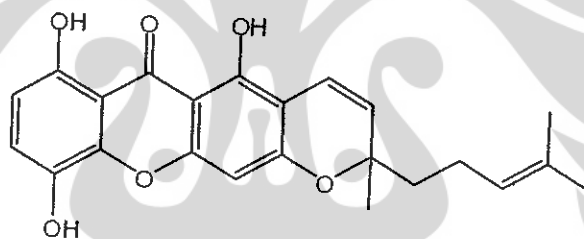
Viellardixanton (71) dan isocudranixanton A (72) dari kulit batang *G. viellardii* menghambat radikal bebas DPPH, aktivitas antioksidan dari kedua xanton ini sama dengan BHA sebagai pembanding (Anne-Emmanuelle Hay *et al.* 2003).



Dua xanton baru dari *G. smeathmannii* yaitu smeathxanton A (73) dan smeathxanton B (74) menunjukkan aktivitas antibakteri dan antifungal. Kedua xanton ini efektif melawan bakteri *Escherichia coli*, *Klebsiella pneumoniae*, *Proteus vulgaris*, *Salmonella typhi*, *Staphylococcus aureus*, dan *Streptococcus faecalis* serta jamur *Candida albicans* dan *Candida krusei* (Justin Komguem et al. 2005).



(73)



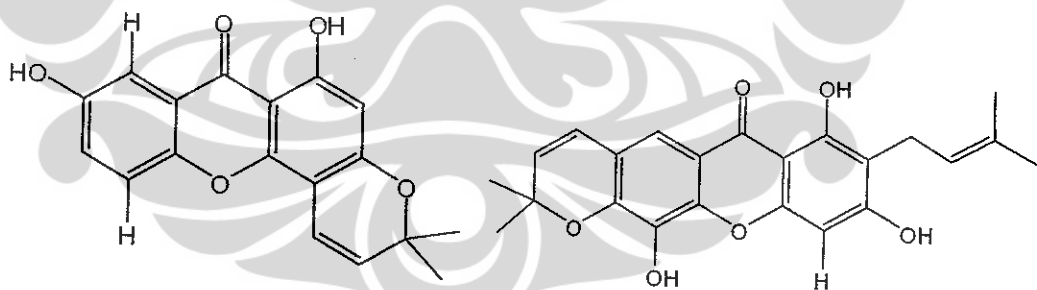
(74)

Nigrolineaxanton F(75), latisxanton D (76), dan brasilixanton (77) yang diisolasi dari ekstrak daun *Garcinia nigrolineata* memiliki aktivitas antibakteri cukup signifikan dengan nilai MIC rata-rata 2  $\mu\text{g/mL}$  (Vatcharin et al. 2005). 1,5,6-trihidroksi-6',6'-dimetil-2H-pirano(2',3':3,4)-2-(3 metilbut-2-enil)xanton (3) dan 1,6,7-trihidroksi-6',6'-dimetil-2H-pirano(2',3':3,2)-4-(3-metilbut-2-enil)xanton (4) merupakan xanton baru yang berhasil diisolasi dari *G. lancilimba* yang mempunyai aktivitas antikanker payudara (sel MDA-MB-435S). Kedua senyawa ini efektif melawan kanker pada  $\text{IC}_{50} = 5,88 \pm 0,49$ , dan  $6,05 \pm 0,21 \mu\text{g/mL}$ , sebagai senyawa pembanding



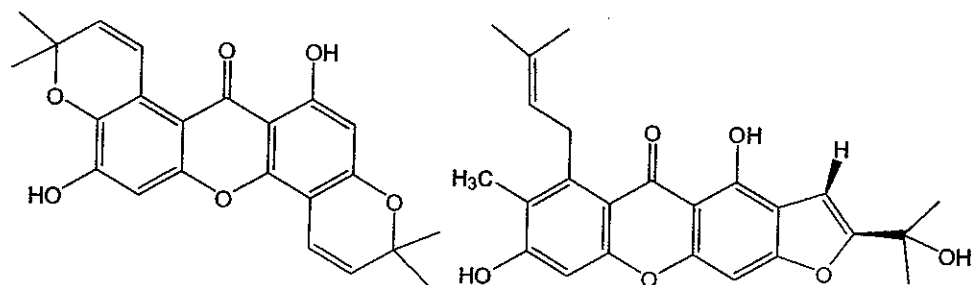
adalah adriamicyn dengan  $IC_{50} = 0,24 \pm 0,01 \mu\text{g/mL}$  (Nian-Yun Yang *et al.* 2007).

Suatu xanton baru yaitu mangostenones C (78) dari *G. mangostana* mempunyai aktivitas antikanker. Senyawa ini aktif terhadap tiga *cell line* kanker manusia, *epidermoid carcinoma of the mouth* (KB), *breast cancer* (BC-1), dan *small cell lung cancer* (NCI-H187), dengan nilai  $IC_{50}$  berturut - turut 2,8; 3,53 dan 3,72  $\mu\text{g/mL}$ .  $\alpha$ -Mangostin (79), metabolit dominan dari jenis ini mempunyai aktivitas antikanker yang cukup kuat terhadap *cell line breast cancer* (BC-1) dengan  $IC_{50}$  0,92  $\mu\text{g/mL}$  dibandingkan senyawa standar ellipticin ( $IC_{50}=1,46 \mu\text{g/mL}$ ). Senyawa ini juga menunjukkan antikanker yang signifikan terhadap *cell line* KB ( $IC_{50}=2,08 \mu\text{g/mL}$ ). Gartanin (80) dengan  $IC_{50}=1,08 \mu\text{g/mL}$  merupakan antikanker kuat terhadap *cell line* NCI-H187 (Sunit Suksamrarn *et al.* 2006).



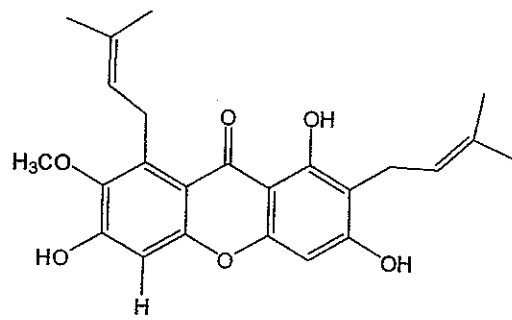
(75)

(76)

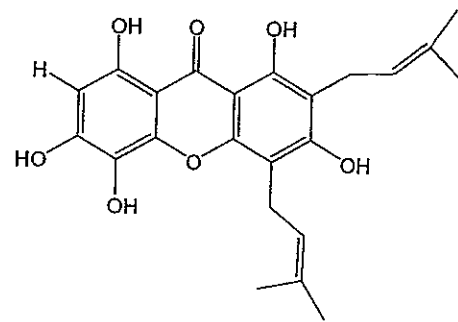


(77)

(78)



(79)



(80)

#### 2.4.2 Bioaktivitas Benzofenon

Dari ekstrak metanol kulit buah kering *G. indica* ditemukan suatu poliisoprenilbenzofenon yaitu garcinol (81) yang mempunyai aktivitas antioksidan dan mampu menekan hidrosil radikal bebas lebih kuat dari pada DL- $\alpha$ -tokoferol (Fumio Yamaguchi *et al.* 2000). Garcinol juga menunjukkan aktivitas antileukemia dengan menginduksi apoptosis dengan cara menghasilkan sitokrom c dan aktivasi *caspase* pada sel leukemia HL-60 manusia (Min-Hsiung Pan *et al.* 2001). Dari ekstrak metanol ranting dan daun *G. bancana* Miq. Vatcharin *et al.* 2005, juga menemukan garcinol dengan aktivitas antibakteri *Staphylococcus aureus* dengan nilai MIC 16  $\mu\text{g/mL}$ .

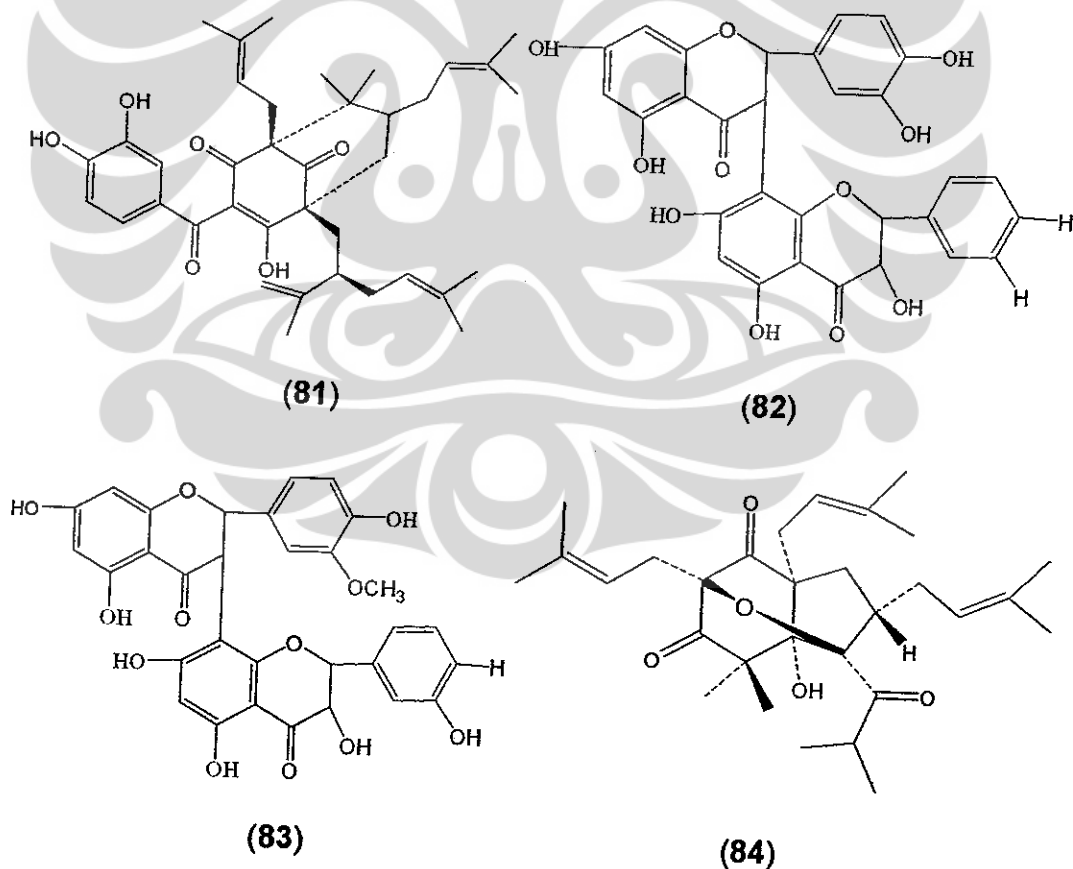
#### 2.4.3 Bioaktivitas Flavonoid

Suatu biflavonoid dari *Garcinia kola*, kolaviron (82) dan kolaflavanone (83) menunjukkan aktivitas sebagai hepatoprotektif pada tikus dengan efektivitas yang sama dengan BHA (*butylated hydroxyanisole*) (Farombi, E. O. *et al.* 2000). Dari ekstrak akar tumbuhan ini juga ditemukan suatu biflavonoid yaitu 3',4',4',5,5',7,7'-heptahidroksi-3,8'-biflavanon (56) yang memiliki aktivitas antibakteri Meticillin-Resistan

*Staphylococcus aureus* (MRSA) dan Vancomycin-Resistan *enterococci* (VRE) dengan nilai MIC masing-masing 32  $\mu\text{g/mL}$  dan 128  $\mu\text{g/mL}$  (Han, Quan-Bin *et al.* 2005).

#### 2.4.4 Bioaktivitas Terpenoid

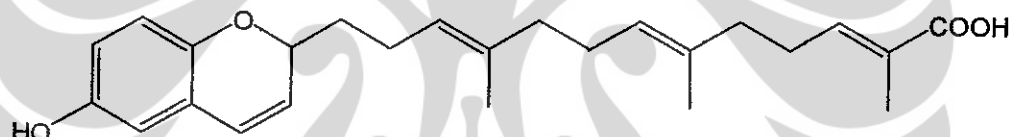
Garcinielliptin oksida (84) dari *G. subelliptica* memiliki aktivitas antiinflamasi dengan menghambat pembentukan  $\beta$ -glukoronidase, histamine dan lisosim dengan  $\text{IC}_{50}$  masing-masing  $15,7 \pm 3,0$  ;  $20,0 \pm 2,7$  dan  $23,9 \pm 3,2 \mu\text{M}$  (Weng, Jing-Ru *et al.* 2003).



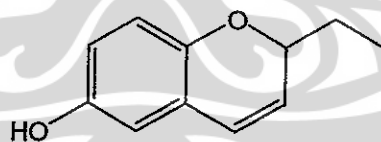
#### 2.4.5 Bioaktivitas Asam-asam Organik

Asam moreollik (63) dan asam morellik (64) dari *G. hanburyi* mempunyai aktivitas antibakteri *Staphylococcus aureus* dengan nilai MIC 25 µg/mL (Yaowapa, S. *et al.* 2005).

Aktivitas antioksidan yang cukup kuat dibandingkan DL-tokoferol ditunjukkan oleh asam garsinoik (85) dari *Garcinia kola*. Senyawa ini memiliki efek antioksidan 1,5 kali lipat dari pada DL-α-tokoferol. Setelah dilakukan sintesa dari senyawa ini, diperoleh suatu senyawa turunan (86) yang mempunyai aktivitas antioksidan kuat yaitu 18,7 kali lipat dibanding DL-α-tokoferol dengan Metode Bleomycin-Fe (Kenji, T. *et al.* 2001).



(85)



(86)

Asam organik dari marga *Garcinia* ini juga mempunyai efek antikanker. Seperti asam gambogik (62) dari *G. hanburyi* efektif menghambat *human telomerase reverse transcriptase* (hTERT) pada hepatoma SMMC-7221 *cell line* manusia sehingga berpotensi sebagai antikanker (Guo, Qing-Long *et al.* 2005).

Asam-asam gaudichaudic baru (F-I) (65-68) dari ekstrak metanol kulit batang *Garcinia gaudichaudii* aktif terhadap sel P388 dengan IC<sub>50</sub> berturut-turut 4,6; 3,4; 2,0; dan 1,7 µg/mL (Xu, Y. J. *et al.* 2000).

Aktivitas menarik lainnya ditunjukkan oleh (-)-*Hydroxycitric acid* (HCA) (60). Asam organik yang dominan terdapat pada *G. cambogia*, *G. indica* dan *G. atroviridis* ini memiliki potensi sebagai inhibitor enzim ATP sitrat liase yang mengkatalis pembentukan asetil-CoA dan oksaloasetat dari sitrat : sitrat + ATP + CoA → asetil-CoA + ADP + Pi + oksaloasetat. Penghambatan reaksi ini membatasi unit asetil-CoA untuk mensintesa asam lemak dan lipogenesis selama diet lipogenik (diet karbohidrat tinggi). Studi ekstensif pada hewan percobaan menunjukkan bahwa senyawa ini menekan sintesa asam lemak, lipogenesis, *food intake*, dan menurunkan berat badan (Jena, B.S. *et al.* 2002).

## 2.5 UJI TOKSISITAS

Toksisitas dari suatu senyawa secara umum dapat diartikan kepada potensi dari suatu senyawa kimia untuk dapat menyebabkan kerusakan ketika senyawa tersebut mengenai atau masuk ke dalam tubuh manusia. Suatu senyawa kimia dikatakan bersifat racun akut jika senyawa tersebut dapat menimbulkan efek racun dalam jangka waktu singkat, dan bersifat racun kronis jika senyawa tersebut dapat menimbulkan efek racun dalam jangka waktu panjang (karena kontak yang berulang-ulang walaupun dalam jumlah yang sedikit) (Satmoko. W., 2002).

Pengetahuan mengenai toksisitas suatu bahan kimia dikumpulkan dengan mempelajari efek-efek dari pemaparan bahan kimia terhadap

hewan percobaan, pemaparan bahan kimia terhadap organisme tingkat rendah seperti bakteri dan kultur sel-sel dari mamalia di laboratorium dan pemaparan bahan kimia terhadap manusia.

Untuk skrining dan fraksionasi fisiologi aktif dari ekstrak tanaman dapat dilakukan uji standar toksisitas akut (jangka pendek). Suatu metode yang digunakan secara luas dalam penelitian bahan alam untuk maksud tersebut adalah *Brine Shrimp Lethality Test* (BSLT) (Meyer, 1982). BSLT merupakan salah satu cara yang cepat dan murah untuk uji aktifitas farmakologi dari ekstrak tanaman dengan menggunakan hewan laut yaitu larva udang *Artemia salina* Leach. Uji ini mengamati mortalitas larva udang yang disebabkan oleh senyawa uji. Senyawa yang aktif akan menghasilkan mortalitas yang tinggi.

Uji toksisitas dengan metode BSLT ini memiliki spektrum aktifitas farmakologi yang luas, prosedurnya sederhana, cepat dan tidak membutuhkan biaya yang besar, serta hasilnya dapat dipercaya. Disamping itu metode ini sering dikaitkan dengan metode penapisan senyawa antikanker. Dengan alasan-alasan tersebut, maka uji ini sangat tepat digunakan dalam penelitian bahan alam (Meyer, *et al*, 1982; Alam G, 2002).

Batas toksisitas dapat diukur dalam ukuran  $LD_{50}$  yaitu dosis yang menyebabkan 50% hewan percobaan mati dengan selang kepercayaan 95% menggunakan metoda regresi linier.

## 2.6 ANTIOKSIDAN

Antioksidan adalah substansi yang diperlukan tubuh untuk menetralkan radikal bebas dan mencegah kerusakan yang ditimbulkan oleh radikal bebas terhadap sel normal, protein, dan lemak. Antioksidan menstabilkan radikal bebas dengan melengkapi kekurangan elektron yang dimiliki radikal bebas, dan menghambat terjadinya reaksi berantai dari pembentukan radikal bebas yang dapat menimbulkan stres oksidatif. Ada beberapa bentuk antioksidan, di antaranya vitamin, mineral, dan fitokimia. Berbagai tipe antioksidan berkerja bersama dalam melindungi sel normal dan menetralkan radikal bebas (Packer, 1999).

Radikal bebas adalah molekul yang kehilangan elektron, sehingga molekul tersebut menjadi tidak stabil dan selalu berusaha mengambil elektron dari molekul atau sel lain. Radikal bebas dapat dihasilkan dari hasil metabolisme tubuh dan faktor eksternal seperti asap rokok, hasil penyinaran ultra violet, zat kimiawi dalam makanan dan polutan lain. Penyakit yang disebabkan oleh radikal bebas bersifat kronis, yaitu dibutuhkan waktu bertahun-tahun untuk penyakit tersebut menjadi nyata. Contoh penyakit yang sering dihubungkan dengan radikal bebas adalah serangan jantung dan kanker. Untuk mencegah atau mengurangi penyakit kronis karena radikal bebas diperlukan antioksidan (Elvina Karyadi, 1997)

Radikal bebas yang mengambil elektron dari sel tubuh manusia dapat menyebabkan perubahan struktur DNA sehingga timbullah sel-sel mutan. Bila perubahan DNA ini terjadi bertahun-tahun, maka dapat menjadi penyakit kanker. Tubuh manusia, sesungguhnya dapat

menghasilkan antioksidan tetapi jumlahnya sering sekali tidak cukup untuk menetralkan radikal bebas yang masuk ke dalam tubuh. Atau sering sekali, zat pemicu yang diperlukan oleh tubuh untuk menghasilkan antioksidan tidak cukup dikonsumsi. Sebagai contoh, tubuh manusia dapat menghasilkan glutathione, salah satu antioksidan yang sangat kuat, hanya saja, tubuh memerlukan asupan vitamin C sebesar 1.000 mg untuk memicu tubuh menghasilkan glutathione ini. Keseimbangan antara antioksidan dan radikal bebas menjadi kunci utama pencegahan stres oksidatif dan penyakit-penyakit kronis yang dihasilkannya (Sjamsul Arief, 2007).

Stres oksidatif adalah keadaan di mana jumlah radikal bebas di dalam tubuh melebihi kapasitas tubuh untuk menetralkannya. Akibatnya intensitas proses oksidasi sel-sel tubuh normal menjadi semakin tinggi dan menimbulkan kerusakan yang lebih banyak. Literatur medis membuktikan bahwa stres oksidatif adalah penyebab utama penuaan dini dan timbulnya penyakit kronis seperti kanker, penyakit jantung, *alzheimer*, dan lain-lain. Stres oksidatif dapat dicegah dan dikurangi dengan asupan antioksidan yang cukup dan optimal ke dalam tubuh.

Karakteristik yang diperlukan suatu molekul agar efektif sebagai antioksidan adalah (Packer, 1999) :

1. Molekul memiliki hidrogen atau substituen pendonor elektron dengan potensial reduksi yang cukup, dibanding dengan radikal yang akan ditangkap.



2. Molekul memiliki kemampuan mendelokalisasi radikal yang telah dihasilkan, baik radikal fenoksil yang berasal dari  $\alpha$ -tokoferol atau Butil Hidroksi Toluen (BHT) dan Butil Hidroksi Anisol (BHA), radikal ariloksil dan flavonoid, radikal rantai hidrokarbon tidak jenuh seperti  $\beta$ -karoten.
3. Molekul memiliki potensial kelat-metal transisi yang tergantung pada gugus fungsi dan susunan molekulnya.
4. Kemampuan menembus sel target yang bergantung pada lipofilisitas atau hidrofilitas antioksidan atau koefisien partisi.

Aktivitas antioksidan suatu senyawa dapat diukur dari kemampuannya menangkap radikal bebas. Radikal bebas yang biasa digunakan sebagai model dalam mengukur daya penangkapan radikal bebas adalah 1,1-difenil-2-pikrilhidrazil (DPPH). DPPH merupakan senyawa radikal bebas yang stabil sehingga apabila digunakan sebagai pereaksi dalam uji penangkapan radikal bebas cukup dilarutkan. Jika disimpan dalam keadaan kering dengan kondisi penyimpanan yang baik akan stabil selama bertahun-tahun (Packer, 1999).

## BAB III

### METODE PENELITIAN

#### 3.1 LOKASI DAN WAKTU PENELITIAN

Penelitian ini dilakukan di Laboratorium Kimia Bahan Alam PUSLIT Kimia LIPI, Serpong.

#### 3.2 BAHAN DAN ALAT

##### 3.2.1 Tanaman

Tanaman yang diteliti adalah kulit batang *Garcinia maluensis* Lauterb yang diperoleh dari daerah Irian Jaya (Papua) dan sudah dideterminasi.

##### 3.2.2 Bahan Kimia

Bahan kimia yang digunakan pada penelitian adalah : *n*- heksana, aseton, etil asetat, *n*-butanol, kloroform, metanol, DMSO, silika gel 60 GF 254 (70-230 mesh, E. Merck 1.07734), lempeng KLT (E. Merck 05554), H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10% sebagai penampak noda pada KLT, aquades, DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil), vitamin C dan air laut.

##### 3.2.3 Hewan Uji

Hewan uji yang digunakan pada penelitian ini adalah larva *Artemia salina* leach.

### **3.2.4 Alat-alat**

Alat-alat yang digunakan pada penelitian ini adalah peralatan maserasi, penguap putar (*rotary evaporator* Buchii), peralatan kromatografi kolom, spektrometri UV-Visible HP, Infra Merah (Perkin Elmer 16 PC, FTIR Prestige-21 Shimadzu), Resonansi Magnet Inti (500 MHz, Jeol) dan kromatografi liquid-spektrometri massa HP, peralatan uji BSLT dan peralatan uji antioksidan.

## **3.3 CARA KERJA**

### **3.3.1 Penyiapan Bahan dan Pembuatan Ekstrak**

Kulit batang tanaman *G. maluensis* Lauterb yang telah dikeringkan, dihaluskan, kemudian dimaserasi dengan *n*-heksana. Hasil maserasi disaring, dan filtrat yang diperoleh dipekatkan dengan penguap putar vakum pada suhu lebih kurang 45°C, sehingga diperoleh ekstrak kental *n*-heksana. Perendaman ini diulang hingga diperoleh filtrat hampir tidak berwarna. Selanjutnya pada serbuk residu yang telah kering dimaserasi dengan pelarut aseton. Dengan perlakuan yang sama dengan pelarut *n*-heksana, sehingga diperoleh ekstrak kental aseton.

### **3.3.2 Penapisan Fitokimia**

Penapisan fitokimia terhadap ekstrak *n*-heksana dan aseton dilakukan terhadap senyawa kimia golongan flavonoid, saponin, tanin dan sterol/terpenoid, kuinon, dan kumarin (Ciulei, 1984).

1. Uji Flavonoid  
Sejumlah  $\pm 1$  mL larutan ekstrak ditambah 1-2 mL metanol 50 %, dipanaskan pada suhu  $50^{\circ}$  C, dan setelah dingin ditambahkan logam Mg dan 4-5 tetes HCl pekat. Adanya flavonoid ditunjukkan dengan perubahan warna merah atau jingga pada filtrat.
2. Uji Saponin  
Sebanyak 10 mL larutan uji flavonoid dimasukkan ke dalam tabung reaksi, dikocok kuat secara vertikal selama 10 detik, Adanya saponin ditunjukkan dengan terbentuknya busa setinggi 1-10 cm yang stabil kurang lebih 15 menit dan tidak hilang pada penambahan setetes asam klorida 2 N.
3. Uji Tanin  
Sejumlah 1 mL larutan ekstrak ditambah 2 mL aquadest dan 2-3 tetes  $\text{FeCl}_3$ . Adanya tannin diamati dengan terjadinya warna biru tua atau hitam.
4. Uji Kuinon  
Sejumlah lebih kurang 5 mL larutan ekstrak ditambah natrium hidroksida 1 N, Adanya kuinon ditunjukkan dengan terbentuknya warna merah.
- 5.. Uji Steroid / Terpenoid  
Sejumlah  $\pm 1$  mL larutan ekstrak ditambah 0,5 ml anhidrida asetat dan 0,5 mL  $\text{CHCl}_3$ , selanjutnya ditambah  $\text{H}_2\text{SO}_4$  pekat setetes demi setetes sebanyak 0,2 mL ke dasar tabung dan diamati terjadinya warna ungu.

## 6. Uji Kumarin

Sejumlah  $\pm 2$  gram ekstrak ditambahkan 10 mL kloroform kemudian dipanaskan selama 10 menit, selanjutnya didinginkan dan disaring. Filtrat diuapkan kemudian ditambahkan 10 mL air panas, selanjutnya didinginkan. Tambahkan 0,5 ml ammonia 10%. Adanya kumarin ditunjukkan dengan adanya fluoresensi hijau/biru pada sinar UV (366 nm).

### 3.3.3 Fraksinasi dan Isolasi Ekstrak

Fraksinasi sejumlah tertentu ekstrak *n*-heksan dengan kromatografi kolom dengan menggunakan silika gel 60 sebagai fase diam dan pelarut *n*-heksan-etil asetat yang ditingkatkan kepolarannya sebagai fase gerak. Fraksi-fraksi yang diperoleh ditampung, kemudian diuapkan menggunakan *rotary evaporator*.

Seluruh fraksi yang diperoleh diidentifikasi dengan kromatografi lapis tipis (KLT) dengan eluen *n*-heksan-etil asetat dengan berbagai perbandingan. Kemiripan bercak yang timbul pada lempeng diamati baik secara langsung maupun di bawah sinar UV pada panjang gelombang 254 nm dan 366 nm serta disemprot dengan larutan H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10% dalam metanol, kemudian dipanaskan beberapa menit. Warna dan harga R<sub>f</sub> dari bercak yang terbentuk diamati pada kromatogram. Gabungkan fraksi yang mempunyai kemiripan bercak. Fraksinasi dilakukan kembali sampai didapatkan hasil berupa isolat murni.

### 3.3.4 Identifikasi Senyawa Murni

Terhadap isolat dilakukan identifikasi dan penentuan struktur molekul dengan cara fisika, KLT, spektrofotometri UV-Visible, IR, MS, spektrometri resonansi magnetik ini proton ( $H^1$ -NMR) dan karbon ( $C^{13}$ -NMR) serta teknik NMR-2D yang meliputi HMQC dan HMBC. Selanjutnya terhadap isolat dilakukan uji toksisitas dan uji antioksidan.

### 3.3.5 Uji Toksisitas

Uji toksisitas dilakukan dengan Metode BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*) menggunakan larva udang *Artemia salina* Leach. BSLT dilakukan terhadap ekstrak *n*-heksana, ekstrak aseton, dan isolat yang didapat.

a. Penetasan *Artemia salina* Leach.

Pembiakan udang dilakukan dalam sebuah kotak yang telah dibagi menjadi dua bagian dengan sekat berlubang dimasukkan air laut secukupnya. Salah satu sisi kotak ditutup dengan aluminium foil dan telur udang dimasukkan ke dalamnya. Kemudian kotak diletakkan di bawah lampu UV selama 48 jam. Larva berumur 48 jam siap digunakan untuk uji toksisitas

b. Penyiapan sampel uji.

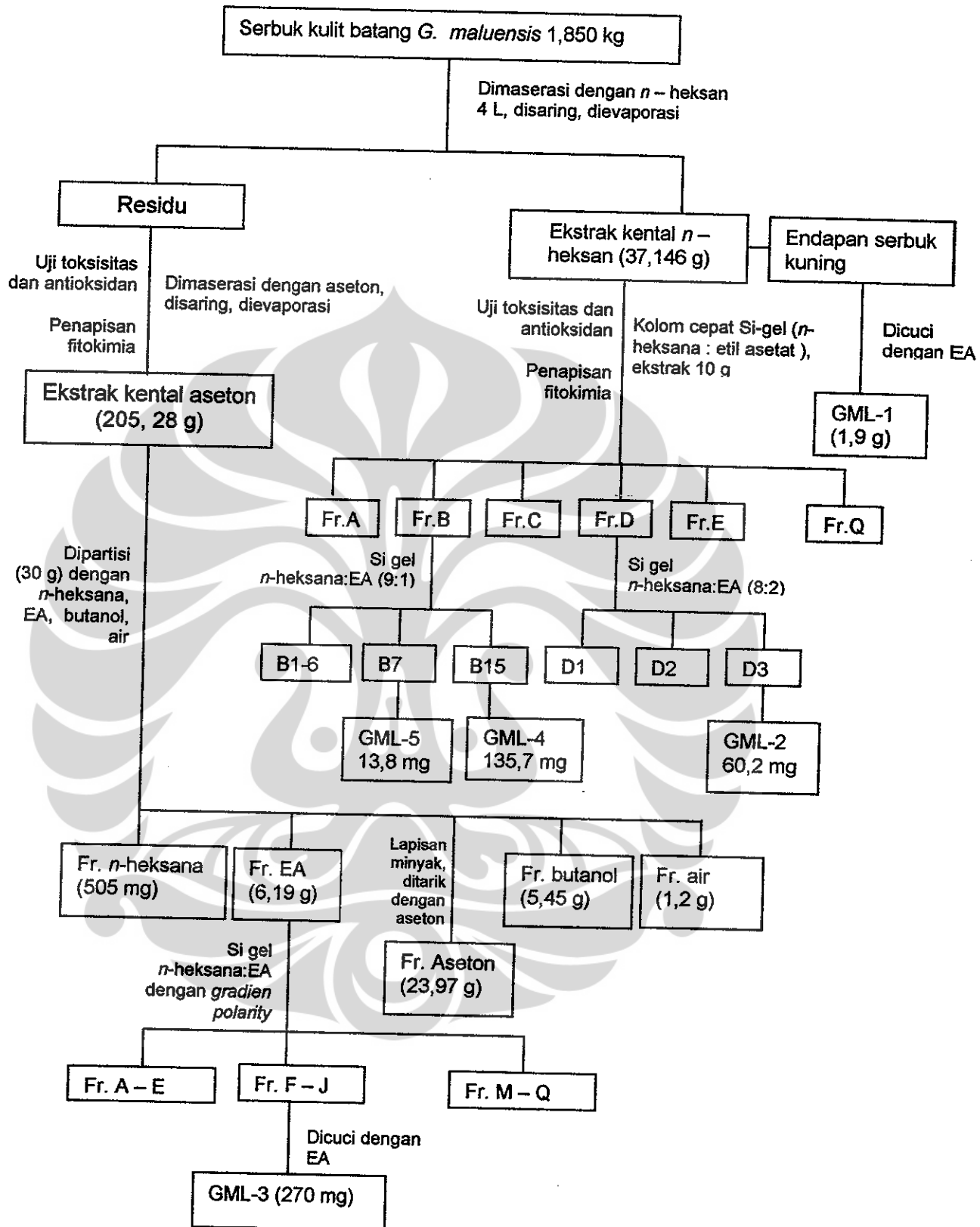
Fraksi yang akan diuji disiapkan pada konsentrasi 1000, 100 dan 10  $\mu\text{g/ml}$ . Untuk senyawa murni disiapkan pada konsentrasi 300, 200, 100, 40, 10 dan 5  $\mu\text{g/mL}$

c. Uji toksisitas Metode Meyer.

Sebanyak 10-12 larva udang dalam 100  $\mu\text{L}$  air laut dimasukkan ke dalam vial uji, kemudian ditambahkan 100  $\mu\text{L}$  larutan sampel. Untuk setiap konsentrasi dilakukan 3 kali pengulangan. Sebagai kontrol dilakukan tanpa penambahan larutan uji menggunakan 200  $\mu\text{L}$  air laut. Pengamatan dilakukan setelah 24 jam dengan menghitung jumlah larva udang yang masih hidup dan yang sudah mati. Nilai  $\text{LC}_{50}$  ditemukan dengan program komputer sederhana untuk analisis probit pada taraf kepercayaan 95 %. Suatu fraksi atau ekstrak dikatakan aktif bila mempunyai nilai  $\text{LC}_{50} \leq 1000 \mu\text{g/mL}$ , untuk senyawa murni dikatakan aktif bila mempunyai nilai  $\text{LC}_{50} \leq 30 \mu\text{g/mL}$ .

### 3.3.6 Uji Aktivitas Antioksidan

Pengujian aktivitas antioksidan dilakukan dengan metode DPPH (1,1-diphenil-2-pikrilhidrazil). Ekstrak dan isolat *G. maluensis* Lauterb dilarutkan dalam metanol dan dibuat dalam berbagai konsentrasi (10, 30, 50 dan 70  $\mu\text{g/mL}$ ). Masing-masing dimasukkan ke dalam tabung reaksi. Ke dalam tiap tabung reaksi ditambahkan 500  $\mu\text{L}$  larutan DPPH 1 mM dalam metanol. Volume dicukupkan sampai 5 mL, kemudian diinkubasi pada suhu 37° C selama 30 menit, selanjutnya serapan diukur pada panjang gelombang 515 nm. Sebagai kontrol positif, dan untuk pembanding digunakan vitamin C (konsentrasi 5, 10, 15, 20 dan 25  $\mu\text{g/mL}$ ). Nilai  $\text{IC}_{50}$  dihitung masing-masing dengan menggunakan rumus persamaan regresi (Blois, 1958).



Gambar 3. Skema Isolasi Senyawa Kimia dari Kulit Batang *G. maluensis* Lauterb



## BAB IV

### HASIL DAN PEMBAHASAN

#### 4.1. HASIL DETERMINASI TUMBUHAN

Kulit batang kayu *G. maluensis* Lauterb. yang digunakan dalam penelitian ini dikumpulkan dari daerah Papua (Irian Jaya). Tumbuhan ini dideterminasi di Herbarium Bogoriensis, Lembaga Ilmu Pengetahuan Indonesia (LIPI), Bogor. Hasil determinasi menunjukkan bahwa tumbuhan yang digunakan dalam penelitian ini adalah *Garcinia maluensis* Lauterb (Lampiran 1).

#### 4.2. HASIL PEMBUATAN EKSTRAK

Kulit batang kayu *G. maluensis* Lauterb yang telah digiling (1,85 kg) dimaserasi dengan *n*-heksana sampai filtrat hampir tidak berwarna (3x2 L). Hasil maserasi disaring, pada filtrat didapatkan endapan serbuk kuning yang kemudian dipisahkan dengan kertas saring. Kemudian terhadap serbuk kuning dilakukan pencucian dengan *n*-heksana dan etil asetat sehingga didapatkan kristal jarum kuning muda sebanyak 1,9 g (GML-1). Selanjutnya filtrat yang diperoleh dipekatkan dengan penguap putar vakum pada suhu 45°C, sehingga diperoleh ekstrak *n*-heksana sebanyak 37,146 g. Ekstrak berupa cairan kental berupa pasta berwarna coklat kekuning-kuningan.

Selanjutnya serbuk residu dikeringkan dan dimaserasi kembali dengan pelarut aseton. Maserasi dilakukan sampai didapatkan filtrat hampir tidak berwarna (5x2 L), sehingga diperoleh ekstrak aseton

sebanyak 205,28 g. Ekstrak berupa cairan kental berwarna merah tua yang bila dibiarkan lama kelamaan mengeras dan terdapat lapisan seperti pernis.

### 4.3. HASIL UJI PENAPISAN FITOKIMIA

Hasil uji penapisan fitokimia ekstrak *n*-heksana dan aseton kulit batang *G. Maluensis* Lauterb dapat dilihat pada tabel berikut:

Tabel 1. Hasil Uji Penapisan Fitokimia

No	Golongan Kimia	Pengamatan Sampel	
		Ekstrak <i>n</i> -heksana	Ekstrak aseton
1	Flavonoid	+	+
2	Steroid/Terpenoid	+	+
3	Tanin	-	-
4	Kuinon	+	+
5	Kumarin	+	+
6	Saponin	-	-

### 4.4. HASIL ISOLASI DAN PEMURNIAN SENYAWA

#### 4.4.1. Isolasi dan Pemurnian Senyawa Dari Ekstrak *n*-Heksana

Sebanyak 10 gram ekstrak *n*-heksana difraksinasi dengan kromatografi kolom cepat menggunakan silika gel 60 sebagai fase diam dan larutan pengelusi *n*-heksana-etil asetat yang ditingkatkan kepolarannya sebagai fase gerak. Dari fraksinasi ini didapatkan 17 fraksi (fraksi A-Q). Pada fraksi B terdapat minyak coklat kekuningan sebanyak 1,128 g yang kemudian dilakukan kromatografi kolom lambat menggunakan silika gel 60 dengan pengelusi *n*-heksana 100 % dan *n*-heksana - etil asetat (9:1). Dari hasil kromatografi ini didapatkan 18 fraksi (B1-19). Pada fraksi B-7 didapatkan kristal jarum putih yang

masih bercampur dengan minyak kuning. Kemudian dilakukan pencucian dengan metanol sehingga didapatkan kristal jarum putih murni sebanyak 13,8 mg (GML-5). Pada fraksi B-15 didapatkan kristal jarum kuning muda yang bercampur dengan minyak berwarna kuning kehijauan. Kemudian dilakukan pencucian dengan *n*-heksana dan etil asetat sehingga didapatkan kristal murni sebanyak 135,7 mg (GML-4).

Dari fraksi D didapatkan fraksi berwarna hijau kekuningan agak kecoklatan sebanyak 1,743 g. Sebanyak 500 mg dilakukan kromatografi kolom lambat kembali menggunakan silika gel 60 dengan pengelusi *n*-heksana-etil asetat (8:2), sehingga di dapatkan kristal jarum kuning terang sebanyak 40,2 mg (GML-2).

#### **4.4.2. Isolasi Dan Pemurnian Senyawa Dari Ekstrak Aseton**

Sebanyak 30 g dari ekstrak aseton dilakukan partisi menggunakan air (300 mL) dan *n*-heksana (300 mL) dan selanjutnya dengan *n*-heksana 100 mL sampai didapatkan filtrat *n*-heksana hampir tidak berwarna (3x100 mL). Pada fraksi air partisi dilanjutkan dengan menggunakan pelarut etil asetat sampai diperoleh filtrat etil asetat hampir tidak berwarna (7x100 mL). Pada fraksi air terdapat lapisan pernis yang sangat lengket yang dapat ditarik dengan aseton (2x100 mL aseton). Terakhir fraksi air dipartisi dengan *n*-butanol sampai didapatkan filtrat *n*-butanol hampir tidak berwarna (5x100 mL). Masing-masing fraksi hasil partisi dipekatkan dengan penguap putar vakum sehingga didapatkan fraksi *n*-heksan, etil asetat, aseton, *n*-butanol dan air masing-masing sebanyak 505 mg; 6,19 g; 23,973 g; 5,45 g dan 1,2 g.

Sebanyak 6,19 g fraksi etil asetat dikromatografi kolom dengan silika gel 60 menggunakan pelarut *n*-heksana-etil asetat yang ditingkatkan kepolarannya. Dari hasil kromatografi kolom ini didapatkan 17 fraksi (A-Q). Dari fraksi F-J terdapat kristal kotak bening yang masih bercampur dengan fraksi yang berwarna merah tua. Kristal kotak bening yang mengendap dari campuran ini dipisahkan dengan cara dekantasi. Selanjutnya dilakukan pencucian dengan etil asetat. Ketika dilakukan pencucian dengan etil asetat kristal lama kelamaan berubah menjadi bubuk putih. Selanjutnya dilakukan rekristalisasi kembali menggunakan kloroform-aseton sehingga didapatkan kristal kotak bening sebanyak 270 mg (GML-3).

#### 4.5. HASIL PENENTUAN STRUKTUR MOLEKUL

Adapun data spektroskopi untuk senyawa hasil isolasi adalah :

**Senyawa GML-1** : diperoleh sebagai kristal jarum berwarna kuning terang sebanyak 1,9 gram; titik leleh 105-107°C; LC-MS,  $[M^+]$  = 602,89 dan 600,87; IR,  $\nu_{\max}$  = 3530 (-OH), 3250-3198 (lebar), 2920 (tajam), 1730 (tajam), 1528, 1445 (tajam), 1373 (tajam), 1294 (tajam), 1196 (tajam), 1119 (tajam); Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 500 MHz,  $\delta$ =ppm,  $J$ =Hz),  $\delta_{\text{H}}$ = 0,88 (3H, t); 1,01 (3H, s); 1,17 (3H, s); 1,25 (3H, s); 1,44 (1H, m); 1,54 (3H, s); 1,59 (3H, s); 1,68 (3H, s); 1,70 (3H, s); 1,74 (3H, s); 1,80 (3H, s); 1,88 (2H, d,  $J=3,70$ ); 1,91 (2H, d,  $J=3,70$ ); 1,99 (2H, d,  $J=7,30$ ); 2,06 (2H, d,  $J=6,75$ ); 2,09 (2H, d,  $J=7,35$ ); 2,13 (2H, d,  $J=10,40$ ); 2,16 (2H, d,  $J=10,40$ ); 2,37 (1H, d,  $J=14,05$ ); 2,74 (1H, t); 2,75 (1H, t) 4,37 (1H, d,  $J=2,00$ ); 4,42 (1H, d,  $J=2,00$ ); 4,79 (2H, d,  $J=10,00$ ); 4,85 (1H, t); 4,93 (1H, t); 5,04 (1H,

*t*); 5,10 (1H, *t*, *b*); 6,47 (OH/H, *s*, *b*); 6,62 (1H, *d*,  $J=7,95$ ); 6,72 (1H, *d*,  $J=8,55$ ); 6,82 (OH/H, *s*, *b*); 6,89 (1H, *d*,  $J=1,80$ ); 6,95 (1H, *d*,  $J=1,80$ ); 6,97 (1H, *dd*,  $J=8,55$ ;  $J=1,80$ ); Spektrum  $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz),  $\delta_{\text{C}} = 14,3$  ( $\text{CH}_3$ ); 17,8 ( $\text{CH}_3$ ); 18,1 ( $\text{CH}_3$ ); 18,2 ( $\text{CH}_3$ ); 18,4 ( $\text{CH}_3$ ); 22,8 ( $\text{CH}_2$ ); 22,9 ( $\text{CH}_3$ ); 25,7 ( $\text{CH}_2$ ); 25,9 ( $\text{CH}_3$ ); 26,0 ( $\text{CH}_3$ ); 26,3 ( $\text{CH}_3$ ); 26,6 ( $\text{CH}_2$ ); 27,2 ( $\text{CH}_3$ ); 29,0 ( $\text{CH}_2$ ); 29,9 ( $\text{CH}_2$ ); 31,1 ( $\text{CH}_2$ ); 31,8 ( $\text{CH}_2$ ); 32,8 ( $\text{CH}_2$ ); 36,4 ( $\text{CH}_2$ ); 36,9 ( $\text{CH}_2$ ); 42,7 ( $\text{CH}_2$ ); 43,5 (CH); 43,7 (CH); 46,8 (CH); 46,9 (CH); 49,8 (C); 58,1 (C); 69,9 (C); 112,9 ( $\text{CH}_2$ ); 114,5 (CH); 116,0 (C); 116,6 (CH); 118,6 (CH); 120,3 (CH); 122,8 (CH); 123,9 (CH); 124,3 (CH); 128,0 (C); 132,2(C); 133,2 (C); 135,4 (C); 143,7 (C); 148,3 (C); 149,8 (C); 194,0 (C); 194,9 (C); 199,0 (C); 209,3 (C) ppm.

**Senyawa GML-2** : diperoleh sebagai kristal jarum berwarna kuning terang sebanyak 40,2 mg; titik leleh 80-81°C; UV-VIS,  $\lambda_{\text{max}} = 354$  nm; LC-MS,  $[M^+]$  = 602,84 dan 600,83; IR,  $\nu_{\text{max}} = 3523$  (-OH), 2923 (C-H alifatik), 1732 (C=O), 1634 (C=O terkonjugasi), 1374 (C-OH), 1295 (vibrasi tekuk OH)  $\text{cm}^{-1}$ , Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 500 MHz,  $\delta = \text{ppm}$ ,  $J = \text{Hz}$ ),  $\delta_{\text{H}} = 0,88$  (3H, *t*); 1,01 (3H, *s*); 1,16 (3H, *s*); 1,26 (2H, *t*); 1,28 (2H, *t*); 1,43 (2H, *t*); 1,54 (6H, *s*); 1,60 (3H, *s*); 1,65 (3H, *s*); 1,70 (3H, *s*); 1,73 (3H, *s*); 1,80 (3H, *s*); 1,88 (2H, *d*,  $J=3,70$ ); 1,91 (2H, *d*,  $J=4,30$ ); 1,97 (2H, *m*); 1,99 (2H, *m*); 2,06; 2,08 (2H, *m*); 2,13; 2,16 (2H, *m*); 2,36 (2H, *d*,  $J=14,05$ ); 2,58 (2H, *d*,  $J=13,50$ ); 2,73 (1H, *d*,  $J=9,20$ ); 4,37 (1H, *d*,  $J=2,00$ ); 4,42 (1H, *d*,  $J=2,00$ ); 4,79 (2H, *d*,  $J=15,00$ ); 4,84 (1H, *t*); 4,92 (1H, *t*); 5,05 (1H, *t*); 5,09 (1H, *t*, *b*); 6,47 (OH/H, *s*, *b*); 6,64 (1H, *d*,  $J=7,95$ ); 6,75 (1H, *d*,  $J=8,55$ ); 6,88 (OH/H, *s*, *b*); 6,97 (1H, *d*,  $J=1,8$ ), dan 6,99 ppm (1H, *dd*,  $J=7,95$ ;  $J=1,80$ );

Spektrum  $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz),  $\delta_{\text{C}} = 14,3$  ( $\text{CH}_3$ ); 17,8 ( $\text{CH}_3$ ); 18,0 ( $\text{CH}_3$ ); 18,2 ( $\text{CH}_3$ ); 18,4 ( $\text{CH}_3$ ); 22,8 ( $\text{CH}_2$ ); 22,9 ( $\text{CH}_3$ ); 25,9 ( $\text{CH}_3$ ); 26,0 ( $\text{CH}_3$ ); 26,3 ( $\text{CH}_3$ ); 26,5 ( $\text{CH}_2$ ); 27,1 ( $\text{CH}_3$ ); 29,0 ( $\text{CH}_2$ ); 31,7 ( $\text{CH}_2$ ); 32,7 ( $\text{CH}_2$ ); 36,3 ( $\text{CH}_2$ ); 42,7 ( $\text{CH}_2$ ); 43,6 ( $\text{CH}$ ); 46,9 ( $\text{CH}$ ); 49,8 ( $\text{C}$ ); 58,0 ( $\text{C}$ ); 65,8 ( $\text{C}$ ); 69,9 ( $\text{C}$ ); 112,8 ( $\text{CH}_2$ ); 114,5 ( $\text{CH}$ ); 116,0 ( $\text{C}$ ); 116,6 ( $\text{CH}$ ); 118,6 ( $\text{CH}$ ); 120,3 ( $\text{CH}$ ); 122,8 ( $\text{CH}$ ); 124,0 ( $\text{CH}$ ); 124,4 ( $\text{CH}$ ); 128,1 ( $\text{C}$ ); 132,2 ( $\text{C}$ ); 133,1 ( $\text{C}$ ); 135,4 ( $\text{C}$ ); 143,6 ( $\text{C}$ ); 148,3 ( $\text{C}$ ); 149,8 ( $\text{C}$ ); 194,0 ( $\text{C}$ ); 194,7 ( $\text{C}$ ); 195,8 ( $\text{C}$ ); 198,9 ( $\text{C}$ ); 209,4 ( $\text{C}$ ) ppm.

**Senyawa GML-3** : diperoleh sebagai kristal kotak bening sebanyak 270 mg dengan titik leleh 244-245 $^{\circ}\text{C}$ ; UV-VIS  $\lambda_{\text{max}} = 276,5$  dan 230,5 nm; LC-MS,  $[\text{M}^*] = 602,79$ ; IR  $\nu_{\text{max}} = 3466$  (tajam), 3366 (tajam), 2974 (tajam), 2934 (tajam), 1719 (tajam), 1678 (tajam), 1605 (tajam), 1452 (tajam), 1367 (tajam), 1298 (tajam), 1180 (tajam); Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 500 MHz,  $\delta = \text{ppm}$ ,  $J = \text{Hz}$ ),  $\delta_{\text{H}} = 0,93$  (3H, s); 0,98 (3H, s); 1,07 (1H, t); 1,14 (3H, s); 1,27 (3H, s); 1,44 (1H, m); 1,51 (1H, m); 1,54 (3H, s); 1,55 (3H, s); 1,62 (3H, s); 1,68 (3H, s); 1,69 (3H, s); 1,76 (3H, s); 2,11 (2H, t, b); 2,15 (2H, b); 2,27 (2H, s); 2,30 (2H, s); 2,79 (2H, m); 2,40 (2H, d,  $J = 4,90$ ); 2,43 (2H, d,  $J = 5,50$ ); 3,00 (2H, d,  $J = 3,70$ ); 4,95 (2H, b); 5,20 (1H, t); 6,83 (H, d,  $J = 7,95$ ); 7,11 (H, dd,  $J = 8,55$ ;  $J = 1,80$ ); 7,36 (H, d,  $J = 2,30$ ) ppm. Spektrum  $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz),  $\delta_{\text{C}} = 18,1$  ( $\text{CH}_3$ ); 18,3 ( $\text{CH}_3$ ); 18,6 ( $\text{CH}_3$ ); 21,7 ( $\text{CH}_3$ ); 22,8 ( $\text{CH}_3$ ); 26,1 ( $\text{CH}_3$ ); 26,2 ( $\text{CH}_3$ ); 26,3 ( $\text{CH}_2$ ); 26,4 ( $\text{CH}_3$ ); 27,0 ( $\text{CH}_3$ ); 28,9 ( $\text{CH}_2$ ); 29,2 ( $\text{CH}_3$ ); 30,2 ( $\text{CH}_2$ ); 30,3 ( $\text{CH}_2$ ); 39,6 ( $\text{CH}_2$ ); 43,8 ( $\text{CH}$ ); 46,6 ( $\text{C}$ ); 47,0 ( $\text{CH}$ ); 52,1 ( $\text{C}$ ); 68,9 ( $\text{C}$ ); 87,1 ( $\text{C}$ ); 115,6 ( $\text{CH}$ ); 115,9 ( $\text{CH}$ ); 121,5 ( $\text{CH}$ ); 123,0 ( $\text{CH}$ ); 123,7 ( $\text{CH}$ ); 126,4

(CH); 126,7 (C); 131,2 (C); 133,3 (C); 133,9 (C); 134,1 (C); 145,9 (C); 151,3 (C); 171,4 (C); 192,2 (C); 194,4 (C); 207,4 (C) ppm.

**Senyawa GML-4** : diperoleh sebagai kristal jarum kuning kehijauan sebanyak 135,7 mg dengan titik leleh 80-81<sup>0</sup>C;  $\lambda_{\max}$  = 218,5 nm; IR  $\nu_{\max}$  = 3356-3298 (lebar), 2968, 2922 (tajam), 1726 (tajam), 1523 (lebar), 1288 (tajam), 1194 (tajam), 1117 (tajam) cm<sup>-1</sup>; Spektrum <sup>1</sup>H-NMR (CDCl<sub>3</sub>, 500 MHz,  $\delta$ =ppm,  $J$ =Hz),  $\delta_{\text{H}}$  = 0,88 (3H, t); 1,01 (3H, s); 1,16 (3H, s); 1,26 (2H, m); 1,33 (1H, m); 1,44 (1H, s); 1,52 (1H, s); 1,53 (3H, s); 1,54 (3H, s); 1,60 (3H, s); 1,67 (3H, s); 1,69 (3H, s); 1,74 (3H, s); 1,80 (3H, s); 1,88 (2H, d,  $J$ =4,30); 1,91 (2H, d,  $J$ =4,30); 2,04-2,09 (H, m); 2,14; 2,35 (2H, m); 2,38 (2H, s); 2,58 (2H, d  $J$ =13,45); 2,74 (1H, m); 4,37 (1H, d,  $J$ =1,85); 4,42 (1H, d,  $J$ =1,85); 4,79 (2H, d,  $J$ =12,80); 4,84 (H, t); 4,93 (H, t); 5,01 (H, t); 5,10 (H, t, b); 6,46 (H, b); 6,62 (H, d,  $J$ =7,95); 6,73 (H, d,  $J$ =8,55); 6,79 (OH/H, s, b); 6,87 (H, d,  $J$ =1,85); 6,94 (H, d,  $J$ =1,85); 6,96 (H, dd,  $J$ =7,95;  $J$ =1,80); 7,11 (H, dd,  $J$ =8,55;  $J$ =1,80) ppm. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR (CDCl<sub>3</sub>, 125 MHz),  $\delta_{\text{C}}$  = 14,3 (CH<sub>3</sub>); 17,8 (CH<sub>3</sub>); 18,0 (CH<sub>3</sub>); 18,2 (CH<sub>3</sub>); 18,4 (CH<sub>3</sub>); 22,7 (CH<sub>2</sub>); 22,8 (CH<sub>3</sub>); 25,9 (CH<sub>3</sub>); 26,1 (CH<sub>3</sub>); 26,3 (CH<sub>2</sub>); 26,5 (CH<sub>3</sub>); 27,2 (CH<sub>3</sub>); 29,1 (CH<sub>2</sub>); 31,8 (CH<sub>2</sub>); 32,8 (CH<sub>2</sub>); 36,3 (CH<sub>2</sub>); 42,7 (CH<sub>3</sub>); 43,7 (CH<sub>3</sub>); 46,9 (CH<sub>3</sub>); 49,7 (C); 58,0 (C); 65,8 (C); 69,9 (C); 112,9 (CH<sub>2</sub>); 114,5 (CH); 116,0 (CH); 116,6 (CH); 118,6 (CH); 120,3 (CH); 122,8 (CH); 123,9 (CH); 124,3 (CH); 128,0 (C); 132,2 (C); 133,2 (C); 135,4 (C); 143,6 (C); 148,2 (C); 149,8 (C); 194,0 (C); 194,9 (C); 195,8 (C); 199,0 (C); 209,3 (C) ppm.

**Senyawa GML-5** : diperoleh sebagai kristal jarum putih sebanyak 13,8 mg dengan titik leleh 143-144°C; UV-Vis,  $\lambda_{\max}$ =210,5 nm; IR  $\nu_{\max}$ = 3296,35-3269,34; 2956,87-2935,66;2891-2866; 1660; 1600; 1460 (tajam);1377 (tajam); 1056 (tajam). Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 500 MHz),  $\delta_{\text{H}}$ =0,68 (3H, *d*,  $J=9,2$ ); 0,79 (3H, *s*); 0,80 (3H, *d*); 0,84 (3H, *t*); 0,92 (3H, *d*,  $J=6,15$ ); 1,01 (3H, *s*); 1,83 (H, *m*); penumpukkan spektrum pada daerah pergeseran kimia 1,80-1,86 (2H, *m*),1,95-2,03 (2H, *m*), 2,23-2,29 (2H, *m*); 3,52 (1H, *m*); 5,02 (1H, *dd*,  $J= 15,25$ ;  $J=8,55$ ); 5,14 (1H, *dd*,  $J= 15,25$ ;  $J=8,55$ ); 5,34 (1H, *d*,  $J=3,70$ ). Spektrum  $^{13}\text{C-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz),  $\delta_{\text{C}}$  = 12,0 ( $\text{CH}_3$ ); 12,4 ( $\text{CH}_3$ ); 18,9 ( $\text{CH}_3$ ); 19,2 ( $\text{CH}_3$ ); 19,6 ( $\text{CH}_3$ ); 21,4 ( $\text{CH}_3$ ); 23,2 ( $\text{CH}_2$ ); 28,4 ( $\text{CH}_2$ ); 31,8 ( $\text{CH}_2$ ); 32,0 ( $\text{CH}_2$ ); 34,0 ( $\text{CH}_2$ ); 36,6 (C); 37,4 ( $\text{CH}_2$ ); 39,8 ( $\text{CH}_2$ ); 39,9 ( $\text{CH}_2$ ); 40,7 (CH); 42,4 (C); 42,5 ( $\text{CH}_2$ ); 50,3 (CH); 51,4 (CH); 56,1 (CH); 56,2 (CH); 56,9 (CH); 57,0 (CH); 72,0 (CH); 121,9 (CH); 129,4 (CH); 138,5 (CH); 140,9 (C).

Tabel 2. Hasil pengamatan spektrum IR (plat KBr) senyawa GML-1, GML- 2, GML-3, GML- 4 dan GML-5.

GML-1	GML-2	GML-3	GML-4	GML-5
3520 *T	3524	3466*T	3512	3296-3269*L
3250-3198*L	3315-3220*L	3366	3356-3298*L	2959-2936
3063	3063	3055	3063	2891-2866
2970	2968	2974	2968	1660
2920	2922	2934	2922	1601
2877	2881	2862	2880	1460
2854	-	-	2858	1377
2725	2727	2727	2727	1057
1730	1724	1719	1726	962
1633	1638	1678	1639	
1605	1597	1639	1597	
1528	1529	1605	1524	
1445	1443	1518	1443	
1373	1381	1452	1375	
1294	1288	1368	1288	
1196	1194	1298	1194	
1119	1115	1180	1117	
891	891	1123	891	
		1105		
		953		

\*T=Tajam. L=Lebar



Tabel 3. Data pergeseran kimia  $^{13}\text{H-NMR}$  ( $\text{CDCl}_3$ , 500 MHz) senyawa GML-1, GML-2, GML-3, GML-4 dan GML-5

$\delta$ (ppm), $J$ (Hz) GML-1	$\delta$ (ppm), $J$ (Hz) GML-2	$\delta$ (ppm), $J$ (Hz) GML-3	$\Delta$ (ppm), $J$ (Hz) GML-4	$\delta$ (ppm), $J$ (Hz) GML-5
0,88 (3H, t)	0,88 (3H, t)	0,93 (3H, s)	0,88 (3H, t)	0,68 (3H, d, $J=9,2$ )
1,01 (3H, s)	1,01 (3H, s)	0,98 (3H, s)	1,01 (3H, s)	0,79 (3H, s)
1,17 (3H, s)	1,16 (3H, s)	1,07 (1H, t)	1,16 (3H, s)	0,80 (3H, d)
1,25 (3H, s)	1,26 (2H, t)	1,14 (3H, s)	1,26 (1H, t)	0,84 (3H, t)
1,44 (1H, t)	1,28 (2H, t)	1,27 (3H, s)	1,28 (1H, t)	0,92 (3H, d, $J=6,15$ )
1,54 (3H, s)	1,44 (1H, t)	1,44 (1H, m)	1,29 (1H, t)	1,01 (3H, s)
1,59 (3H, s)	1,54 (6H, s)	1,51 (1H, m)	1,33 (1H, s)	1,83 (1H, m)
1,68 (3H, s)	1,60 (3H, s)	1,54 (3H, s)	1,43 (1H, t)	1,80-1,86 (2H, m)
1,70 (3H, s)	1,65 (3H, s)	1,55 (3H, s)	1,53 (3H, s)	1,95-2,03 (2H, m)
1,74 (3H, s)	1,70 (3H, s)	1,62 (3H, s)	1,54 (3H, s)	2,23-2,29 (2H, m)
1,80 (3H, s)	1,73 (3H, s)	1,68 (3H, s)	1,60 (3H, s)	3,52 (1H, m)
1,88 (2H, d, $J=3,70$ )	1,80 (3H, s)	1,69 (3H, s)	1,67 (3H, s)	5,02 (1H, dd, $J=15,25$ ; $J=8,55$ )
1,91 (2H, d, $J=3,70$ )	1,88 (2H, d, $J=3,70$ )	1,76 (3H, s)	1,70 (3H, s)	5,14 (1H, dd, $J=15,25$ ; $J=8,55$ )
1,99 (2H, d, $J=7,30$ )	1,91 (2H, d, $J=4,30$ )	2,11 (2H, t, b)	1,74 (3H, s)	5,34 (1H, d, $J=3,7$ )
2,06 (2H, d, $J=6,75$ )	1,97 (2H, d, $J=14,05$ )	2,15 (2H, b)	1,80 (3H, s)	
2,09 (2H, d, $J=7,35$ )	2,06 (2H, m)	2,27 (2H, s)	1,88 (2H, d, $J=4,30$ )	
2,13 (2H, d, $J=10,40$ )	2,13 (2H, d, $J=3,05$ )	2,30 (2H, s)	1,91 (2H, d, $J=4,30$ )	
2,16 (2H, d, $J=10,40$ )	2,1 (2H, d, $J=14,65$ )	2,79 (2H, m)	2,06 (2H, m)	
2,37 (1H, d, $J=14,05$ )	2,36 (1H, d, $J=14,10$ )	2,40 (2H, d, $J=4,90$ )	2,14 (2H, d, $J=3,70$ )	
2,74 (1H, t)	2,58 (1H, d, $J=13,50$ )	2,43 (2H, d, $J=5,50$ )	2,37 (1H, d, $J=14,05$ )	
2,75 (1H, t)	2,73 (1H, d, $J=9,20$ )	3,00 (2H, d, $J=3,70$ )	2,58 (1H, d, $J=13,45$ )	
4,37 (1H, d, $J=2,00$ ); 4,42 (1H, d, $J=2,00$ )	4,37 (1H, d, $J=2,00$ ); 4,42 (1H, d, $J=2,00$ )	4,95 (2H, b)	2,73 (1H, t)	
4,79 (2H, d, $J=10,00$ )	4,79 (2H, d, $J=15,00$ )	5,20 (1H, t)	2,75 (1H, t)	
4,85 (1H, t)	4,77; 4,80 (2H, s)	6,83 (1H, d, $J=7,95$ )	4,37 (1H, d, $J=1,85$ ); 4,42 (1H, d, $J=1,85$ )	
4,93 (1H, t)	4,84 (1H, t)	7,11 (1H, dd, $J=8,55$ ; $J=1,80$ )	4,79 (2H, d, $J=12,80$ )	
5,04 (1H, t)	4,92 (1H, t)	7,36 (1H, d, $J=2,30$ )	4,84 (1H, t)	
5,10 (1H, t, b)	5,05 (1H, t)		4,93 (1H, t)	
6,47 (OH/H, s, b)	5,09 (1H, t, b)		5,01 (1H, t)	
6,62 (1H, d, $J=7,95$ )	6,47 (OH/H, s, b)		5,10 (1H, t, b)	
6,72 (1H, d, $J=8,55$ )	6,64 (1H, d, $J=7,95$ )		6,46 (OH/H, s, b)	
6,82 (OH/H, s, b)	6,75 (1H, d, $J=8,55$ )		6,62 (1H, d, $J=7,95$ )	
6,89 (1H, d, $J=1,80$ )	6,88 (OH/H, s, b)		6,73 (1H, d, $J=8,55$ )	
6,95 (1H, d, $J=1,80$ )	6,97 (1H, d, $J=1,80$ )		6,79 (OH/H, s, b)	
6,97 (1H, dd, $J=8,55$ ; $J=1,80$ )	6,99 (1H, dd, $J=7,95$ ; $J=1,80$ )		6,87 (1H, d, $J=1,85$ )	
			6,94 (1H, d, $J=1,85$ )	
			6,96 (1H, dd, $J=7,95$ ; $J=1,80$ )	

Tabel 4. Data pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz) senyawa GML-1, GML-2, GML-3, GML-4 dan GML-5.

No.	$\delta$ (ppm) GML-1	$\delta$ (ppm) GML-2	$\delta$ (ppm) GML-3	$\delta$ (ppm) GML-4	$\delta$ (ppm) GML-5
1	209,3	209,4	207,4	209,3	140,9
2	199,0	198,9	194,4	199,0	138,5
3	194,9	195,8	192,2	195,8	129,4
4	194,0	194,7	171,4	194,9	121,9
5	149,8	194,0	151,3	194,0	72,0
6	148,3	149,8	145,9	149,8	57,0
7	143,7	148,3	134,1	148,2	56,9
8	135,4	143,6	133,9	143,6	56,2
9	133,2	135,4	133,3	135,4	56,1
10	132,2	133,1	131,2	133,2	51,4
11	128,0	132,2	126,7	132,2	50,3
12	124,3	128,1	126,4	128,0	42,5
13	123,9	124,4	123,7	124,3	42,4
14	122,8	124,0	123,0	123,9	40,7
15	120,3	122,8	121,5	122,8	39,9
16	118,6	120,3	115,9	120,3	39,8
17	116,6	118,6	115,6	118,6	37,4
18	116,0	116,6	87,1	116,6	36,6
19	114,5	116,0	68,9	116,0	34,0
20	112,9	114,5	52,1	114,5	32,0
21	69,9	112,8	47,0	112,9	31,8
22	58,1	69,9	46,6	69,9	28,4
23	49,8	65,8	43,8	65,8	23,2
24	46,9	58,0	39,6	58,0	21,4
25	46,8	49,8	30,3	49,7	19,6
26	43,7	46,9	30,2	46,9	19,2
27	43,5	43,6	29,2	43,6	18,9
28	42,7	42,7	28,9	42,7	12,4
29	36,9	36,3	27,0	36,4	12,0
30	36,4	32,7	26,4	32,7	
31	32,8	31,7	26,3	31,8	
32	31,8	29,0	26,2	29,1	
33	31,1	27,1	26,1	27,2	
34	29,9	26,5	22,8	26,5	
35	29,0	26,3	21,7	26,3	
36	27,2	26,0	18,6	26,1	
37	26,6	25,9	18,3	25,9	
38	26,3	22,7	18,1	22,8	
39	26,0	22,8		22,7	
40	25,9	18,4		18,4	
41	25,7	18,2		18,2	
42	22,9	18,0		18,0	
43	22,8	17,8		17,8	
44	18,4	14,3		14,3	
45	18,2				
46	18,1				
47	17,8				
48	14,3				

Tabel 5. Hasil pengamatan DEPT  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz) senyawa GML-1, GML-2, GML-3, GML-4 dan GML-5.

Senyawa	$\delta$ - atom C (k)	$\delta$ - metin	$\Delta$ - metilen	$\delta$ - metil
GML-1	49,8; 58,1; 69,9; 116,0; 128,0; 132,2; 133,2; 135,4; 143,7; 148,3; 149,8; 194,0; 194,9; 199,0; 209,3	43,5; 43,7; 46,8; 46,9; 114,5; 116,6; 118,6; 120,3; 122,8; 123,9; 124,3;	22,8; 25,7; 26,6; 29,0; 29,9; 31,1; 31,8; 32,8; 36,4; 36,9; 42,7; 43,7; 112,9;	14,3; 17,8; 18,1; 18,2; 18,4; 22,9; 25,9; 26,0; 26,3; 27,2
GML-2	49,8; 58,0; 65,8; 69,9; 116,0; 128,1; 132,2; 133,1; 135,4; 143,6; 148,3; 149,8; 194,0; 194,7; 195,8; 198,9; 209,4;	43,6; 46,9; 114,5; 116,6; 118,6; 120,3; 122,8; 124,0; 124,4;	22,7; 26,5; 29,0; 31,7; 32,7; 36,3; 42,7; 112,8	14,3; 17,8; 18,0; 18,2; 18,4; 22,8; 25,9; 26,0; 26,3; 27,1
GML-3	46,6; ; 52,1; 68,9 87,1; 126,7; 131,2; 133,3; 133,9; 134,1; 145,9; 151,3; 171,4; 192,2; 194,4; 207,4;	43,8; 47,0; 115,6; 115,9; 121,5; 123,0; 123,7; 126,4	28,9; 29,2; 30,2; 30,3; 39,6	18,1; 18,3; 18,6; 21,7; 22,8; 26,1; 26,2; 26,3; 26,4; 27,0
GML-4	49,7; 58,0; 65,8; 69,9; 116,0; 128,0; 132,2; 133,2; 135,4; 143,6; 148,2; 149,8; 194,0; 194,9; 195,8; 199,0; 209,3	43,6; 46,9; 114,5; 116,6; 120,3; 122,8; 123,9; 124,3; 118,6	22,7; 26,5; 29,1; 31,8; 32,7; 36,4; 42,7; 112,9	14,3; 17,8; 18,0; 18,2; 18,4; 22,8; 25,9; 26,1; 26,3; 27,2;
GML-5	36,6; 42,4; 140,9	40,7; 50,3; 51,4; 56,1; 56,2; 56,9; 57,0; 72,0; 121,9; 129,4; 138,5;	23,2; 28,4; 31,8; 32,0; 34,0; 37,4; 39,8; 39,9; 42,5;	12,0; 12,4; 18,9; 19,2; 19,6; 21,4;

## 4.6. HASIL UJI BIOAKTIVITAS

### 4.6.1. Uji Toksisitas

Tabel 6. Hasil uji toksisitas (BSLT) fraksi-fraksi uji dan senyawa GML1-5.

Sampel	Konsentra si ( $\mu\text{g/mL}$ )	Jumlah Larva								Mortalitas (%)	LC <sub>50</sub> ( $\mu\text{g/mL}$ )
		Awal			Total	Mati			Total		
		I	II	III		I	II	III			
Fraksi heksana	10	10	10	10	30	1	1	1	3	7,89	57,07
	100	10	10	10	30	7	7	8	22	75,75	
	1000	10	10	11	31	10	10	10	30	100	
Fraksi aseton	10	10	11	10	31	2	1	0	3	5,17	185,26
	100	10	10	10	30	5	5	3	13	37,21	
	1000	10	10	10	30	7	5	8	20	78,26	
Fraksi etil asetat	10	10	10	10	30	0	0	0	0	0	184,78
	100	10	10	10	30	1	1	1	3	10	
	1000	10	10	10	30	10	10	10	30	100	
Fraksi aseton (partisi)	10	10	10	10	30	0	2	3	5	7,94	290,9
	100	10	10	11	31	5	5	4	14	36,54	
	1000	10	10	11	31	6	4	5	15	68,00	
Fraksi butanol	10	10	10	10	30	2	3	0	5	7,81	292,38
	100	10	10	10	30	4	3	3	10	30,61	
	1000	10	10	10	30	6	5	5	16	68,89	
Fraksi air	10	10	10	10	30	1	0	0	1	1,45	740,70
	100	10	10	10	30	2	2	3	7	17,02	
	1000	10	10	10	30	3	5	6	14	57,89	
GML-1	5	10	10	10	30	6	6	5	17	51,52	2,72
	10	10	10	10	30	9	10	8	27	93,62	
	40	10	10	10	30	10	10	10	30	100	
GML-2	5	10	10	10	30	7	8	4	19	59,38	1,64
	10	10	10	10	30	9	10	9	28	95,92	
	40	10	10	10	30	10	10	10	30	100	
GML-3	5	10	10	10	30	4	4	5	13	30,23	7,34
	10	10	10	10	30	7	6	7	20	71,74	
	40	10	10	10	30	10	9	8	27	95,24	
GML-4	5	10	10	10	30	7	6	5	18	58,06	1,68
	10	10	10	10	30	10	9	10	29	97,92	
	40	10	10	10	30	10	10	10	30	100	
GML-5	40	10	10	10	30	4	4	3	11	18,67	117,75
	100	10	10	10	30	4	3	5	12	38,24	
	200	10	10	10	30	7	5	3	15	63,07	
	300	10	10	10	30	8	8	5	21	87,32	

#### 4.6.2. Uji Antioksidan

Tabel 7. Hasil uji aktivitas antioksidan (metode DPPH) ) fraksi-fraksi uji dan Senyawa GML1-5.

Sampel	Konsentrasi (µg/mL)	Absorbans		% Inhibisi	Persamaan linier	IC <sub>50</sub> (µg/mL)
		Blanko	Sampel uji			
Fr. Heksana	30	1,632	0,894	45,22	y = 0,7843x + 24,449 r = 0,9152	32,57
	50		0,503	69,178		
	70		0,382	76,593		
	-		-	-		
Fr. Aseton	10	1,578	1,124	28,770	y = 1,1068x + 13,381 r = 0,9589	33,09
	30		0,976	38,149		
	50		0,432	72,623		
	70		0,141	91,065		
Fr. etil asetat	10	1,632	1,103	32,414	y = 0,9767x + 28,854 R2 = 0,9339	21,65
	30		0,565	54,779		
	50		0,296	81,863		
	70		0,130	92,034		
Fr. aseton (partisi)	10	1,632	1,467	10,110	y = 1,3925x + 5,9283 r = 0,8805	31,65
	30		0,738	54,779		
	50		0,153	90,625		
	70		0,147	90,993		
Fr. Butanol	10	1,578	1,223	22,494	y = 1,2624x + 6,3498 r = 0,9831	34,58
	30		0,978	38,023		
	50		0,453	71,293		
	70		0,070	95,564		
Fr. Air	10	1,578	1,231	21,989	y = 1,2139x + 8,6217 r = 0,9927	34,09
	30		0,867	45,057		
	50		0,543	65,589		
	70		0,062	96,071		
GML-1	30	1,632	0,632	61,275	y = 0,7528x + 41,198 r = 0,9871	13,92
	50		0,302	81,495		
	70		0,115	92,953		
GML-2	10	1,632	0,895	45,159	y = 0,8189x + 39,684 r = 0,9507	12,59
	30		0,569	65,135		
	50		0,212	87,009		
	70		0,123	92,463		
GML-3	10	1,578	1,01	35,995	y = 1,4005x + 17,406 r = 0,9256	23,27
	30		0,785	50,253		
	50		0,126	92,015		
	-		-	-		
GML-4	10	1,578	0,837	46,958	y = 0,7912x + 38,964 r = 0,9991	13,95
	30		0,597	62,167		
	50		0,326	79,341		
	70		0,095	93,979		
GML-5	10	1,632	1,325	18,811	y = 0,6287x + 12,874 r = 0,9908	59,05
	30		1,124	31,127		
	40		0,872	46,568		
	70		0,725	55,576		
Vit- C	5	1,578	0,965	38,846	y = 3,7605x + 18,029 r = 0,9909	8,50
	10		0,732	53,612		
	15		0,435	72,433		
	20		0,075	95,247		
	25		0,030	98,098		

#### 4.7. PEMBAHASAN

Hasil isolasi senyawa dari ekstrak *n*-heksana dan aseton kulit batang *G. maluensis Lauterb* diperoleh 5 senyawa yaitu GML-1, GML-2, GML-3, GML-4, dan GML-5. Untuk menentukan struktur molekul senyawa hasil isolasi dilakukan analisis meliputi : Spektrofotometri Ultra Violet Visible (UV-VIS) untuk mengetahui adanya ikatan rangkap terkonjugasi; spektrofotometri Infra Merah (IR) dengan menggunakan plat KBr untuk mengetahui ada tidaknya gugus-gugus fungsional; spektrometri Massa untuk mengetahui bobot molekul; Spektrometri Resonansi Magnet Inti Proton ( $^1\text{H-NMR}$ ) dan Inti Karbon ( $^{13}\text{C-NMR}$ ) serta data spektroskopi NMR-2D meliputi HMQC, dan HMBC untuk mengetahui jumlah proton dan karbon atau jumlah metil, metilen, metin, karbon kwarterner serta letak proton dan karbon dalam molekul.

Penentuan struktur molekul senyawa-senyawa GML1 – 5 dilakukan berdasarkan analisa data-data spektroskopi dan dibandingkan dengan data pustaka senyawa-senyawa yang telah dikenal atau diisolasi sebelumnya serta dibandingkan dengan hasil perhitungan dalam database *chem office* (hasil perhitungan), dari data berat molekul dan rumus molekul dicari melalui *chemical abstract*.

##### 4.7.1. Senyawa GML-1

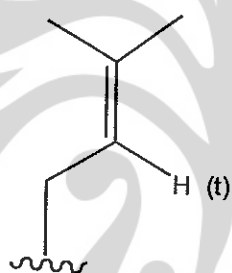
Senyawa GML-1 berupa kristal jarum kuning terang dengan titik leleh  $105-107^{\circ}\text{C}$ . Spektrum infra merah (Lampiran 2) (Tabel 2) memberikan pita serapan pada daerah bilangan gelombang ( $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ ) 3530 (tajam) dan 3250-3198 (lebar) menunjukkan adanya vibrasi ulur dari

gugus hidroksi (-OH) bebas dan terkonjugasi, hal ini diperkuat dengan adanya vibrasi tekuk dari gugus ini pada bilangan gelombang 1294 (tajam). Adanya pita serapan pada bilangan gelombang 2920 (tajam) merupakan vibrasi ulur dari ikatan asimetrik gugus C-H (CH<sub>3</sub>), didukung adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1528 yang merupakan vibrasi tekuk dari gugus metil. Adanya pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1730 cm<sup>-1</sup> (tajam) menunjukkan gugus karbonil (>C=O) tidak terkonjugasi dan pada bilangan gelombang 1634 cm<sup>-1</sup> merupakan pita absorpsi dari gugus karbonil (>C=O) yang terkonjugasi. Dari hasil pengukuran spektrofotometri IR dapat kesimpulan bahwa senyawa GML-1 mengandung gugus hidroksil (-OH) bebas dan terkonjugasi, gugus karbonil (>C=O) terkonjugasi dan nonkonjugasi, dan gugus-gugus metil.

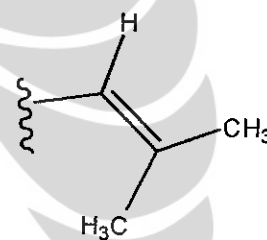
Dari spektrum massa LC-MS (Lampiran 3) di ketahui senyawa GML-1 mempunyai dua puncak dengan masing-masing [M<sup>+</sup>] = 602,89 dan 600,87 (masing-masing BM dihitung 602 dan 600). Dari hasil ini diduga GML-1 masih mengandung dua senyawa dengan selisih dua proton (2H).

Spektrum resonansi magnet inti proton (Lampiran 4) pada pergeseran kimia (masing-masing singlet) dua gugus metil pada karbon jenuh pada daerah  $\delta_H = 1,01$  ppm (3H,s) dan 1,17 ppm (3H,s). Enam gugus metil pada  $\delta_H = 1,54; 1,59; 1,67; 1,70; 1,74$  dan 1,80 ppm (masing-masing 3H, s). Metil singlet pada 1,54 ppm sebagai metil dari -CH<sub>2</sub>=C(CH<sub>3</sub>)-. Adanya sepuluh gugus metil diperlihatkan pada <sup>13</sup>C-NMR (Lampiran 5) di daerah  $\delta_C = 14,3; 17,8; 18,1; 18,2; 18,4; 22,9; 25,9; 26,0; 26,3;$  dan 27,2 ppm. Adanya tiga triplet pada daerah  $\delta_H = 5,10$  (1H, *t*, *b*); 5,04 (1H, *t*) dan 4,93 ppm (1H, *t*) menunjukkan adanya 3 proton olefinik

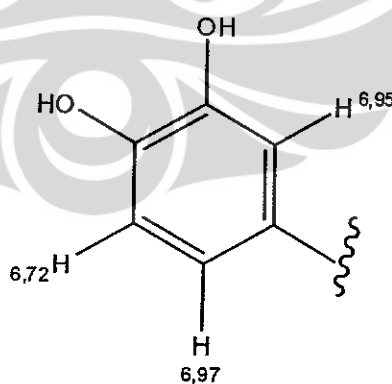
bertetangga dengan metilen ( $>C=CH-CH_2$ ). Hal ini didukung dengan data  $^{13}C$ -NMR pada pergeseran kimia  $\delta_C = 120,3; 122,8; 124,0$  ppm yang diperkirakan ada 3 gugus isoprenil. Adanya dua singlet pada daerah  $\delta_H = 4,37$  (1H, s) dan 4,42 ppm (1H, s) menunjukkan gugus eksometilen  $CH_2=C(CH_3)-$ , dan adanya dua puncak singlet masing-masing pada  $\delta_H = 6,47$  (1H, s, b) dan 6,82 ppm (1H, s) diperkirakan adanya gugus  $-OH$  fenolik. Adanya C-H aromatis dengan gandengan orto pada  $\delta_H = 6,72$  (1H, d,  $J=8,55$ ) dengan 6,97 (1H, dd,  $J=8,55; J=1,80$ ) dan C-H aromatis pada 6,95 (1H, d,  $J=1,80$ ) yang berarti tidak berpasangan.



3 isoprenil



1 eksometilen

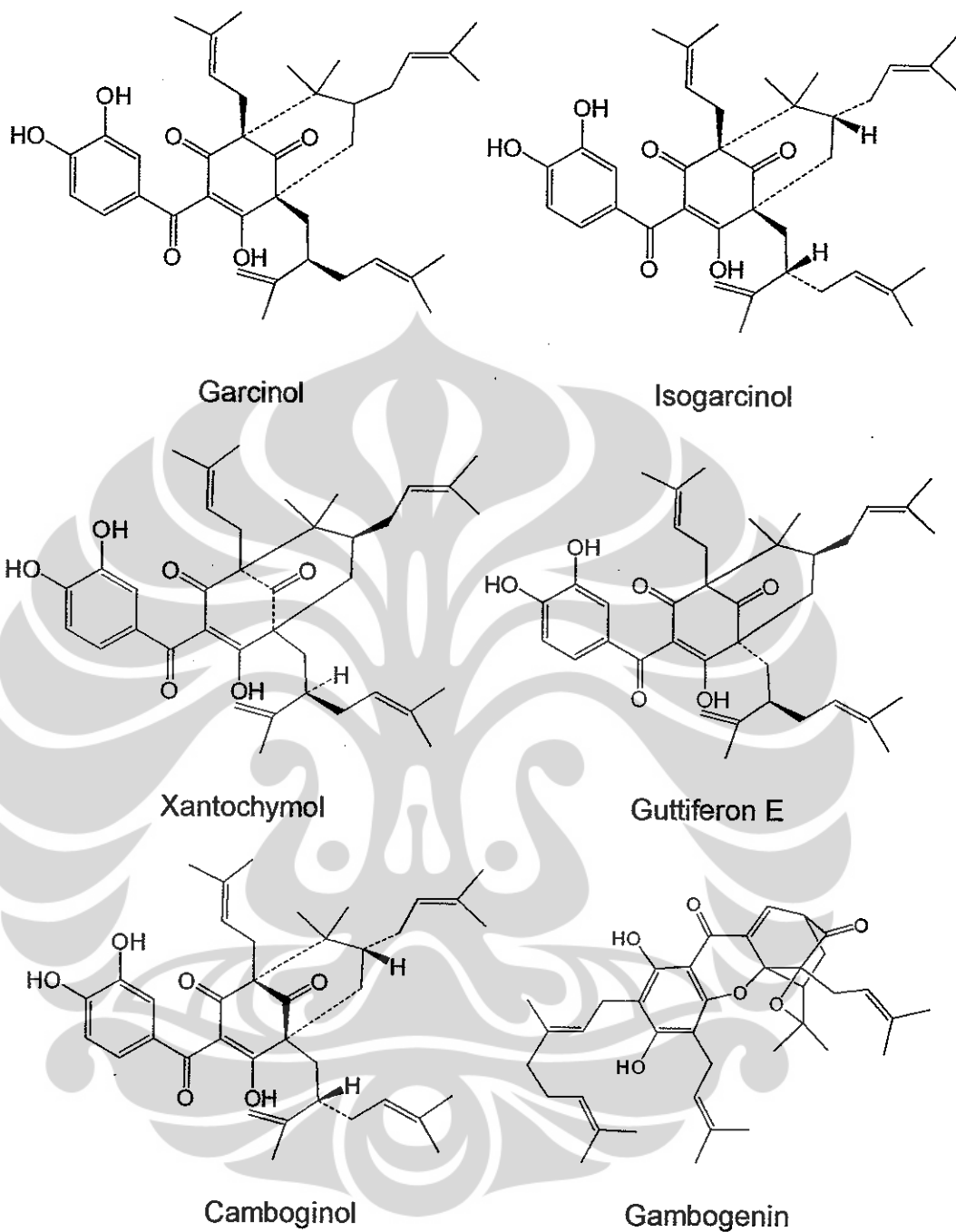


C-H aromatis



Data spektrum DEPT  $^{13}\text{C}$ -NMR (Lampiran 6) memperlihatkan GML-1 mengandung 40 atom karbon yang terdiri dari 15 atom karbon kuarternar ( $\delta_{\text{C}} = 49,8; 58,1; 69,9; 116,0; 128,0; 132,2; 133,2; 135,4; 143,7; 148,3; 149,8; 194,0; 194,9; 199,0; 209,3$ ). Delapan atom karbon metin ( $\delta_{\text{C}} = 43,7; 46,9; 114,5; 116,6; 120,3; 122,8; 123,9; 124,3$ ). Tujuh atom karbon metilen ( $\delta_{\text{C}} = 26,6; 29,0; 29,9; 32,8; 36,4; 42,7; 112,9$ ). Sepuluh atom karbon metil ( $\delta_{\text{C}} = 14,3; 17,8; 18,1; 18,2; 18,4; 22,9; 25,9; 26,0; 26,3; 27,2$ ). Dengan selisih dua proton, masing-masing dengan berat molekul 602 dan 600 maka diduga masing-masing senyawa dalam GML-1 mempunyai rumus molekul  $\text{C}_{38}\text{H}_{50}\text{O}_6$  (BM=602) dan  $\text{C}_{38}\text{H}_{48}\text{O}_6$  (BM=600). Data ini menunjukkan bahwa GML-1 mengandung poliisoprenilbenzofenon dengan tiga gugus isoprenil dan satu gugus eksometilen.

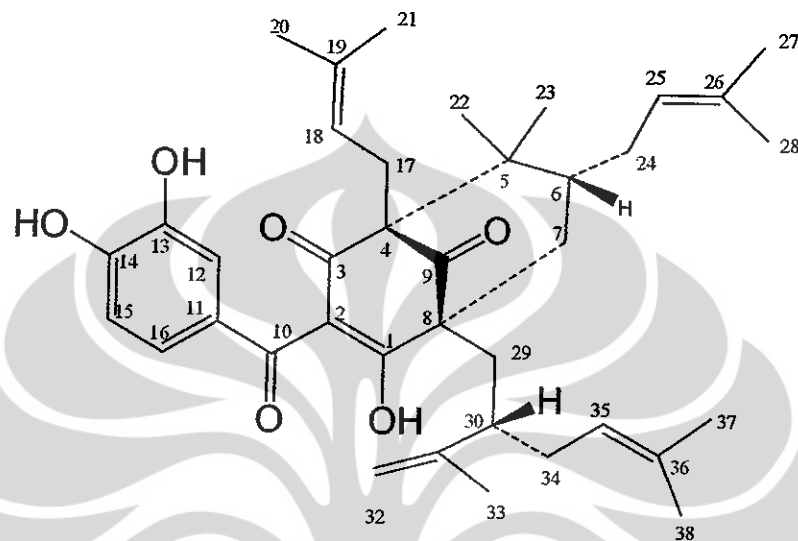
Langkah selanjutnya adalah membandingkan data-data spektroskopi GML-1 dengan senyawa yang sudah dikenal. Senyawa-senyawa poliisoprenilbenzofenon yang sudah dikenal dengan berat molekul 600 ( $\text{C}_{38}\text{H}_{48}\text{O}_6$ ) dan 602 ( $\text{C}_{38}\text{H}_{50}\text{O}_6$ ) adalah garcinol, isogarcinol, cambogin, camboginol, xantochymol, isoxantochymol, guttiferon-A, guttiferon-E, guttiferon-F dan gambogenin (Rama. R. A.V, et al, 1978; Gustafson K. R., et al, 1992; Nilar L. H., 2005). Diantara senyawa tersebut yang mengandung gugus eksometilen adalah garcinol, isogarcinol, xantochymol, guttiferon E, dan camboginol yang strukturnya seperti berikut :



Dari perbandingan data spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa-senyawa yang sudah dikenal dengan pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$ -NMR GML-1 memberikan gambaran bahwa GML-1 diperkirakan mengandung kemiripan pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$ -NMR dengan camboginol. Maka diduga

$C_{38}H_{50}O_6$  dari campuran GML-1 adalah camboginol (GML-1a) (Tabel 9).

Pada *G. maluensis* Lauterb ini baru pertama kali dilaporkan.



Gambar 4. Senyawa GML-1a = Camboginol

Tabel 8. Tabulasi Spektrum NMR Proton dan karbon serta DEPT, HMQC dan HMBC (CDCl<sub>3</sub>, 500 dan 125 MHz) senyawa GML-1.

No.	<sup>13</sup> C	<sup>13</sup> C DEPT	HMQC <sup>1</sup> H	HMBC	
				<sup>1</sup> H	<sup>13</sup> C
1	209,3	C	-	2,11; (2,36; 2,38); 2,74	42,7; 43,7
2	208,6	C	-	2,17; 2,78; 2,74	43,7
3	199,0	C	-	2,09	
4	194,9	C	-		
5	194,0	C	-		
6	149,8	C	-	6,97	123,9
7	148,3	C	-	1,54; 1,73	17,8; 18,4
8	143,7	C	-	6,97; 6,62	123,9; 114,5
9	135,4	C	-	1,73; 1,80	18,4; 26,3
10	133,2	C	-	1,70; 1,54; 1,44	
11	132,2	C	-	1,69; 1,60	26,0; 17,8; 46,9
12	128,0	C	-	6,62	18,2; 18,1
13	124,3	CH	6,97 (H, dd, J=8,55; J=1,80)		115,5
14	123,9	CH	4,93 (H, t, b)	6,97; 1,70; 1,54; 1,44	124,3; 26,0; 17,8; 46,9
15	123,6	CH	4,85 (H, t, b)		
16	122,8	CH	5,04 (H, t)	1,69; 1,60	18,2; 18,1
17	120,3	CH	5,10 (H, d, J=5,50)	1,73; 1,80	18,4; 26,3
18	118,6				
19	116,6	CH	6,95 (H, d, J=1,80)	6,97	124,3
20	116,4				
21	116,0	C	-		
22	115,1				
23	114,5	CH	6,62 (H, d, J=7,95); 6,72 (d, J=8,55)	1,54	17,8 dan 25,9
24	112,9	CH <sub>2</sub>	4,37 (H, s); 4,42 (H, s)	1,54; 1,73; 1,53; 2,74	17,8; 18,4; 25,9; 43,7
25	69,9	C	-	1,01; 1,17	27,2; 22,9
26	58,1	C	-		
27	49,8	C	-		
28	46,9	CH	1,44 (s)	2,36; 2,38	42,7
29	43,7	CH	2,74 (m)	1,17; 1,33	22,9
30	42,7	CH <sub>2</sub>	2,36 (s); 2,38 (s); 2,06 (dd); 2,08 (dd)	(4,37; 4,42); 1,53	112,9; 25,9
31	36,4	CH <sub>2</sub>	1,88 (d, J=3,70); 1,91 (d, J=3,70)		
32	32,8	CH <sub>2</sub>	1,98 (m); 2,09 (m)		
33	31,8	CH <sub>2</sub>			
34	29,9	CH <sub>2</sub>	1,25 (3H, s)		
35	29,0	CH <sub>2</sub>	2,12 (m); 2,17 (m)	2,06	42,7
36	27,2	CH <sub>3</sub>	1,01 (3H, s)	1,33; -; 1,44	69,9; 46,9
37	26,6	CH <sub>2</sub>	1,74; 1,59	1,17	22,9
38	26,3	CH <sub>3</sub>	1,80 (3H, s);	1,91;	36,4;
39	26,0	CH <sub>3</sub>	1,70 (3H, s)		
40	25,9	CH <sub>3</sub>	1,53 (3H, s)	1,60; (4,37; 4,42); 4,85;	18,1; 112,9; 123,9;
41	22,9	CH <sub>3</sub>	1,33 (H, s); 1,17 (3H, s)	1,01; -; 1,44	27,2; 69,9; 46,9
42	18,4	CH <sub>2</sub>	1,73 (3H, s)		
43	18,2	CH <sub>3</sub>	1,69 (3H, s)		
44	18,1	CH <sub>3</sub>	1,60 (3H, s)	1,80; 1,88; 1,70	26,3; 36,4; 26,0
45	17,8	CH <sub>3</sub>	1,54 (3H, s)	1,42; 1,48; (4,37; 4,42); 4,85; -; -	112,9; 123,9; 133,2; 148,3;
46	14,3	CH <sub>3</sub>	0,88 (3H, s)		

Tabel 9. Data perbandingan pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz) GML-1 dan camboginol.

Posisi C	GML-1		Camboginol
	$\delta_{\text{H}}$ (JHz)	$\delta_{\text{C}}$ (type C)	$\delta_{\text{C}}$ (type C)
1	-	194,0	194,1 (C)
2	-	116,0	116,0 (C)
3	-	194,7	195,1 (C)
4	-	69,9	69,8 (C)
5	-	49,8	49,6 (C)
6	1,44 (1H, s)	46,9	47,0 (CH)
7	2,36; 2,38 (2H, m)	42,7	42,8 (CH <sub>2</sub> )
8	-	58,0	58,0 (C)
9	-	209,4	209,1 (C)
10	-	198,9	198,9 (C)
11	-	128,1	127,8 (C)
12	6,95 (1H, b)	116,6	116,6 (CH)
13	-	143,6	143,8 (C)
14	-	149,8	150,0 (C)
15	6,62 (1H, d, J=7,95)	114,5	114,4 (CH)
16	6,97 (1H, d, J=8,55)	124,3	120,2 (CH)
17	1,59; 1,74 (2H, m)	26,6	27,0 (CH <sub>2</sub> )
18	5,04 (1H, t)	122,8	122,7 (CH)
19	-	132,2	132,0 (C)
20	1,53 (3H, s)	25,9	26,0 (CH <sub>3</sub> )
21	1,60 (3H, s)	18,1	18,2 (CH <sub>3</sub> )
22	1,17 (3H, s)	22,9	17,3 (CH <sub>3</sub> )
23	1,01 (3H, s)	27,2	26,5 (CH <sub>3</sub> )
24	2,12; 2,17 (2H, m)	29,0	29,0 (CH <sub>2</sub> )
25	4,85 (1H, t)	123,9	124,2 (CH)
26	-	133,2	132,6 (C)
27	1,80 (3H, s)	26,3	25,8 (CH <sub>3</sub> )
28	1,69 (3H, s)	18,2	17,9 (CH <sub>3</sub> )
29	1,98; 2,09 (2H, m)	32,8	32,7 (CH <sub>2</sub> )
30	2,74 (1H, s)	43,7	43,3 (CH)
31	-	148,3	148,1 (C)
32	4,37; 4,42 (2H, s)	112,9	112,7 (CH <sub>3</sub> )
33	1,54 (3H, s)	17,8	22,7 (CH <sub>3</sub> )
34	1,88; 1,91 (2H, m)	36,4	36,3 (CH <sub>2</sub> )
35	5,10 (1H, b)	120,3	124,0 (CH)
36	-	135,4	135,3 (C)
37	1,70 (3H, s)	26,0	25,8 (CH <sub>3</sub> )
38	1,73 (3H, s)	18,4	17,9 (CH <sub>3</sub> )

#### 4.7.2. Senyawa GML-2 dan GML-4

Senyawa GML-2 dan GML-4 berupa kristal jarum kuning pucat kehijauan dengan titik leleh 80-81°C. Dilihat dari pola spektrum IR,  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$ -NMR senyawa GML-2 dan GML-4 (Tabel 2 dan 4), keduanya mempunyai bilangan gelombang dan pergeseran kimia yang sama. Hal ini didukung oleh titik leleh kedua senyawa ini juga sama. Berdasarkan hal tersebut diduga keduanya merupakan senyawa yang sama.

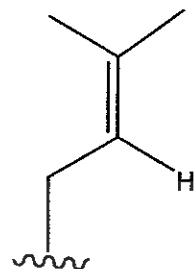
Spektrum infra merah GML-2 dan 4 (Lampiran 10 dan 20) (Tabel 2) memberikan pita serapan pada daerah bilangan gelombang ( $\nu$ ,  $\text{cm}^{-1}$ ) 3524 (tajam) dan 3325-3200 (lebar) menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus hidroksi (-OH) bebas dan terkonjugasi, hal ini diperkuat dengan adanya vibrasi tekuk dari gugus ini pada bilangan gelombang 1288 (tajam). Adanya pita serapan pada bilangan gelombang 2922 (tajam) merupakan vibrasi ulur asimetrik ikatan C-H (-CH<sub>3</sub>), didukung adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1530 yang merupakan vibrasi tekuk dari gugus metil. Adanya pita serapan pada daerah bilangan gelombang 1724  $\text{cm}^{-1}$  (tajam) menunjukkan gugus karbonil (>C=O) tidak terkonjugasi dan pada bilangan gelombang 1638  $\text{cm}^{-1}$  merupakan pita absorpsi dari gugus karbonil (>C=O) yang terkonjugasi. Dari hasil pengukuran spektrofotometri IR dapat diperkirakan bahwa senyawa GML-2 dan GML-4 mengandung gugus hidroksil (-OH) bebas dan terkonjugasi, gugus karbonil (>C=O) terkonjugasi dan nonkonjugasi, serta gugus-gugus metil.

Dari hasil pengukuran berat molekul menggunakan LC-MS (Lampiran 11, 12 dan 13) diperoleh dua puncak seperti halnya pada senyawa GML-1. Puncak-puncak sinyal menunjukkan ( $M^+$ ) = 602, 8 dan

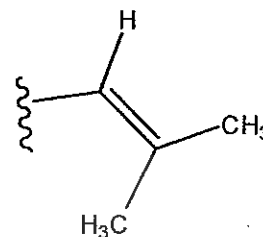
600,8 (BM masing-masing dihitung 602 dan 600). Berdasarkan hasil ini diduga GML-2 dan GML-4 mengandung dua senyawa.

Spektra resonansi magnet inti proton dan data HMQC GML-2 (Lampiran 14 dan 17) dan GML-4 (Lampiran 21 dan 24) pada pergeseran kimia (masing-masing singlet) dua gugus metil pada karbon jenuh pada daerah  $\delta_H = 1,00$  ppm (3H,s) dan 1,16 ppm (3H,s). Enam gugus metil pada  $\delta_H = 1,54$  ( $\delta_C = 26,3$  ppm); 1,60; 1,66; 1,69; 1,73 dan 1,80 ppm (masing-masing 3H, s). Metil singlet pada 1,54 ppm ( $\delta_C = 17,8$  ppm) sebagai metil dari  $-\text{CH}_2=\text{C}(\underline{\text{CH}_3})-$ . Dan satu metil pada  $\delta_H = 0,88$  ( $\delta_C = 14,3$  ppm) yang merupakan metil pada gugus alifatik. Adanya sepuluh gugus metil diperlihatkan pada  $^{13}\text{C}$ -NMR (Lampiran 12<sup>a</sup> dan 22<sup>b</sup>) di daerah  $\delta_C = 14,3$ ; 17,8; 18,1; 18,2; 18,4; 22,8; 25,9; 26,0; 26,3; dan 27,1 ppm. Adanya empat triplet pada daerah  $\delta_H = 4,84$  (1H, *t*); 4,93 (1H, *t*); 5,01 (1H, *t*); 5,10 ppm (1H, *t, b*) menunjukkan campuran ini diduga mengandung proton olefinik bertetangga dengan metilen ( $>\text{C}=\underline{\text{CH}}-\text{CH}_2$ ). Adanya dua singlet pada daerah  $\delta_H = 4,37$  (2H, *s*) dan 4,42 ppm (2H, *s*) menunjukkan gugus eksometilen  $\underline{\text{CH}_2}=\text{C}(\text{CH}_3)-$ , dan adanya dua puncak singlet masing-masing pada  $\delta_H = 6,47$  (1H, *s, b*) dan 6,88 ppm (1H, *s, b*) (GML-2);  $\delta_H = 6,46$  (1H, *s, b*) dan 6,79 ppm (1H, *s, b*) (GML-4) menunjukkan adanya gugus  $-\text{OH}$  fenolik. Adanya H aromatis pada  $\delta_H = 6,64$  (1H, *d, J=7,95*); 6,75 (1H, *d, J=8,55*); 6,97 (1H, *d, J=1,8*) dan 6,99 (1H, *dd, J=7,95; J=7,95*) (GML-2). Pada GML-4 pergeseran kimia H aromatis pada  $\delta_H = 6,62$  (1H, *d, J=7,95*); 6,73 (1H, *d, J=8,55*); 6,87 (1H, *d, J=1,85*); 6,94 (1H, *d, J=1,85*); 6,96 (1H, *dd, J=7,95; J=1,80*) dan 7,11 (1H, *dd, J=8,55; J=1,80*). Dengan demikian

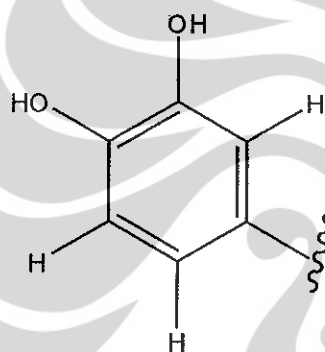
diperkirakan GML-2 dan GML-4 mengandung penggalan-penggalan molekul seperti berikut :



isoprenil



eksometilen



C-H aromatis



Metil alifatik

Data spektrum DEPT  $^{13}\text{C}$ -NMR (Lampiran 16 dan 23) (Tabel 5) memperlihatkan GML-2 dan GML-4 mengandung 44 atom karbon yang terdiri dari 18 atom karbon kuartener ( $\delta_{\text{C}} = 49,8; 58,0; 65,8; 69,9; 116,0; 128,1; 132,2; 133,1; 135,4; 143,6; 148,3; 149,8; 194,0; 194,7; 195,8; 198,9; 209,4$ ). Sembilan atom karbon metin ( $\delta_{\text{C}} = 43,6; 46,9; 114,5; 116,6; 118,6; 120,3; 122,8; 124,0; 124,4$ ). Delapan atom karbon metilen ( $\delta_{\text{C}} = 22,8; 26,5; 29,0; 31,7; 32,7; 36,3; 42,7; 112,8$ ). Sepuluh atom karbon metil ( $\delta_{\text{C}} = 14,3; 17,8; 18,1; 18,2; 18,4; 22,9; 25,9; 26,0; 26,3; 27,1$ ). Data ini menunjukkan bahwa GML-2 dan GML-4 merupakan



poliisoprenilbenzofenon dengan dua rangka benzofenon, tiga gugus isoprenil, satu gugus eksometilen dan C-H alifatik.

Spektra HMQC (Lampiran 17 dan 24) dan HMBC (Lampiran 18 dan 25) (Tabel 10) GML-2 dan GML-4 memperlihatkan bahwa proton aromatik  $\delta_H$  6,64<sup>a</sup>; 6,62<sup>b</sup> berkorelasi kuat dengan C-14 ( $\delta_C$  149,8), C-13 ( $\delta_C$  143,6), C-11 ( $\delta_C$  128,1), C-12 ( $\delta_C$  124,4), hal ini menunjukkan bahwa proton aromatik  $\delta_H$  6,64<sup>a</sup>; 6,62<sup>b</sup> terikat pada C-15 ( $\delta_C$  114,5). Data ini memperlihatkan keberadaan gugus hidroksi pada C-13 dan C-14. Dengan demikian dua proton aromatik lainnya pada  $\delta_H$  6,99<sup>a</sup>; 6,97<sup>b</sup> dan 6,97<sup>a</sup>; 6,94<sup>b</sup> merupakan H-12 dan H-16, dimana data HMBC menunjukkan H-12 berkorelasi dengan C-14 dan H-16 berkorelasi dengan C-13, C-14 dan C-2 ( $\delta_C$  116,0). Dari data HMBC juga memberikan gambaran bahwa proton metilen ( $\delta_H$  2,72; 2,76, H-17) dari gugus prenil pertama berkorelasi dengan C-3 ( $\delta_C$  194,7<sup>a</sup>; 194,9<sup>b</sup>), C-4 ( $\delta_C$  69,9), C-9 ( $\delta_C$  209,4), C-18 ( $\delta_C$  122,8), C-19 ( $\delta_C$  132,2), mengindikasikan bahwa gugus prenil ini berada pada C-4. Hal ini didukung oleh posisi dua metil ( $\delta_H$  1,66 dan 1,60) yang masing-masing terikat pada C-20 ( $\delta_C$  25,9) dan C-21 ( $\delta_C$  18,1), dimana keduanya berkorelasi dengan C-18 dan C-19. Posisi proton dimetil geminal ( $\delta_H$  1,15; H-22 dan 1,01; H-23) pada C-5 ( $\delta_C$  49,8), dari data HMBC berkorelasi dengan C-4, C-5 dan C-6 ( $\delta_C$  46,9). Korelasi HMBC antara proton metilen ( $\delta_H$  2,03; 2,06; H-24) dari gugus prenil kedua dengan C-5, C-6, C-25 ( $\delta_C$  124,0), dan C-26 ( $\delta_C$  133,1) menunjukkan bahwa gugus prenil kedua berada pada C-6. Dari spektra HMQC diketahui bahwa karbon pada  $\delta_C$  42,7 mengikat proton metilen ( $\delta_H$  2,35; 2,38) yang

merupakan H-7 dan dari data HMBC berkorelasi dengan C-8 ( $\delta_C$  58,0) dan C-9. Proton metilen lain ( $\delta_H$  2,10; 2,16) yang merupakan H-29 berkorelasi dengan C-7, C-8, C-9, C-1 ( $\delta_C$  193,4), C-30 ( $\delta_C$  43,6), dan C-31 ( $\delta_C$  148,3). Keberadaan proton metilen dari gugus prenil ketiga ( $\delta_H$  1,41; 1,46; H-34) berkorelasi dengan C-35 ( $\delta_C$  120,3), C-36 ( $\delta_C$  135,4) menunjukkan bahwa gugus ini terletak pada C-30. Hal ini didukung oleh proton dua metil ( $\delta_H$  1,80 dan 1,73; H-37 dan H-38) yang berkorelasi dengan C-35 dan C-36. Adanya proton eksometilen ( $\delta_H$  4,37; 4,41) pada posisi C-32 ( $\delta_C$  112,9) ditunjukkan dengan tegas dari data HMQC yang didukung oleh korelasi HMBC proton ini dengan C-30 dan C-33 ( $\delta_C$  17,8).

Dari data-data spektrum IR, LC-MS dan spektrum  $^1H$  serta  $^{13}C$ -NMR (HMQC dan HMBC) dapat diduga bahwa GML-2 dan GML-4 salah satu campuran senyawanya yang mempunyai berat molekul 602 mengandung 15 karbon kuarterner, 8 metin, 6 metilen dan 9 metil. Dengan demikian mempunyai 38 atom C, 50 atom H dan 6 atom O, sehingga memberikan rumus molekul  $C_{38}H_{50}O_6$ . Dengan membandingkan data-data spektrum proton dan karbon NMR serta spektra NMR dua dimensi (HMQC dan HMBC) GML-2 dan GML-4 di atas terhadap senyawa yang sudah dikenal, ternyata pergeseran kimia  $^1H$  dan  $^{13}C$ -NMR senyawa tersebut sama dengan camboginol (Tabel 11). Maka diduga GML-2 dan GML-4 mengandung camboginol (Gambar 4).

Tabel 10. Data spektrum  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$ -NMR, DEPT, HMQC serta HMBC ( $\text{CDCl}_3$ , 500 dan 125 MHz) GML-4.

No.	$^{13}\text{C}$	$^{13}\text{C}$ DEPT	HMQC $^1\text{H}$	HMBC	
				$^1\text{H}$	$^{13}\text{C}$
1	209,4	C	-	2,10; 2,16; 2,34; 2,38; 2,73	29,0; 42,7; 43,6
2	198,9	C	-	2,35; 2,38; 2,07; 1,85; 1,89; 1,94	
3	195,8	C	-	6,87; 7,12	116,6; 124,3
4	194,7	C	-		
5	194,0	C	-	6,94; 6,97	116,6; 124,4
6	149,8	C	-	5,81; 6,49; 6,62; 6,82; 6,94; 6,97	114,5; -, 116,6; 124,4
7	149,5	C	-	6,73; 6,87; 7,12	114,6; 116,6; 124,2
8	148,3	C	-	1,53; 1,73; 1,86; 1,89; 1,93; 1,99; 2,06; 2,17	
9	143,6	C	-	6,49; 6,62; 6,82; 6,94	- ; 114,6 ; - ; 116,6
10	143,1	C	-	6,87; 6,73	116,6; 114,6
11	135,4	C	-	1,54; 1,69; 1,80; 1,73; 2,72; 2,77	26,0; 18,4
12	133,1	C	-	1,54; 1,69; 1,43; 1,91; 1,97	26,3; 18,2; 46,9
13	132,2	C	-	1,66; 1,60; 1,99; 2,06	25,9; 18,1
14	128,1	C	-	6,62	114,6
15	124,3	CH	6,97 (1H, dd, $J=7,95$ ; $J=1,80$ ); 7,12 (1H, dd, $J=1,80$ )	6,94; 7,12	116,6
16	124,0	CH	4,92 (1H, t)	1,54; 1,69; 1,43; 1,91; 1,97	26,3; 18,2; 46,9
17	123,6			1,42	46,9
18	122,8	CH	5,04 (1H, b)	1,66; 1,60; 1,99; 2,06	25,9; 18,1
19	120,3	CH	5,09 (1H, t)	1,80; 1,73; 2,77	26,0; 18,4
20	118,6	CH		2,72; 1,54; 1,69	26,3; 18,2
21	116,6	CH	6,94 (1H, d, $J=1,80$ ); 6,87 (1H, d, $J=1,80$ )	6,97; 7,12	124,3
22	116,0	C	-	6,94	116,6
23	114,6	CH	6,62 (1H, d, $J=7,95$ ); 6,73 (1H, d, $J=8,55$ )	6,78; 6,45	
24	112,8	$\text{CH}_2$	4,37; 4,41 (2H, s)	1,74; 1,53	
25	69,9	C	-	1,16; 1,01; 1,33	22,8; 27,1; 22,7
26	65,8	C	-	2,72	
27	61,9	C	-		
28	58,0	C	-	2,34; 2,38; 2,17; 2,06; 2,12; 1,89	42,7
29	49,8	C	-	2,34; 2,38; 2,17; 2,19	42,7
30	46,9	CH	1,43 (1H, s)	1,15; 1,01; 2,35; 2,38; 2,17; 2,19; 2,06; 1,91; 1,96	22,8; 27,1; 42,7

Tabel 10. Lanjutan

31	43,6	CH	2,73 (1H, s)	4,36; 4,41; 2,13; 2,17; 1,99; 2,06; 1,73; 1,53	112,9
32	42,7	CH <sub>2</sub>	2,34; 2,38 (2H, m)		
33	36,3	CH <sub>2</sub>	1,41; 1,46 (2H, m)		
34	32,7	CH <sub>2</sub>	1,96 (2H, m); 2,09 (2H, m)		148,3; 132,2; 122,8
35	31,7	CH <sub>2</sub>	2,09 (2H, m); 1,26 (2H, m)	0,88; 1,29; 5,01	148,3; 132,2; 122,8; 14,3
36	29,0	CH <sub>2</sub>	2,18; 2,12 (2H, m); 1,91 (2H, m)	2,34; 2,38	42,7; 148,3; 133,2
37	27,1	CH <sub>3</sub>	1,01 (3H, s)	1,15; 1,33; 1,16; 0,88	22,9; 22,8
38	26,5	CH <sub>2</sub>	2,54; 2,58 (2H, m)		
39	26,3	CH <sub>3</sub>	1,54 (3H, s)	1,92	
40	26,0	CH <sub>3</sub>	1,80 (3H, s)	1,73; 4,93; 1,69; 1,73; 1,78; 1,84	18,4; 124,0
41	25,9	CH <sub>3</sub>	1,66 (3H, s)	1,60; 5,04; 1,54; 1,60; 1,43;	18,1; 122,8
42	22,7	CH <sub>2</sub>	1,28; 1,33 (2H, m)	0,88	14,3
43	22,8	CH <sub>3</sub>	1,16 (3H, s)	1,01	27,1
44	18,4	CH <sub>3</sub>	1,73 (3H, s)	4,78; 4,83; 1,80;	
45	18,2	CH <sub>3</sub>	1,69 (3H, s)	5,04; 1,80; 1,60	122,8
46	18,1	CH <sub>3</sub>	1,60 (3H, s)	4,92; 1,66; 1,7	124,0
47	17,8	CH <sub>3</sub>	1,54 (3H, s)	4,37; 4,41; 1,41; 1,46	112,9; 36,3
48	14,3	CH <sub>3</sub>	0,88 (3H, s)	1,01; 1,33	27,1; 22,7

Tabel 11. Data perbandingan pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz) GML-2, GML-4 dan camboginol.

Posisi C	GML-2		GML-4		Camboginol
	$\delta_{\text{H}}$ (JHz)	$\delta_{\text{C}}$ (tipe C)	$\delta_{\text{H}}$ (JHz)	$\delta_{\text{C}}$ (tipe C)	$\delta_{\text{C}}$ (tipe C)
1	-	194,0	-	194,0	194,1 (C)
2	-	116,0	-	116,0	116,0 (C)
3	-	194,7	-	194,7	195,1 (C)
4	-	69,9	-	69,9	69,8 (C)
5	-	49,8	-	49,8	49,6 (C)
6	1,43 (1H, s)	46,9	1,43 (1H, s)	46,9	47,0 (CH)
7	2,34; 2,38 (2H, m)	42,7	2,35; 2,39 (2H, m)	42,7	42,8 (CH <sub>2</sub> )
8	-	58,0	-	58,0	58,0 (C)
9	-	209,4	-	209,4	209,1 (C)
10	-	198,9	-	198,9	198,9 (C)
11	-	128,1	-	128,1	127,8 (C)
12	6,97 (1H, d, J=1,8)	116,6	6,94 (1H, d, J=1,8)	116,6	116,6 (CH)
13	-	143,6	-	143,6	143,8 (C)
14	-	149,8	-	149,8	150,0 (C)
15	6,64 (1H, d, J=7,95)	114,5	6,62 (1H, d, J=7,95)	114,6	114,4 (CH)
16	6,99 (1H, d, J=7,95)	124,3	6,97 (1H, d, J=7,95)	124,3	120,2 (CH)
17	2,72; 2,76 (2H, m)	26,5	2,57; 2,61 (2H, m)	26,5	27,0 (CH <sub>2</sub> )
18	5,04 (1H, b)	122,8	5,04 (1H, t)	122,8	122,7 (CH)
19	-	132,2	-	132,2	132,0 (C)
20	1,66 (3H, s)	25,9	1,66 (3H, s)	25,9	26,0 (CH <sub>3</sub> )
21	1,60 (3H, s)	18,1	1,60 (3H, s)	18,1	18,2 (CH <sub>3</sub> )
22	1,15 (3H, s)	22,9	1,15 (3H, s)	22,8	17,3 (CH <sub>3</sub> )
23	1,01 (3H, s)	27,1	1,01 (3H, s)	27,1	26,5 (CH <sub>3</sub> )

Tabel 11. Lanjutan

24	1,96; 2,09 (2H, m); 2,03; 2,06 (2H, m)	29,0	2,12; 2,18 (2H, m)	29,0	29,0 (CH <sub>2</sub> )
25	4,92 (1H, t)	124,0	4,92 (1H, t)	124,0	124,2 (CH)
26	-	133,1	-	133,1	132,6 (C)
27	1,54 (3H, s)	26,3	1,54 (3H, s)	26,3	25,8 (CH <sub>3</sub> )
28	1,69 (3H, s)	18,2	1,69 (3H, s)	18,2	17,9 (CH <sub>3</sub> )
29	2,10; 2,16 (2H, m)	32,7	1,97; 2,09 (2H, m)	32,7	32,7 (CH <sub>2</sub> )
30	2,73 (1H, s)	43,6	2,73 (1H, s)	43,6	43,3 (CH)
31	-	148,3	-	148,3	148,1 (C)
32	4,37; 4,41 (2H, s)	112,8	4,37; 4,41 (2H, s)	112,9	112,7 (CH <sub>3</sub> )
33	1,54 (3H, s)	17,8	1,54 (3H, s)	17,8	22,7 (CH <sub>3</sub> )
34	1,41; 1,46 (2H, m)	36,3	1,87; 1,92 (2H, m)	36,4	36,3 (CH <sub>2</sub> )
35	5,09 (1H, t)	120,3	5,1 (1H, b)	120,2	124,0 (CH)
36	-	135,4	-	135,4	135,3 (C)
37	1,80 (3H, s)	26,0	1,80 (3H, s)	26,0	25,8 (CH <sub>3</sub> )
38	1,73 (3H, s)	18,4	1,73 (3H, s)	18,4	17,9 (CH <sub>3</sub> )

Senyawa lain yang ada dalam GML-2 dan GML-4 mempunyai berat molekul 600 dengan dugaan mempunyai rumus molekul  $C_{38}H_{48}O_6$ . Jumlah cincin atau ikatan rangkap (F) dari senyawa dapat dihitung sebagai berikut :

$$F = 38 - 24 + 1 = 15$$

$$F = X - 0,5Y + 0,5Z + 1$$

F = Jumlah cincin atau ikatan rangkap

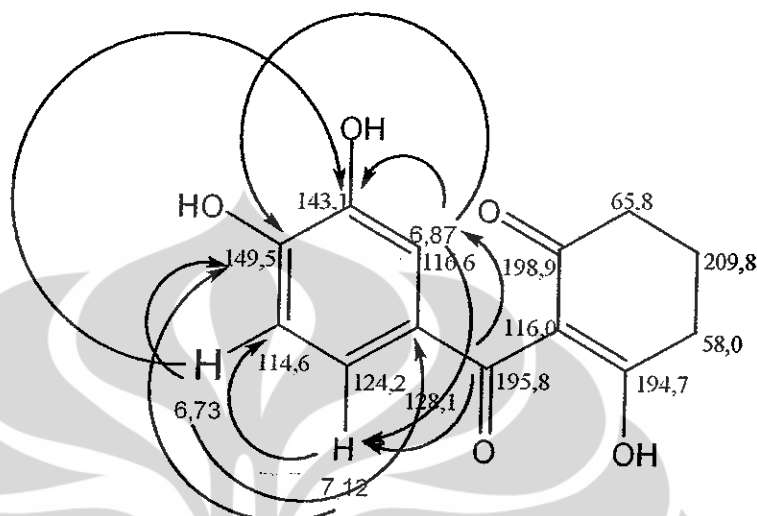
X = jumlah atom tetravalen

Y = Jumlah atom H, halogen atau atom monovalen

Z = Jumlah atom N, P atau atom trivalen

Dari data spektra HMQC dan HMBC GML-2 dan GML-4 (Lampiran 17, 18 dan 24, 25) (Tabel 10) adanya pergeseran kimia  $\delta_H$  6,87 yang berkorelasi dengan  $\delta_C$  114,6; 124,3; 143,1, dan 149,5 menunjukkan bahwa proton aromatik  $\delta_H$  6,87 terikat pada  $\delta_C$  116,6. Dari data memberikan informasi bahwa gugus hidroksil terdapat pada  $\delta_C$  143,1 dan  $\delta_C$  149,5, dengan demikian maka proton aromatik lainnya  $\delta_H$  6,73 dan 7,12 dengan gandengan orto terikat pada  $\delta_C$  114,6 dan 124,2 dimana data HMBC menunjukkan  $\delta_H$  6,73 berkorelasi dengan  $\delta_C$  128,1; 143,1; 149,5 dan 124,2, sementara  $\delta_H$  7,12 berkorelasi dengan 149,5 dan 114,6. Spektrum HMBC juga memberikan informasi bahwa proton aromatik  $\delta_H$  6,87 dan 7,12 juga berkorelasi kuat dengan C kuarterner (C=O) dengan pergeseran kimia  $\delta_C$  195,8. Ikatan C=O lainnya ditunjukkan pada  $\delta_C$  198,9 209,4. Posisi C aromatik kuarterner lainnya adalah pada  $\delta_C$  194,7; 116,0;

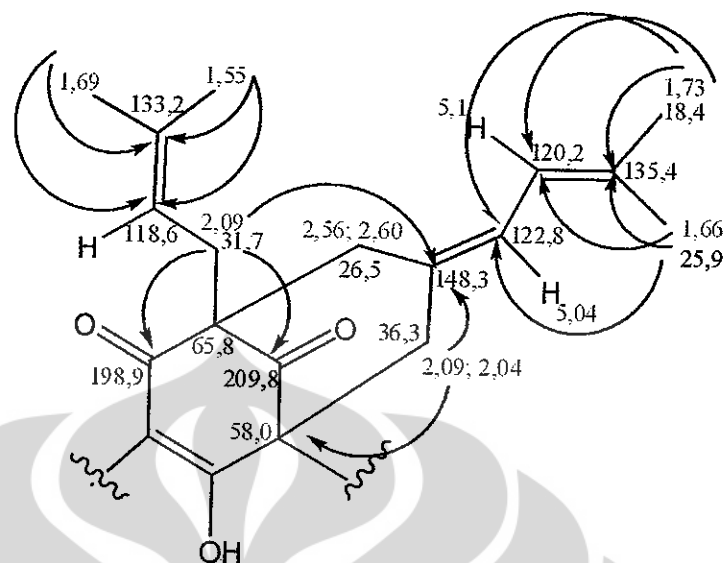
65,8 dan 58,0. Dengan demikian GML-2 dan 4 mengandung benzofenon seperti berikut:



Gambar 5. HMBC Penggalan struktur GML- 4 (1)

Adanya korelasi  $\delta_H$  2,10; 2,16 (2H, *m*) dengan C-9 ( $\delta_C$  209,8; C=O) dan  $\delta_C$  148,3 (C kuarternar) serta  $\delta_H$  2,09; 2,04 (2H,*m*) dengan C-9, diduga adanya dua karbon metilen yang terikat pada C-4 ( $\delta_C$  65,8) dan C-8 ( $\delta_C$  58,0). Hal ini didukung dengan adanya korelasi antara  $\delta_H$  2,09 (2H, *m*,  $\delta_C$  31,7) dengan  $\delta_C$  = 198,9; 148,3;133,2 (C kuarternar) dan 122,8 (1H, *t*). Adanya korelasi dua metil ( $\delta_H$  1,69 dan 1,55, masing terikat pada  $\delta_C$  18,2 dan 26,3) dengan  $\delta_C$  118,6 (1H, *t*) dan 133,2 menunjukkan adanya gugus prenil pertama yang terikat pada  $\delta_C$  148,3. Keberadaan prenil yang kedua ditunjukkan oleh korelasi dua metil ( $\delta_H$  1,73 dan 1,66, masing terikat pada  $\delta_C$  18,4 dan 25,9) dengan  $\delta_C$  135,4 (C kuarternar), 120,2 (1H, *t*) dan 122,8 (1H, *t*) yang terikat pada  $\delta_C$  148,3. Penggalan strukturnya sebagai berikut:



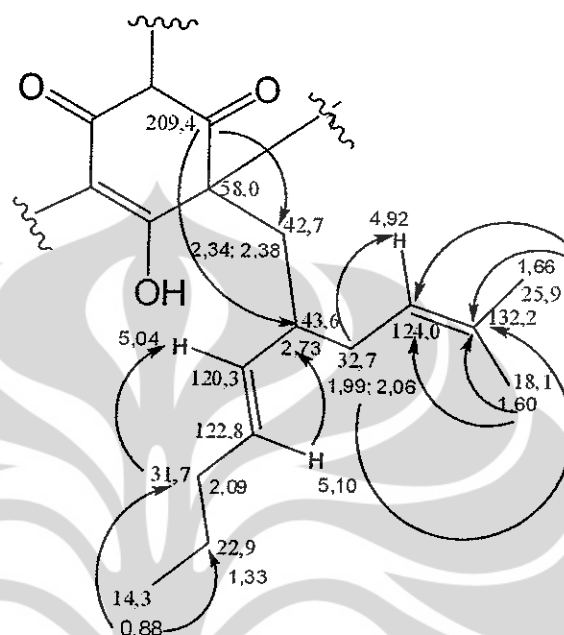


Gambar 6. HMBC Penggalan struktur GML- 4 (2)

Keberadaan gugus prenil lainnya ditunjukkan oleh korelasi dua metil ( $\delta_H$  1,66 dan 1,60) dengan  $\delta_C = 132,2$  (C); 124,0 (1H, *t*). Hal ini didukung oleh korelasi proton olefinik yang bertetangga dengan metilen ( $\delta_H$  4,92) dengan karbon metil ( $\delta_C$  25,9 dan 18,1) dan karbon metilen ( $\delta_C$  32,7). Sementara proton metilennya ( $\delta_H$  1,99; 2,06) berkorelasi dengan karbon metin ( $\delta_C$  124,0), karbon kuarternar ( $\delta_C$  132,2) dan karbon metin ( $\delta_C$  43,6). Dari data HMQC diketahui  $\delta_C$  43,6 terikat pada proton  $\delta_H$  2,73 yang berkorelasi dengan karbon kuarternar ( $\delta_C$  209,4). Dengan demikian diduga gugus prenil ketiga ini terikat pada karbon metin  $\delta_C$  43,6 yang bertetangga dengan dua karbon metilen ( $\delta_C$  32,7; 42,7) dan satu karbon metin  $\delta_C$  122,8 (1H, *t*). Adanya pergeseran kimia pada  $\delta_H$  0,88 yang terikat pada  $\delta_C$  14,3 menunjukkan adanya keberadaan metil alifatik bebas yang tidak terkonjugasi. Dari data HMBC memberikan informasi bahwa proton dari metil ini bertetangga dengan karbon metilen  $\delta_C$  22,9 dan 31,7 yang masing-masing terikat pada  $\delta_H$  1,33 dan 2,09, sementara

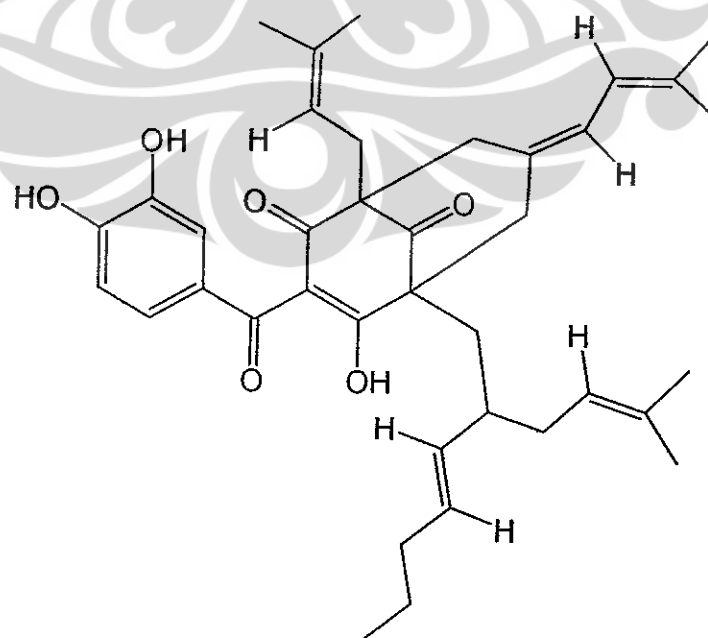
proton metilen  $\delta_H$  2,09 bertetangga dengan karbon metin  $\delta_C$  120,3 (1H, t).

Penggalan strukturnya adalah sebagai berikut :



Gambar 7. HMBC Penggalan struktur GML- 4 (3)

Penggalan-penggalan struktur 1, 2 dan 3 di atas digabungkan, sehingga memberikan struktur molekul yang lengkap seperti berikut :



Gambar 8. Struktur senyawa GML-4b = cayubenzofenon

Senyawa lain yang ada dalam GML-2 dan GML-4 mempunyai berat molekul 600 dengan dugaan mempunyai rumus molekul  $C_{38}H_{48}O_6$ . Jumlah cincin atau ikatan rangkap (F) dari senyawa dapat dihitung sebagai berikut :

$$F = 38 - 24 + 1 = 15$$

$$F = X - 0,5Y + 0,5 Z + 1$$

F = Jumlah cincin atau ikatan rangkap

X = jumlah atom tetravalen

Y = Jumlah atom H, halogen atau atom monovalen

Z = Jumlah atom N, P atau atom trivalen

Dari data spektra HMQC dan HMBC GML-4 (Lampiran 18 dan 25) (Tabel 10) adanya pergeseran kimia  $\delta_H$  6,87 yang berkorelasi dengan  $\delta_C$  114,6; 124,3; 143,1, dan 149,5 menunjukkan bahwa proton aromatik  $\delta_H$  6,87 terikat pada  $\delta_C$  116,6. Dari data memberikan informasi bahwa gugus hidroksil terdapat pada  $\delta_C$  143,1 dan  $\delta_C$  149,5, dengan demikian maka proton aromatik lainnya  $\delta_H$  6,73 dan 7,12 dengan gandengan orto terikat pada  $\delta_C$  114,6 dan 124,2 dimana data HMBC menunjukkan  $\delta_H$  6,73 berkorelasi dengan  $\delta_C$  128,1; 143,1; 149,5 dan 124,2, sementara  $\delta_H$  7,12 berkorelasi dengan 149,5 dan 114,6. Spektrum HMBC juga memberikan informasi bahwa proton aromatik  $\delta_H$  6,87 dan 7,12 juga berkorelasi kuat dengan C kuarterner (C=O) dengan pergeseran kimia  $\delta_C$  195,8. Ikatan C=O lainnya ditunjukkan pada  $\delta_C$  198,9 209,4. Posisi C aromatik kuarterner lainnya adalah pada  $\delta_C$  194,7; 116,0; 65,8 dan 58,0. Dengan demikian GML-4 mengandung benzofenon seperti berikut:

Dari penelusuran literatur melalui *Dictionary of Natural Product* (DNP, 2006) diduga senyawa ini belum pernah ditemukan dan untuk selanjutnya dinamakan cayubenzofenon [(Z)-3-(3,4-dihidroksibenzoil)-4-hidroksi-1-(3metilbut-2-enil)-5-((E)-2-(3-metilbut-2-enil)hept-3-enil)-7-(3 metilbutenilidene) bisiklo[3,3,1]non-3-ene-2,9-dione].

#### 4.7.3. Senyawa GML-3

Senyawa GML-3 diperoleh dari fraksi aseton seberat 270 mg berupa kristal kotak bening dengan titik leleh 244-245<sup>0</sup>C. Senyawa ini berbentuk serbuk putih dalam etil asetat dan kristal kotak bening dalam kloroform-aseton.

Hasil pengukuran spektrum UV-VIS (Lampiran 26) senyawa ini menunjukkan data puncak-puncak absorpsi pada panjang gelombang 230,5 dan 276,5 nm yang menunjukkan adanya suatu senyawa aromatis.

Hasil pengukuran spektrofotometri IR (Lampiran 27) diperoleh data serapan pada daerah bilangan gelombang 3466 cm<sup>-1</sup> dan 3366 cm<sup>-1</sup> masing-masing tajam yang menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus hidroksi (-OH) yang diperkuat dengan adanya vibrasi tekuk gugus -OH pada bilangan gelombang 1352 dan 1298 cm<sup>-1</sup>. Adanya serapan pada daerah bilangan gelombang 2974, 2934 dan 2862 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya vibrasi tekuk metil (CH<sub>3</sub>) dan metilen (CH<sub>2</sub>) yang diperkuat dengan adanya vibrasi tekuk metin (CH) pada bilangan gelombang 1452 dan 1367 cm<sup>-1</sup>. Daerah bilangan gelombang 1719 dan 1678 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus karbonil (C=O) tidak bebas atau terjadinya jembatan hidrogen. Adanya cincin aromatis terlihat pada pita serapan 1605 cm<sup>-1</sup> dan

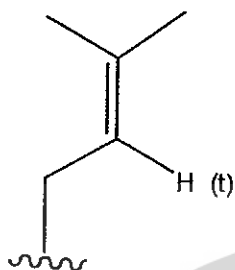
pita serapan pada 1123-1105  $\text{cm}^{-1}$  menunjukkan adanya ikatan C-O-C. Dari hasil penyidikan spektrum IR ini dapat diperkirakan bahwa senyawa GML-3 mengandung gugus-gugus hidroksi (-OH), metin (CH), metilen ( $\text{CH}_2$ ), metil ( $\text{CH}_3$ ) dan karbonil (C=O) serta ikatan C-O-C.

Dari spektrum resonansi magnetik inti proton (Lampiran 28), adanya sinyal pada pergeseran kimia  $\delta_{\text{H}} = 0,93$  (3H, s); 0,98 (3H, s); 1,14 (3H, s); 1,27 (3H, s); 1,54 (3H, s); 1,55 (3H, s); 1,62 (3H, s); 1,68 (3H, s); 1,69 (3H, s); 1,76 (3H, s) ppm, menunjukkan adanya 10 gugus metil. Pergeseran kimia pada daerah 0,93; 0,98 ppm dan; 1,27; 1,14 ppm adalah empat gugus metil pada karbon jenuh [ $>\text{C}(\text{CH}_3)_2$ ]. Sementara pergeseran kimia lainnya menunjukkan enam gugus metil pada karbon tak jenuh [ $\text{C}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$ ]. Hal ini di dukung oleh data  $^{13}\text{C}$ -NMR (Lampiran 29) pada daerah pergeseran kimia  $\delta_{\text{C}} = 18,1$ ; 18,3; 18,6; 21,7; 22,8; 26,1; 26,2; 26,4; 27,0; 29,2 ppm.

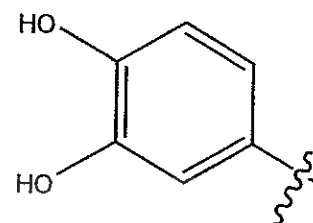
Adanya tiga gugus isoprenil yang bertetangga dengan metilen [ $-\text{CH}_2-\underline{\text{CH}}=\underline{\text{C}}-(\text{CH}_3)_2$ ] ditunjukkan dengan adanya pergeseran kimia pada daerah 5,20 (1H, *t*) dan 4,95 ppm (2H, *b*) yang menunjukkan dua gugus  $=\text{C}-\text{H}$  yang overlap, yang didukung oleh data  $^{13}\text{C}$ -NMR pada  $\delta_{\text{C}} = 123,0$ ; 121,5 dan 126,4 ppm untuk karbon metin. Sementara untuk karbon kwarterner dari gugus isoprenil ini ditunjukkan pada  $\delta_{\text{C}} = 133,3$ ; 133,9 dan 134,1 ppm.

Keberadaan dua gugus -OH aromatis pada senyawa ini didukung dengan adanya tiga gugus -CH aromatis pada  $\delta_{\text{H}} = 7,36$  (H, *d*,  $J=2,45$ ); 7,11 (H, *dd*,  $J=8,55$ ) dan 6,83 (H, *d*,  $J=7,95$ ) ppm yang menunjukkan karakteristik dari suatu gugus 3,4 dihidroksibenzoil (Blount J.F and H. W.

Thomas, 1976). Hal ini didukung oleh pergeseran kimia pada  $\delta_c=115,6$ ; 115,9 dan 123,7 ppm untuk karbon metinnya.



isoprenil



3,4 dihidroksibenzoil

Dari hasil pengukuran spektrum  $^{13}\text{C-NMR}$  senyawa GML-3 mengandung tiga gugus karbonil terenolisasi pada daerah  $\delta_c=194,4$ ; 192,2; 171,4 ppm dan satu gugus karbonil tidak terenolisasi pada 207,4 ppm (Krishnamurthy *et al.* 1981).

Pada spektrum resonansi magnetik inti karbon yang disertai DEPT (Lampiran 30), memberikan gambaran bahwa senyawa tersebut mengandung 15 karbon kwarterner, 5 metilen, 8 metin; 10 metil, sehingga jumlah karbon sebanyak 38. Senyawa ini juga memiliki empat gugus karbonil (memiliki empat oksigen), dengan demikian mempunyai berat molekul :

$$\begin{aligned} \text{BM GML-3} &= (15 \times \text{BA C}) + (5 \times \text{BM CH}_2) + (8 \times \text{BM CH}) + (10 \times \text{BMCH}_3) + (4 \times \text{BA O}) \\ &= (15 \times 12) + (5 \times 14) + (8 \times 13) + (10 \times 15) + (4 \times 16) \\ &= 568 \end{aligned}$$

Dari hasil pengukuran LC-MS (Lampiran 25) senyawa GML-3 mempunyai berat molekul  $[\text{M}^+]=602,8$  (dihitung 602), maka kekurangan berat molekul sejumlah 34. Selisih ini diperkirakan berasal dari dua gugus fenolik (-OH) yang terdapat pada gugus 3,4 dihidroksibenzoil, dengan demikian

senyawa ini mempunyai enam atom O, maka perkiraan rumus molekul senyawa GML-3 adalah  $C_{38}H_{50}O_6$ . Senyawa ini mempunyai harga :

$$F=38-25+1=14$$

$$F=X-0,5Y+0,5Z+1$$

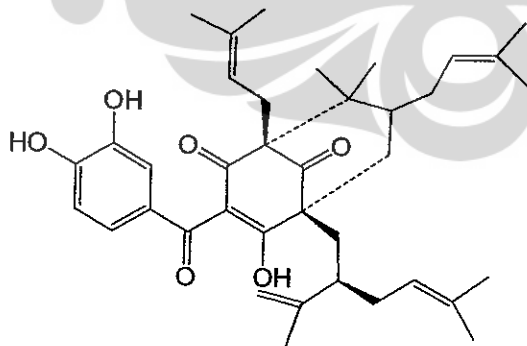
F=Jumlah cincin atau ikatan rangkap

X=jumlah atom tetravalen

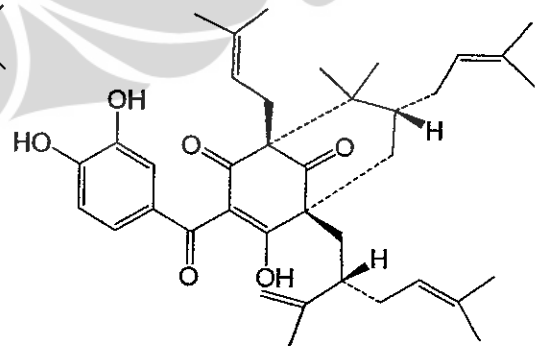
Y=Jumlah atom H, halogen atau atom monovalen

Z=Jumlah atom N, P atau atom trivalen

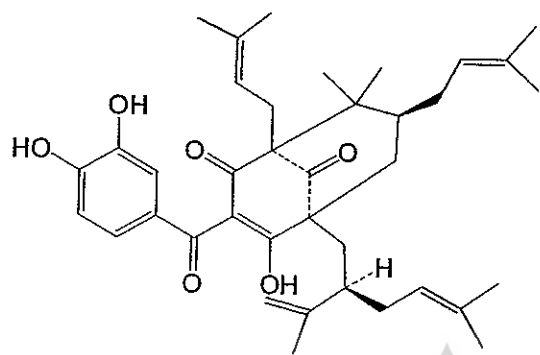
Hal tersebut menunjukkan bahwa senyawa GML-3 tersusun dari 14 cincin dan (atau) ikatan rangkap. Mempunyai berat molekul 602. Dari hasil penelusuran pustaka senyawa yang memiliki berat molekul 602 adalah senyawa-senyawa isoprenil benzofenon diantaranya garcinol, isogarcinol, cambogin, camboginol, xantoxymol, isoxantoxymol, guttiferon-A, guttiferon-E, dan guttiferon-F (Rama. R. A.V, et al, 1978; Gustafson K. R., et al, 1992; Nilar L. H., 2005).



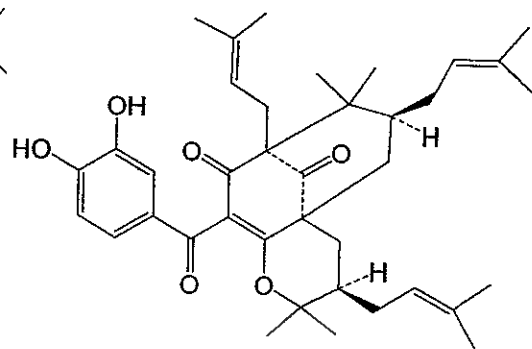
Garcinol



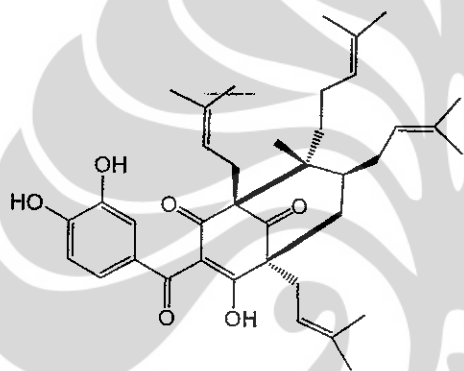
Isogarcinol



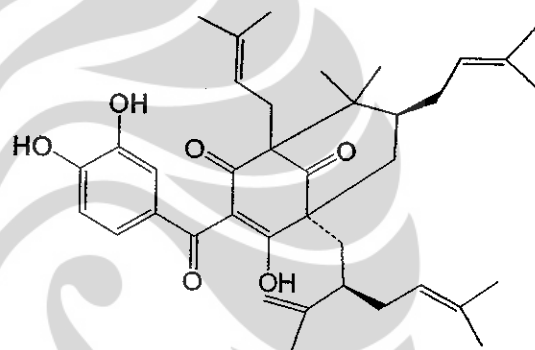
Xantochymol



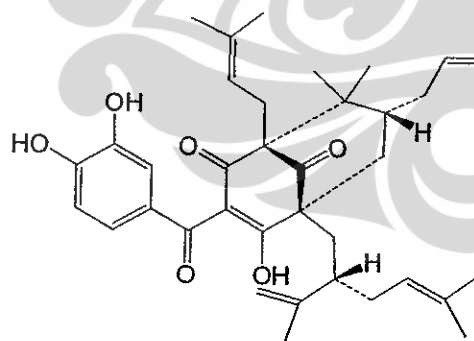
Isoxantochymol



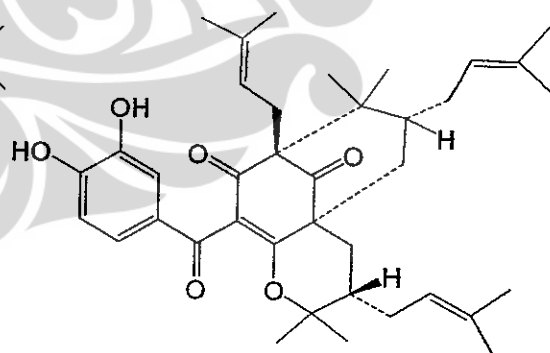
Guttiferon-A



Guttiferon-E

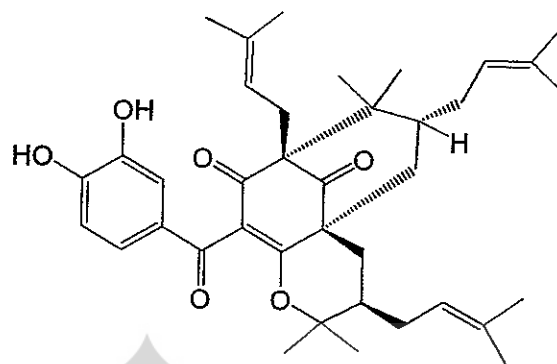


Camboginol



Cambogin

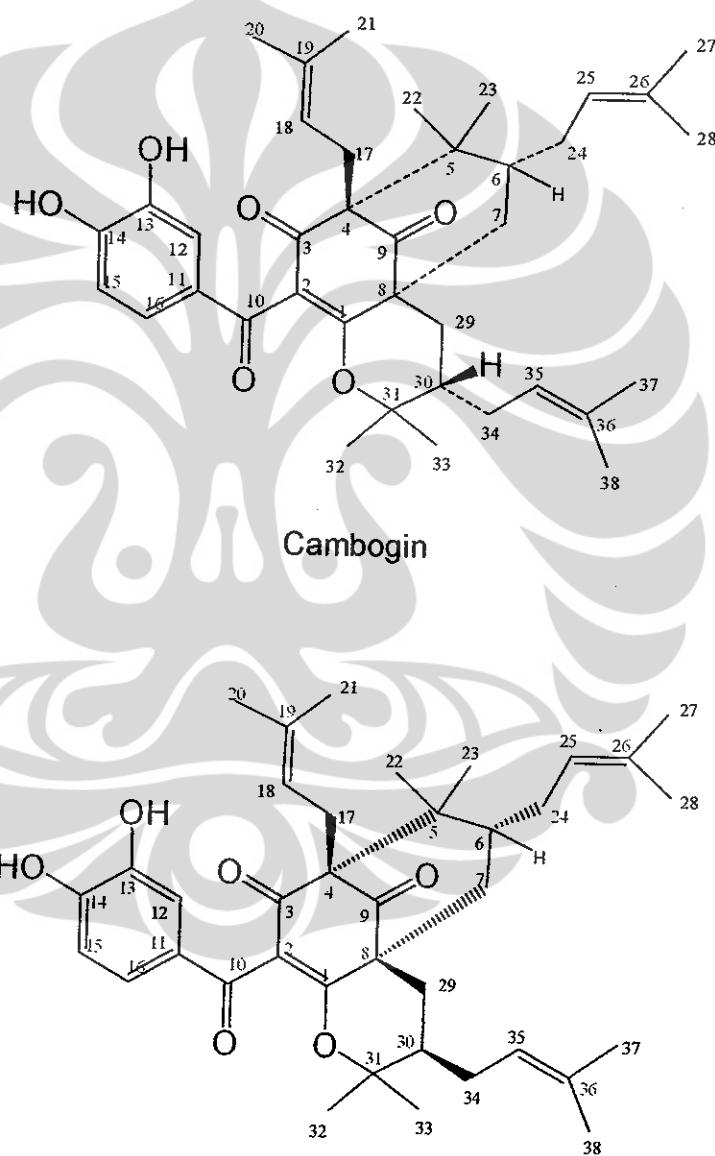




Epicambogin

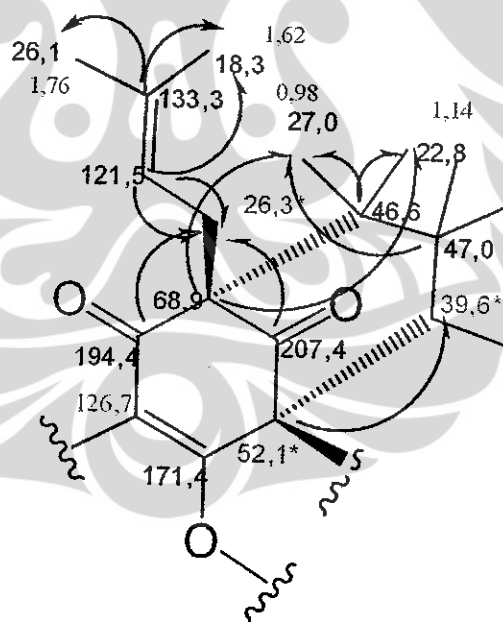
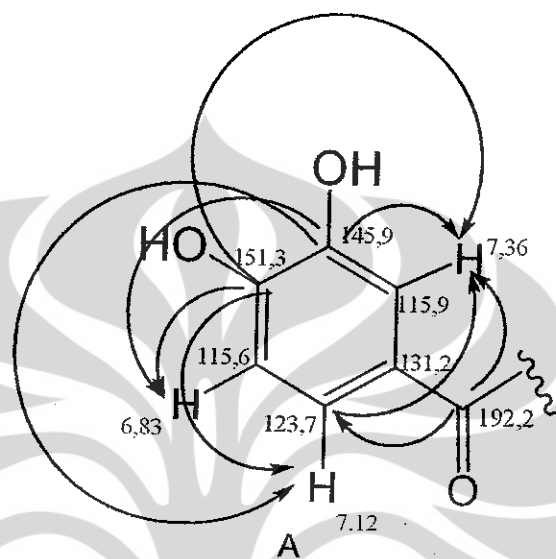
Langkah selanjutnya adalah membandingkan data spektroskopi dari senyawa GML-3 dengan senyawa yang sudah dikenal. Di antara senyawa-senyawa isoprenilbenzofenon yang sudah dikenal yang mempunyai kemiripan dengan senyawa GML-3 adalah cambogin, epicambogin dan isoxantochymol. Dimana ketiga senyawa ini memiliki ikatan C-O-C sama halnya dengan senyawa GML-3 dan tidak mempunyai gugus eksometilen seperti yang dimiliki oleh senyawa isoprenilbenzofenon lainnya. Dari perbandingan data-data pergeseran kimia  $^{13}\text{C-NMR}$  GML-3 dengan cambogin, epicambogin dan isoxantochymol (Tabel 11) terlihat bahwa terdapat perbedaan yang cukup signifikan pada posisi atom C nomor 2. GML-3 memberikan  $\delta_{\text{C}}=126,7$  ppm sementara cambogin, epicambogin dan isoxantochymol secara berurut memberikan  $\delta_{\text{C}}= 87,8$ ; 110,6; dan 110,2 ppm. Pada atom C nomor 7, 8, 17, 30, 32 dan 33 GML-3 menunjukkan pergeseran kimia yang hampir sama dengan epicambogin yaitu  $\delta_{\text{C}}= 39,6$ ; 52,1; 26,3; 43,8; 29,2 dan 21,7 ppm untuk GML-3 dan  $\delta_{\text{C}}= 40,0$ ; 52,6; 26,5; 44,7; 29,0 dan 21,3 ppm untuk epicambogin. Dari hasil pengukuran titik leleh senyawa GML-3 mempunyai titik leleh 244-245°C yang sama dengan titik leleh epicambogin yaitu 242-243°C

(Krishnamurthy N. Y., 1981), sementara isoxantochymol memiliki titik leleh 104-105°C (Delphine R, 2000). Dengan membandingkan data spektroskopi dan titik leleh, maka diduga bahwa senyawa GML-3 adalah epicambogin. Senyawa ini sudah pernah ditemukan pada *G. cambogia*. Pada *G. maluensis* Lauterb ini baru pertama kali dilaporkan.



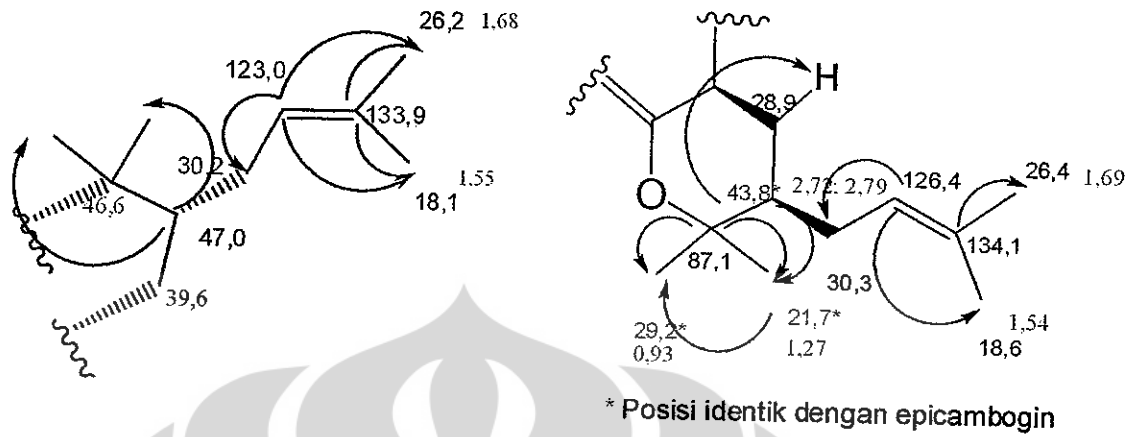
Gambar 9. Struktur senyawa GML-3 = epicambogin

Dari analisis spektra HMQC (Lampiran 31) dan HMBC (Lampiran 32) diperoleh gambaran penggalan-penggalan struktur molekul senyawa GML-3 sebagai berikut :

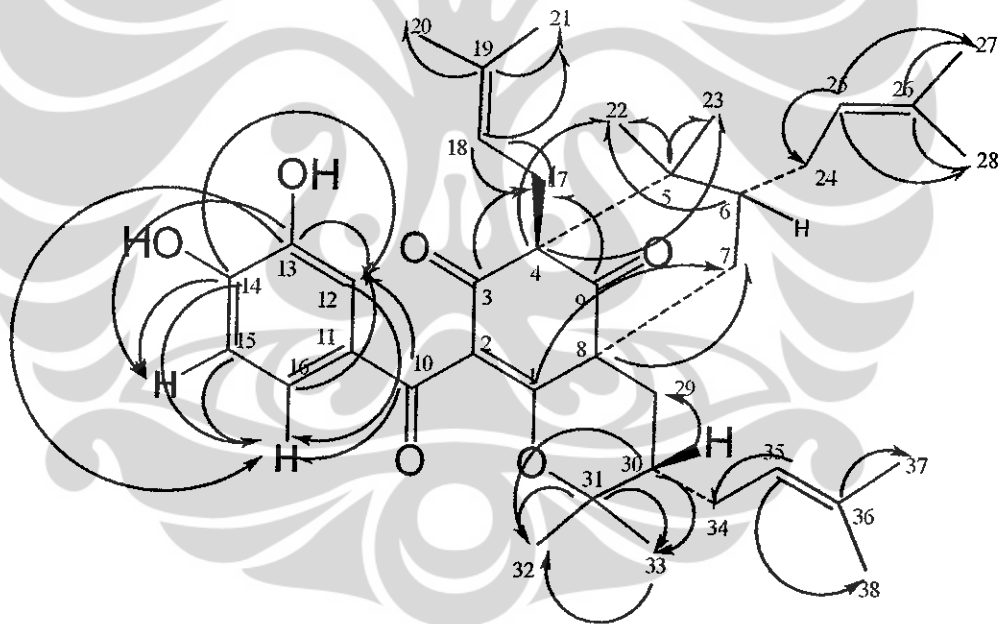


\* Posisi identik dengan epicambogin  
 \* Posisi berbeda cukup signifikan

Gambar 10. HMBC penggalan A dan B GML-3



Gambar 11. HMBC penggalan C struktur GML-3



Gambar 12. HMBC dari senyawa GML-3

Tabel 12. Data pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz) senyawa GML-3 dan cambogin

Posisi C	GML-3	Cambogin	Isoxantochymol	Epicambogin
1	171,4	171,0	172,4	173,9
2	126,7	87,8	110,6	110,2
3	194,4	194,3	196,1	196,3
4	68,9	68,9	70,4	69,6
5	46,6	46,5	47,4	46,7
6	47,0	47,0	47,5	47,5
7	39,6	28,9	38,8	40,0
8	52,1	53,0	49,6	52,6
9	207,4	207,3	209,1	208,0
10	192,2	192,2	694,1	194,3
11	131,2	131,2	131,1	131,2
12	115,9	115,8	116,1	116,3
13	145,9	145,8	146,5	146,8
14	151,3	151,2	152,5	152,5
15	115,6	115,6	115,5	115,6
16	123,7	123,7	124,3	124,4
17	26,3	29,2	26,3	26,5
18	121,5	121,4	121,2	121,1
19	133,3	133,2	135,2	135,3
20	26,1	25,9	26,5	26,3
21	18,3	18,2	18,3	18,2
22	22,8	21,6	22,2	22,8
23	27,0	26,1	27,1	27,0
24	30,2	30,2	30,5	30,5
25	126,4	126,3	126,4	126,2
26	133,9	133,8	133,8	133,5
27	26,2	26,2	26,2	26,1
28	18,1	18,0	18,1	18,5
29	28,9	29,1	30,2	29,0
30	43,8	30,4	41,1	44,7
31	87,1	87,0	87,2	88,1
32	29,2	22,7	22,2	29,0
33	21,7	26,9	28,4	21,3
34	30,3	30,2	31,0	30,5
35	123,0	126,6	122,7	122,8
36	134,1	134,0	135,1	134,6
37	26,4	26,3	26,0	26,1
38	18,6	18,5	18,7	17,8

Tabel 13. Data pergeseran kimia HMQC dan HMBC senyawa GML-3

Atom C	<sup>13</sup> C-NMR	HMQC	HMBC	
			<sup>1</sup> H	<sup>13</sup> C
1	171,4	-	2,28; 2,30 (2H, s)	39,6
2	126,7	-		
3	194,4	-	2,40 (2H, d, J=4,9); 2,43 (2H, d, J= 5,5);	26,3
4	68,9	-	0,98 (3H, s); 1,14 (3H, s); 1,51 (1H, m).	27,0; 22,8; 47,0
5	46,6	-		
6	47,0	1,51 (1H, m)	0,98 (3H, s); 1,14 (3H, s)	27,0; 22,8
7	39,6	2,27; 2,30 (2H, s)		
8	52,1	-	2,27; 2,30 (2H, s)	39,6
9	207,4	-	3,00(2H, d, J=3,7); 3,03 (2H, d, J=3,65)	28,9; 39,6
10	192,2	-	7,11 (1H, dd, J= 1,8; 1,8); 7,36 (1H, d, J=2,45)	123,7; 115,9
11	131,2	-	6,83 (1H, d, J=7,95)	115,6
12	115,9	7,36 (1H, d, J=2,45)	7,11 (1H, dd, J= 1,8; 1,8)	123,7
13	145,9	-	7,11 (1H, dd, J= 1,8; 1,8); 7,36 (1H, d, J=2,45); 6,83 (1H, d, J=7,95)	123,7; 115,9; 115,6
14	151,3	-	7,11 (1H, dd, J= 1,8; 1,8); 7,36 (1H, d, J=2,45); 6,83 (1H, d, J=7,95)	123,7; 115,9; 115,6
15	115,6	6,83 (1H, d, J=7,95)	7,11 (1H, dd, J= 1,8; 1,8)	123,7
16	123,7	7,11 (1H, dd, J= 1,8; 1,8)	7,36 (1H, d, J=2,45)	115,9
17	26,3	2,40 (2H, d, J=4,9); 2,43 (2H, d, J= 5,5);		
18	121,5	4,95 (1H, b)	2,40 (2H, d, J=4,9); 2,43 (2H, d, J= 5,5); 1,54 (3H, s)	26,3; 18,3
19	133,3	-	2,40 (2H, d, J=4,9); 2,43 (2H, d, J= 5,5);	26,3
20	26,1	1,76 (3H, s)		
21	18,3	1,54 (3H, s)		
22	22,8	1,14 (3H, s)		
23	27,0	0,98 (3H, s)		
24	30,2	2,11 (2H, t, b); 2,15 (2H, b)		
25	126,4	4,95 (1H, b)	2,79 (2H, m); 2,72 (2H, m); 1,69 (3H, s)	30,3; 18,6
26	133,9	-	1,68 (3H, s); 1,62 (3H, s);	26,2; 18,1
27	26,2	1,68 (3H, s)		
28	18,1	1,62 (3H, s)		

Tabel 13. Lanjutan

29	28,9	3,00(2H, d, J=3,7); 3,03 (2H, d, J=3,65)		
30	<u>43,8</u>	1,44 (1H,m)	0,93 (3H, s); 1,27 (3H, s); 3,00(2H, d, J=3,7); 3,03 (2H, d, J=3,65)	29,2; 21,7; 28,9
31	87,1	-		
32	29,2	0,93 (3H, s)		
33	21,7	1,27 (3H, s)	0,93 (3H, s)	29,2
34	30,3	2,79 (2H, m); 2,72 (2H, m)		
35	123,0	5,20 (1H, t)	1,68 (3H, s)	26,2
36	134,1	-	1,69 (3H, s); 1,55 (3H, s)	18,6; 26,4
37	26,4	1,55 (3H, s)		
38	18,6	1,69 (3H, s)		

Tabel 14. Tabulasi Spektrum  $^{13}\text{C}$ -NMR, DEPT dan HMQC ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz) senyawa GML-3

No.	$^{13}\text{C}$	$^{13}\text{C}$ DEPT	HMQC $^1\text{H}$
1	171,4	C	-
2	126,7	C	-
3	194,4	C	-
4	68,9	C	-
5	46,6	C	-
6	47,0	CH	1,51 (H, <i>m</i> )
7	39,6	CH <sub>2</sub>	2,27; 2,30 (2H, <i>s</i> )
8	52,1	C	-
9	207,4	C	-
10	192,2	C	-
11	131,2	C	-
12	115,9	CH	7,36 (H, <i>d</i> , $J=2,45$ )
13	145,9	C	-
14	151,3	C	-
15	115,6	CH	6,83 (H, <i>d</i> , $J=7,95$ )
16	123,7	CH	7,11 (H, <i>dd</i> , $J=8,55$ )
17	26,3	CH <sub>2</sub>	2,40 (2H, <i>d</i> , $J=4,90$ ); 2,43 (2H, <i>d</i> , $J=5,50$ );
18	121,5	CH	4,95 (H, <i>b</i> )
19	133,3	C	-
20	26,1	CH <sub>3</sub>	1,76 (3H, <i>s</i> )
21	18,3	CH <sub>3</sub>	1,54 (3H, <i>s</i> )
22	22,8	CH <sub>3</sub>	1,14 (3H, <i>s</i> )
23	27,0	CH <sub>3</sub>	0,98 (3H, <i>s</i> )
24	30,2	CH <sub>2</sub>	2,11 (2H, <i>t</i> , <i>b</i> ); 2,15 (2H, <i>b</i> )
25	126,4	CH	4,95 (H, <i>b</i> )
26	133,9	C	-
27	26,2	CH <sub>3</sub>	1,68 (3H, <i>s</i> )
28	18,1	CH <sub>3</sub>	1,62 (3H, <i>s</i> )
29	28,9	CH <sub>2</sub>	3,00(2H, <i>d</i> , $J=3,70$ ); 3,03 (2H, <i>d</i> , $J=3,70$ )
30	43,8	CH	1,44 (H, <i>m</i> )
31	87,1	C	-
32	21,7	CH <sub>3</sub>	1,27 (3H, <i>s</i> )
33	29,2	CH <sub>3</sub>	0,93 (3H, <i>s</i> )
34	30,3	CH <sub>2</sub>	2,79 (2H, <i>m</i> )
35	123,0	CH	5,20 (H, <i>t</i> )
36	134,1	C	-
37	26,4	CH <sub>3</sub>	1,55 (3H, <i>s</i> )
38	18,6	CH <sub>3</sub>	1,69 (3H, <i>s</i> )



#### 4.7.4. Senyawa GML-5

Senyawa GML-5 diperoleh dari fraksi *n*-heksana seberat 13,8 mg berupa kristal jarum putih dengan titik leleh 143-144<sup>o</sup>C. Hasil pengukuran spektrofotometri IR (Lampiran 33) diperoleh data serapan pada daerah bilangan gelombang 3296-3269 cm<sup>-1</sup> (lebar) menunjukkan adanya vibrasi ulur gugus hidroksi (-OH) yang diperkuat oleh adanya vibrasi tekuk gugus hidroksi pada daerah serapan 1377 cm<sup>-1</sup> (tajam). Adanya serapan pada daerah bilangan gelombang 2957, 2936 cm<sup>-1</sup> (tajam) dan bilangan gelombang 2891, 2866 cm<sup>-1</sup> (tajam) menunjukkan adanya vibrasi ulur dari gugus metil (-CH<sub>3</sub>) dan gugus metilen (>CH<sub>2</sub>), didukung oleh adanya pita serapan pada bilangan gelombang 1460, 1377 cm<sup>-1</sup> (tajam) yang merupakan vibrasi tekuk dari gugus metil dan metilen.

Dari spektrum resonansi magnetik inti proton (Lampiran 34), adanya sinyal pada pergeseran kimia  $\delta_H = 0,68$  (3H, *d*, *J* = 9,2); 0,79 (3H, *s*); 0,80 (3H, *d*); 0,82 (3H, *t*); 0,92 (3H, *d*, *J* = 6,15); 1,01 (3H, *s*) ppm, menunjukkan adanya 6 gugus metil. Adanya penumpukan spektrum pada daerah pergeseran kimia  $\delta_H = 1,02-2,28$  ppm diperkirakan merupakan daerah pergeseran kimia dari gugus metilen (>CH<sub>2</sub>) dan metin (CH). Pergeseran kimia pada  $\delta_H = 3,52$  ppm (1H, *m*) merupakan proton dari gugus metin yang mengikat gugus -OH yang didukung oleh sinyal pada spektrum <sup>13</sup>C-NMR (Lampiran 35) pada pergeseran kimia 72,0 ppm, sinyal-sinyal ini merupakan ciri khas dari senyawa triterpen pada posisi karbon nomor 3 dengan gugus  $\beta$  hidroksi. Pergeseran kimia pada  $\delta_H = 5,02$  (1H, *dd*, H-22); 5,14 (1H, *dd*, H-23); 5,34 (1H, *d*, H-6) merupakan proton

yang terikat pada ikatan rangkap yang didukung oleh pergeseran kimia pada  $^{13}\text{C-NMR}$   $\delta_{\text{C}} = 121,9; 129,4$  dan  $138,5$  ppm.

Dari spektrum  $^{13}\text{C-NMR}$  dan DEPT (Lampiran 36), memberikan gambaran bahwa senyawa yang diteliti mengandung 29 karbon yaitu 6 gugus metil, 9 gugus metilen, 11 gugus metin dan 3 atom karbon kuarternar. Enam gugus metil diperlihatkan oleh puncak-puncak karbon pada pergeseran kimia  $\delta_{\text{C}} = 12,0; 12,4; 18,9; 19,2; 19,6$  dan  $21,4$  ppm. Sembilan gugus metilen ditunjukkan pada  $\delta_{\text{C}} = 23,2; 28,4; 31,8; 32,1; 34,0; 37,4; 39,8; 39,9$  dan  $42,5$  ppm. Sebelas gugus metin ditunjukkan pada  $\delta_{\text{C}} = 31,8; 31,9; 40,7; 50,3; 51,4; 56,0; 56,9; 71,9; 121,9; 129,4$  dan  $138,5$  ppm. Tiga karbon kuarternar ditunjukkan pada  $36,6; 42,4$  dan  $140,9$  ppm.

Dengan perkiraan senyawa GML-5 mengandung atom C, H dan O dengan jumlah  $\text{CH}_3 = 6$ ,  $\text{CH}_2 = 9$ ,  $\text{CH} = 11$ ,  $\text{C} = 3$ ,  $\text{OH} = 1$ , maka rumus molekul senyawa tersebut adalah  $\text{C}_{29}\text{H}_{48}\text{O}$ . Dari rumus tersebut senyawa GML-5 mempunyai :

$$F = 29 - (0,5 \times 48) + 1 = 6$$

$$F = X - 0,5Y + 0,5Z + 1$$

F=Jumlah cincin atau ikatan rangkap

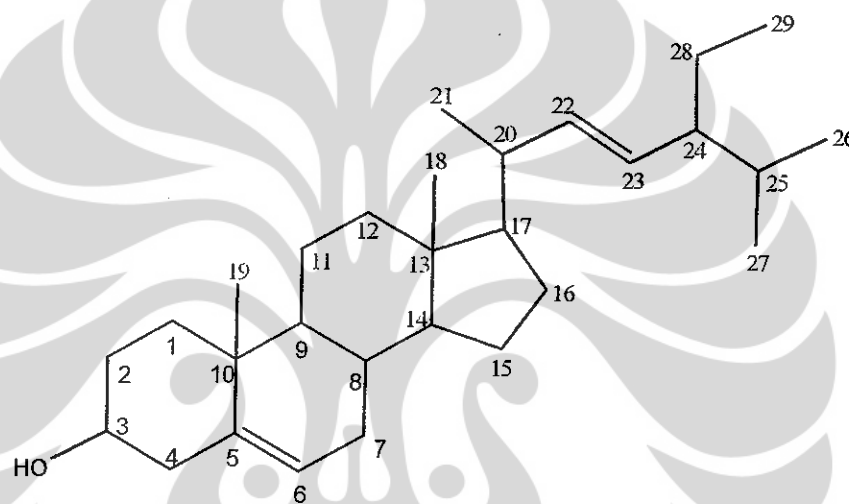
X=jumlah atom tetravalen

Y=Jumlah atom H, halogen atau atom monovalen

Z=Jumlah atom N, P atau atom trivalen

Dari perhitungan tersebut, dapat disimpulkan bahwa senyawa GML-5 mempunyai jumlah cincin atau ikatan rangkap 6. Dari data  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C-NMR}$  terlihat jumlah atom karbon, hidrogen dan oksigen serta jumlah cincin mengarah dugaan bahwa senyawa tersebut merupakan suatu

triterpen tetrasiklik dan dua ikatan rangkap. Dari hasil pengukuran secara spektroskopi (IR,  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$ -NMR) dan didukung studi literatur (dibandingkan dengan pergeseran kimia stigmasterol) maka dapat disimpulkan bahwa senyawa GML-5 adalah stigmasterol (Goad, L.J and Akihisa, T., 1997; Devon, T.K. and Scott, A.I., 1972).



Gambar 13. Senyawa GML-5 = stigmasterol

Tabel 15. Perbandingan data pergeseran kimia  $^{13}\text{C}$ -NMR ( $\text{CDCl}_3$ , 125 MHz) senyawa GML-5 dan stigmasterol.

Atom C	Stigmasterol $\delta_{\text{C}}$ (ppm)	Senyawa GML-5 $\delta_{\text{C}}$ (ppm)
1	37,2	39,9
2	31,6	34,0
3	71,8	71,9
4	42,5	42,5
5	140,9	140,9
6	121,9	121,9
7	32,8	37,4
8	31,9	31,9
9	50,2	50,3
10	36,6	36,6
11	22,7	23,2
12	39,7	39,9
13	42,3	42,4
14	56,9	56,9
15	24,3	28,4
16	28,9	31,8
17	56,0	56,0
18	12,0	12,0
19	19,3	19,2
20	40,5	40,7
21	21,3	21,4
22	138,3	138,5
23	129,3	129,4
24	51,2	51,4
25	31,8	31,8
26	18,9	18,9
27	21,1	21,2
28	25,4	31,8
29	12,2	12,2

## 4.8. PENGUJIAN AKTIVITAS BIOLOGI

### 4.8.1. Uji Toksisitas (BSLT)

BSLT (*Brine Shrimp Lethality Test*) merupakan suatu uji untuk mengamati efek toksisitas suatu ekstrak ataupun senyawa murni dengan menggunakan larva udang *Artemia salina* Leach. Metode BSLT merupakan uji biologis pendahuluan yang sederhana, cepat, tidak membutuhkan biaya yang besar dan dapat dipercaya yang sering digunakan untuk skrining dan fraksinasi fisiologi aktif dari ekstrak tanaman. Metode ini juga sering dipakai sebagai panduan/petunjuk dalam usaha untuk isolasi senyawa toksik dari tanaman (Meyer *et al*, 1982).

Toksisitas suatu ekstrak atau senyawa murni dihitung berdasarkan nilai  $LC_{50}$  yaitu konsentrasi yang menyebabkan 50 % organisme uji mati, yang dimanifestasikan sebagai toksisitas pada larva udang *A. salina*. Menurut Meyer (1982), suatu ekstrak tanaman disebut toksik apabila mempunyai nilai  $LC_{50} \leq 1000 \mu\text{g/mL}$  dan  $\leq 30 \mu\text{g/mL}$  untuk senyawa murni.

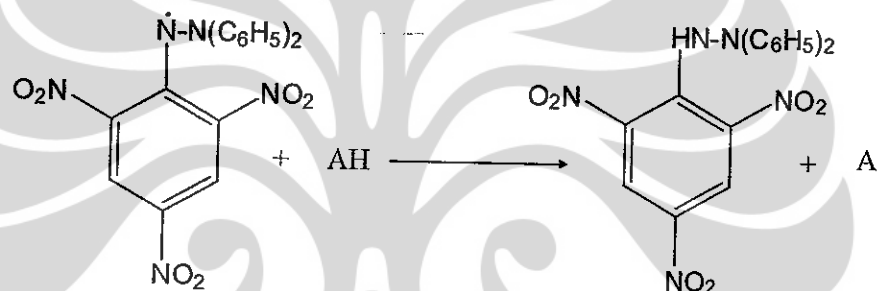
Uji toksisitas pada tanaman *G. maluensis* Lauterb dilakukan terhadap fraksi-fraksi dan senyawa murni yang didapat. Fraksi uji meliputi fraksi *n*-heksana, fraksi aseton, fraksi etil asetat, fraksi aseton (partisi), fraksi butanol dan fraksi air. Senyawa murni meliputi senyawa GML 1-5. Secara umum semua fraksi uji menunjukkan efek toksik yang berarti, dimana semua fraksi uji memiliki nilai  $LC_{50} \leq 1000 \mu\text{g/mL}$ . Fraksi *n*-heksana, fraksi aseton, fraksi etil asetat, fraksi aseton (partisi), fraksi butanol dan fraksi air masing-masing memiliki nilai  $LC_{50} = 57,07; 185,26; 184,78; 290,9; 292,38$  dan  $740,70 \mu\text{g/mL}$ . Dari nilai ini dapat dilihat bahwa

fraksi *n*-heksana memiliki  $LC_{50}$  lebih kecil dibanding fraksi lainnya, hal ini menunjukkan bahwa fraksi *n*-heksana memiliki efek toksisitas yang tinggi, sehingga bisa dilanjutkan ke uji antikanker nantinya. Dari fraksi *n*-heksana ini isolasi dilanjutkan sehingga didapatkan senyawa GML-1, GML-2, GML-4 dan GML-5. Senyawa GML-1, GML-2 dan GML-4 menunjukkan nilai  $LC_{50}$  yang sangat signifikan yaitu 2,75; 1,64 dan 1,68  $\mu\text{g/mL}$ , sementara GML-5 tidak mempunyai efek toksisitas dengan nilai  $LC_{50}=117,75 \mu\text{g/mL}$  ( $> 30 \mu\text{g/mL}$ ). Toksisitas yang cukup tinggi dari senyawa GML-1, GML-2 dan GML-4 ini diduga karena adanya gugus hidroksil (OH) yang memberikan kerja sinergis atau saling menguatkan dari gabungan dua senyawa yang terdapat didalamnya. Sementara GML-5 tidak bersifat toksik, hal ini diduga karena senyawa ini merupakan senyawa nonpolar yang hanya mempunyai satu gugus hidroksil. Dari fraksi etil asetat dengan efek toksisitas yang juga sangat signifikan isolasi dilanjutkan sehingga didapatkan senyawa GML-3 dengan efek toksisitas yang cukup potensial. Senyawa ini memiliki nilai  $LC_{50} = 7,34 \mu\text{g/mL}$ . Hal ini kemungkinan juga disebabkan oleh keberadaan gugus hidroksil pada senyawa ini.

#### 4.8.2. Uji Antioksidan

Efek antioksidan dari fraksi-fraksi dan senyawa murni yang diperoleh dalam penelitian ini diuji dengan metode DPPH (1,1-difenil-2-pikrilhidrazil). Metode ini sederhana, mudah, cepat dan sampel yang dibutuhkan sedikit. DPPH merupakan senyawa radikal bebas yang stabil yang jika direaksikan dengan ekstrak atau senyawa murni dari tumbuhan

yang mengandung antioksidan maka akan terjadi reaksi penangkapan hidrogen dari antioksidan oleh radikal bebas DPPH (ungu) yang kemudian berubah menjadi 1,1-difenil-2-pikrilhidrazin (kuning). Prinsip penentuan aktivitas antioksidan metode ini berdasarkan pengukuran serapan senyawa hasil reaksi (1,1-difenil-2-pikrilhidrazin) antara DPPH dengan senyawa antioksidan. Besarnya aktivitas dinyatakan dengan nilai  $IC_{50}$  yang merupakan konsentrasi sampel uji yang dibutuhkan untuk menghambat 50% radikal bebas DPPH (Blois, 1958).



Gambar 14. Reaksi penangkapan radikal bebas DPPH oleh antioksidan

Dari uji antioksidan yang dilakukan terhadap fraksi *n*-heksana, fraksi aseton, fraksi etil asetat, fraksi aseton (partisi), fraksi butanol dan fraksi air menunjukkan aktivitas antioksidan yang cukup signifikan. Masing-masing secara berurut memberikan nilai  $IC_{50}$  pada 32,57; 33,09; 21,65; 31,65; 34,58; dan 34,09  $\mu\text{g/mL}$ . Fraksi etil asetat memiliki aktivitas antioksidan yang paling tinggi, sementara fraksi lainnya memiliki aktivitas antioksidan yang hampir sama. Hal ini diduga karena di dalam fraksi etil asetat terdapat senyawa-senyawa semipolar yang mengandung gugus-gugus yang bisa menangkap radikal (*radikal scavenger*) sehingga meredam reaksi radikal bebas DPPH.

Senyawa GML-1, GML-2 dan GML-4 memiliki aktivitas antioksidan yang sangat signifikan dengan nilai  $IC_{50}$  yang juga hampir sama yaitu 13,92; 12,60; dan 13,95  $\mu\text{g/mL}$ . Nilai tidak jauh beda dengan aktivitas vitamin C yang digunakan sebagai blanko yaitu 8,50  $\mu\text{g/mL}$ . Kemungkinan hal ini disebabkan karena dua senyawa yang ada di dalam GML-1, GML-2 dan GML-4 yang mengandung gugus-gugus hidroksil (OH) sebagai donor proton sehingga mampu menangkap radikal DPPH dan menghambat terjadinya reaksi radikal bebas lebih lanjut. Senyawa GML-3 memberikan nilai  $IC_{50} = 23,27 \mu\text{g/mL}$ , nilai ini lebih besar dibandingkan aktivitas fraksinya (fraksi etil asetat) yaitu 21,65  $\mu\text{g/mL}$ , hal ini diduga disebabkan karena aktivitas sinergis dari senyawa-senyawa yang ada dalam fraksi tersebut sehingga lebih aktif dibandingkan senyawa murninya. Nilai  $IC_{50}$  yang paling besar diberikan oleh senyawa GML-5 yaitu 59,05  $\mu\text{g/mL}$ , yang berarti mempunyai aktivitas antioksidan yang tidak cukup signifikan. Hal ini kemungkinan disebabkan karena GML-5 hanya mempunyai satu gugus hidroksil untuk menangkap radikal DPPH. Secara umum dapat dikatakan bahwa semua fraksi uji dan senyawa GML 1-4 mempunyai efek antioksidan yang sangat aktif dengan  $IC_{50} < 50 \mu\text{g/mL}$ , sementara GML-5 mempunyai efek antioksidan yang aktif dengan  $IC_{50}$  antara 50-100  $\mu\text{g/mL}$ .



## BAB V

### KESIMPULAN DAN SARAN

#### 5.1. KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan dan diuraikan terhadap kulit batang tumbuhan *Garcinia maluensis* Lauterb ini dapat diambil kesimpulan sebagai berikut :

- a. Dari fraksi *n*-heksana ditemukan empat senyawa yaitu GML-1, GML-2, GML-4 dan GML-5. Senyawa GML-1, GML-2 dan GML-4 campuran dua senyawa dengan berat molekul 602 ( $C_{38}H_{50}O_6$ ) dan 600 ( $C_{38}H_{50}O_6$ ). Senyawa dengan berat molekul 602 diduga adalah camboginol dan berat molekul 600 diduga adalah senyawa baru dan untuk selanjutnya dinamakan cayubenzofenon [(Z)-3-(3,4-dihidroksibenzoil)-4-hidroksi-1-(3-metilbut-2-enil)-5-((E)-2-(3-metilbut-2-enil)hept-3-enil)-7-(3metilbutenilidene) bisiklo[3.3.1]non-3-ene-2,9-dione]. Senyawa GML-5 diduga adalah suatu sterol yaitu stigmasterol.
- b. Dari fraksi aseton ditemukan satu senyawa murni GML-3 yang diduga merupakan suatu poliisoprenilbenzofenon yaitu epicambogin.
- c. Dari uji pendahuluan terhadap larva udang *Artemia salina* Leach memperlihatkan bahwa fraksi-fraksi uji yang meliputi fraksi *n*-heksana, fraksi aseton, fraksi etil asetat, fraksi aseton (partisi), fraksi butanol dan fraksi air bersifat toksik (cukup aktif) dengan

$LC_{50} \leq 1000 \mu\text{g/mL}$ . Efek toksisitas yang sangat signifikan ditunjukkan oleh fraksi *n*-heksana dengan  $LC_{50} = 57,07 \mu\text{g/mL}$ . Senyawa GML 1-4 bersifat sangat toksik dengan nilai  $LC_{50} \leq 30 \mu\text{g/mL}$  yaitu 2,75; 1,64; 7,34 dan 1,68  $\mu\text{g/mL}$ . Efek toksisitas tidak ditunjukkan oleh senyawa GML-5.

- d. Dari uji aktivitas antioksidan memperlihatkan semua fraksi uji mampu menekan aktivitas radikal bebas DPPH pada  $IC_{50} \leq 50 \mu\text{g/mL}$ . Senyawa GML1-4 menunjukkan aktivitas antioksidan yang sangat signifikan, masing-masing mampu menghambat aktivitas radikal bebas DPPH pada  $IC_{50} = 13,92; 12,60; 23,27$  dan  $13,95 \mu\text{g/mL}$ . Sementara GML-5 cukup aktif dengan  $IC_{50} = 59,05 \mu\text{g/mL}$ .

## 5.2. SARAN

1. Perlu dilakukan pemisahan lebih lanjut terhadap campuran senyawa GML-1, GML-2 dan GML-4, sehingga didapatkan senyawa murninya.
2. Perlu dilakukan isolasi lebih lanjut terhadap fraksi lainnya sehingga didapatkan senyawa murni.
3. Perlu dilakukan uji aktivitas biologi lanjutan terhadap fraksi *n*-heksana, GML-1, GML-2, GML-3 dan GML-4 pada uji aktivitas antikanker dan antibakteri atau terhadap kemungkinan aktivitas biologis yang lain.

## DAFTAR ACUAN

- Alam, G., 2002. *Brine Shrimp Lethality Test (BSLT) Sebagai Bioassay dalam Isolasi Senyawa Bioaktif dari Bahan Alam*. *Majalah Farmasi dan Farmakologi*. 6(2): 432-435.
- Anne-Emmanuelle Hay, Marie-Christine Aumond, Sabine, M., Vincent, D., Marc, L., David, R., and Pascal, R. 2003. *Antioxidant Xanthones from Garcinia vieillardii*. *Journal of Natural Product*. 67: 707-709.
- Anonim. 1997. *Tumbuhan Hutan Tropik Sebagai Sumber Bahan Kimia*, Puslibang Biologi LIPI, Bogor: 5-11.
- Atun, S. 2005. *Pengembangan Potensi Bahan alam sebagai Sumber Penemuan Obat Baru*. Makalah pada Seminar Nasional Kimia UNY dan Ikahimki pada 24 September 2005. Yogyakarta.
- Barry, C. and Kipiro, D. 1922. PNGTreesKey—*Garcinia maluensis* Lauterb., *Guide to trees of Papua New Guinea*. Copyright held by the authors, National Herbarium of New South Wales, and Papua New Guinea National Herbarium. *Botanische Jahrbucher für Systematik, Pflanzengeschichte und Pflanzengeographie* Vol. 58: 37.
- Blount J. F., and H. W. Thomas. 1976. *Revised Structure of Xanthochymol*, *Tetrahedron Letters*. 34;2921-2924.
- Blois, MS. 1958. *Antioxidant determinations by the use of a stable free radical*, *Nature* 181: 1199-1200.
- Ciulei, I. 1984. *Methodology for Analysis of Vegetable Drugs*, Chemical Industries Branch Division-Industrial Operation UNIDO, Bucharest-Rumania:11-23.
- Colegate, S. M. and Molyreux, R. J. 1993. *Bioactive Natural Products, Detection, Isolated and Structural Determination*. CRC Press Inc, London, 441-448.
- Creswell, Clifford J., Olaf A. Rungist and Malcom M. Campbel. 1982. *Analisis Spektrum Senyawa Organik*. Edisi ke-2. Alih bahasa oleh Kosasih Padmawinata dan Ny. Iwang Soediro. Penerbit ITB, Bandung. 360 hlm.
- David Phillipson. J. 2001. *Phytochemistry and Medicinal Plants*. *Phytochemistry*, 56:237-243

- Deachathai, S. W., Mahabusarakam, S., Phongpaichit, W.C. Taylor. 2005. *Phenolic compounds from the fruit of Garcinia dulcis*. *Phytochemistry*. 66: 2368-2375.
- Delphine R., Hamid A. Hadi, Sylviane Thoret, Daniel Gue´nard, Odile Thoison, Mary Paı’s, and Thierry Se´venet. 2000. *Structure-Activity Relationship of Polyisoprenyl Benzophenones from Garcinia pyrifera on the Tubulin/Microtubule System*. *Journal of Natural Product*. 63: 1070-1076.
- Devon, T.K. and Scott, A. I. 1972. *Handbook of Naturally Occuring Compounds*, Vol. II Terpenes, Academic Press, New York and London.
- Dharma P., Nordin Hj. Lajis, Mukram M. Mackeen, Abdul M. Ali, Norio Aimi, Mariko Kitajima, and Hiromitsu Takayama. 2001. *Isolation and Bioactivities of Constitutents of the Roots of Garcinia atroviridis*. *Journal of Natural Product*. 64: 976-979.
- Elvina, K. *Antioksidan, Resep Sehat & Umur Panjang*  
[Http://www.indonesia.com/intisari/1997/juni/antioks.htm](http://www.indonesia.com/intisari/1997/juni/antioks.htm).
- Elya, B., Hong Ping He, Kosela, S., Hanafi, M. and Xiao Jiang Hao. 2008. *A New Cytotoxic Xanthone from Garcinia rigida*. *Journal of Fitoterapia*, 79; 182-184.
- Elya, B., Hong Ping He, Kosela, S., Hanafi, M., Nurwidyma D., Jun Song Wang and Xiao Jiang Hao. 2006. *Two New Xanthon from Garcinia rigida Leaves*. *Natural Product Research*, Vol. 20(9): 788-79.
- Elya, B., Hong Ping He, Kosela, S., Hanafi, M. and Xiao Jiang Hao. 2006. *A new Benzophenone from the Stem Bark of Garcinia benthami*. *Natural Product Research*, Vol. 20 (12): 1059-1062.
- Elya, B., Hong Ping He, Kosela, S., Hanafi, M., Nurwidiosari, D., Jun Song Wang and Xiao Jiang Hao. 2005. *Two New Xanthon from Garcinia rigida*. *Asian Coordinating Group for Chemistry (ACGC)*, 18:18-20.
- Elya, B., Hong Ping He, Kosela, S., Hanafi, M. and Xiao Jiang Hao. 2004. *Two New Benzophenones From Garcinia benthami*. *Journal of Tropical Medicinal Plants*, Vol. 5(2): 229-231.
- Ersam, T. 2005. *Pemberdayaan Keanekaragaman Hayati Hutan Tropika : Fenolat Terprenilasi dari Artocarpus dan Garcinia (Nangka dan Manggis)*. Seminar Nasional Kimia – MIPA. UNESA, Surabaya.

- Evan Putra, S. 2005. *Bahan Alam, Ujung Tombak Riset Kimia di Indonesia*. <http://www.chem-is-try.org/?sect=fokus&ext=19>
- Farmakope Indonesia. Edisi IV. 1995. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta. 1002-1007, 1070-1073.
- Farombi, E. O., J. G. Tahnteng, A. O. Agboola, J. O. Nwankwo and G. O. Emerole. 2000. *Chemoprevention of 2-Acetylaminofluorene-induced Hepatotoxicity and Lipid Peroxidation in Rats by Kolaviron* *Garcinia kola* Seed Extract. *Food and Chemical Toxicology*. 38: 535-541.
- Fessenden, R. J. and Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik*. Terjemahan oleh Aloysius H. P. Edisi III. Jilid 1. Penerbit Erlangga. Jakarta. 590 hlm.
- Fessenden, R. J. and Fessenden, J. S. 1982. *Kimia Organik*. Terjemahan oleh Aloysius H. P. Edisi III. Jilid 2. Penerbit Erlangga. Jakarta. 525 hlm.
- Fumio Y., Toshiaki, A., Yoshihiro, Y. and Hiroyuki, N. 2000. *Antioxidative and Anti-Glycation Activity of Garcinol from Garcinia indica Fruit Rind*. *Journal of Agriculture and Food Chemistry*, 48: 180-185.
- Goad, L.J. and Akihisa, T. 1997. *Analysis of Sterols*, Blackie Academic & Professional, London and New York.
- Gustafson K. R. 1992. *The Guttiferones, HIV Inhibitory Benzophenones From Symphonia globulifera, Garcinia livingstonei, Garcinia ovalifolia and Clusea rosea*, *Tetrahedron*, 48, (46), 10092-10102.
- Han, Quan-Bin, Song-Fong LEE, Chun-Feng QIAO, Zhen-Dan HE, Jing-Zheng SONG, Han-Dong SUN and Hong-Xi XU. 2005. *Complete NMR Assignments of the Antibacterial Biflavonoid GB1 from Garcinia kola*. *Chem. Pharm. Bull.* 53(8): 1034-1036.
- Halliwell, B. 1984. *Free Radicals, antioxidant and Human Disease*. Clarendon Press, Oxford. 721-724.
- Hartati, S. 2007. *Isolasi dan Penentuan Struktur Kimia serta Uji Aktivitas Biologi dari Kulit Batang Garcinia Spp. (G. tetrandra Pierre, G. eugeniaefolia dan G. maingayii Hook*. Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Program Studi Kimia, Universitas Indonesia, Depok.
- Huang, Yu-Ling., Chien-Chih Chen, Ying-Jen Chen, Ray-Ling Huang and Bor-Jinn Shieh. 2001. *Three Xanthenes and a Benzophenone from Garcinia mangostana*. *Journal of Natural Product*, 64: 903-906.

- Iswari, K. dan Sudaryono, T. 2007. BPTP SUMBAR: 4 Jenis Olah Manggis, Si Ratu Buah Dunia dari Sumbar. Tabloid Sinar Tani, 22 Agustus 2007.
- Jena, B. S., G. K. Jayaprakasha, R. P. Singh and K. K. Sakariah. 2002. *Chemistry and Biochemistry of (-)-Hydroxycitric Acid from Garcinia*. Journal of Agriculture and Food Chemistry, 50: 10-22.
- Jena, B.S. Guddadarangavvanahally, K., Jayaprakasha and K.K. Sakariah. 2002. *Organic Acids From Leaves, Fruits, and Rinds of Garcinia cowa*. Journal of Agriculture Food Chemistry. 50: 3431-3434.
- Justin K., A.L. Meli, R.N. Manfouo, David Lontsi, F.N. Ngounou, V. Kuete, Hippolyte W. Kamdem, Pierre, T., Bonaventure T. Ngadjui, Beiban L. Sondengam and Joseph D. Connolly. 2005. *Xanthones from Garcinia smeathmannii (Oliver) and their antimicrobial activity*. Phytochemistry. 66: 1713-1717.
- Kemp, W. 1979. *Organic Spectroscopy*. English Language Book Society and The Macmillan Press Ltd. London. 248 pages.
- Kenji T., Yoshiaki T. and Masatake N., 2001. *Powerful Antioxidative Agents Based on Garcinoic Acid from Garcinia Kola*. Bioorganic & Medicinal Chemistry. 10: 1619-1625.
- Krishnamurthy N., Y. S. Lewis and Ravindranath, 1981, *On The Structure of Garcinol, Isogarcinol, and Camboginol*, Tetrahedron Letters. vol. 22; 793-796.
- Maheshwari, H. 2002. Pemanfaatan Obat Alami: *Potensi Dan Prospek Pengembangannya*. [http://tumoutou.net/702\\_04212/hera\\_maheshwari.htm](http://tumoutou.net/702_04212/hera_maheshwari.htm)
- Materia Medika Indonesia. 1989. Departemen Kesehatan Republik Indonesia, Jakarta, Jilid V; 523-528.
- Meli Lannang, J., Komguem, F., Ngounou Ngninzeko, J. Gustave Tangmouo, D. Lontsi, Asma Ajaz, M. Iqbal Choudhary, Rosa Ranjit, Krishna P. Devkota and B. Luc Sondengam. 2005. *Bangaxanthone A and B, two xanthones from the stem bark of Garcinia polyantha Oliv.* Phytochemistry. 66: 2351-2355.
- Meyer, B.N., Ferrigni, N.R., Putnam, J.E., Jacobsen, L.B., Nichols D.e. and MCLAughlin, J.I., 1982. *Brine Shrimp: A convenient General Bioassay for Active Plant constituents*. Planta Medica. 45: 31-34.

- Min-Hsiung P., Won-Ling C., Shoei-Yn Lin-Shiau, Chi-Tang Ho, and Jen-Kun Lin. 2001. *Induction of Apoptosis by Garcinol and Curcumin through Cytochrome c Release and Activation of Caspases in Human Leukemia HL-60 Cells*. Journal of Agriculture Food Chemistry. 49: 1464-1474.
- Nian-Yun, YANG, Quan-Bin HAN, Xin-Wei CAO, Chun-Feng QIAO, Jing-Zheng SONG Shi-Lin CHEN, Da-Jian YANG, Hillary YIU, and Hong-Xi XU. 2007. *Two New Xanthenes Isolated from the Stem Bark of Garcinia lancilimba*. Chem. Pharm. Bull. 55(6): 950-952.
- Nilar. 2005. *Xanthone and Benzophenones from Garcinia griffithii and Garcinia mangostana*. Phytochemistry. 66;1718-1723.
- Packer, L.M., Hiramatsu, T. and Yoshikawa. 1999. *Antioxidant Food Supplement in Human Health*, Academic Press.
- Partomuan, S. 2003. *Strategi Pencarian Senyawa Bioaktif Baru dari Sumber Bahan Alami Tumbuhan*. Jurnal Ilmu Kefarmasian Indonesia ISSN 1693-1831, Vol. 1. No. 2, Fak. Farmasi, Universitas Pancasila, Jakarta: 19-23.
- Peres, V. and Nagem, T.J. 1997, Review article number 117, *Trioxygenated Naturally Occuring Xanthenes*, Phytochemistry, 44 (2), 191-214.
- Purwani, T.A., S. Fatmawati and T. Ersam (2004),  *$\alpha$ -Mangostin dari Fraksi Polar Ekstrak Diklorometana pada Kulit Akara Garcinia mangostana Linn*, Prosiding Senaki IV, Jurusan Kimia ITS, Surabaya, 165-170.
- Qing-Long Guo, Sen-Sen Lin, Qi-Dong You, Hong-Yan Gu, Jun Yu, Li Zhao, Qi Qi, Fei Liang, Zi Tan and Xiaotang Wang. 2005. *Inhibition of human telomerase reverse transcriptase gene expression by gambogic acid in human hepatoma SMMC-7721 cells*. Life Sciences. xx. 1-9.
- Rahman, Atta-ur. 1986. *Nuclear Magnetic Resonance*. Basic Principles. Springer-Verlag, Karawachi, Pakistan. 358 hlm.
- Rahman, Atta-ur. and M. Iqbal, C. 1996. *Solving Problem with NMR Spektroskopi*. Academic Press, Pakistan. 429 pages.
- Rama Rao A. V., Vetkatswamy and A. D. Pendse, 1980, *Camboginol and Cambogin*, Tetrahedron Letters. 21; 1975-1978.
- Rates, S. M. K. 2001. *Plants as source of drugs*. Toxicon 39:603-613.

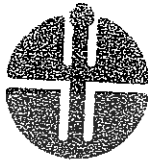
- Robinson, T. 1991. *Kandungan Organik Tumbuhan Tinggi*. Edisi ke-6. terjemahan oleh Kosasih Padmawinata. Penerbit ITB, Bandung. 367 hlm.
- Sadaquat, A., Renee, G., Subramaniam, S., Christian, B. and Claude, S. 2000. *Benzophenones of Garcinia pseudoguttifera (Clusiaceae)*. *Phytochemistry*. 53: 281-284.
- Sari, R. dan Hanan A. 2000. *Garcinia (Clusiaceae) di Kebun Raya Bogor : Fisiognomi, Keragaman dan Potensi*. Prosiding Seminar Sehari. Hari Cinta Puspa & Satwa Nasional. Menggali potensi dan meningkatkan prospek tanaman hortikultura menuju ketahanan pangan. Pusat Konservasi Tumbuhan, Kebun Raya Bogor, 65-75.
- Sari, R. 1999. *Koleksi Garcinia Kebun Raya Bogor : Konservasi dan Potensi*. Prosiding Seminar Nasional Konservasi Flora Nusantara. Balai Pengembangan Kebun Raya, Lembaga Pengetahuan Indonesia Bogor, 217-221.
- Satmoko, W. 2002. *Efek Toksik dan Cara Menentukan Toksisitas Bahan Kimia*. *Cermin Dunia Kedokteran*. 135 : 32-37.
- Silverstein, Robert M. and Francis X. Webster. 1996. *Spectrometric Identification of Organic Compounds*. Sixth Edition. John Wiley & Sons, Inc. New York. 482 pages.
- Sjamsul A., 2007. *Radikal Bebas*. Bagian/SMF Ilmu Kesehatan Anak FK UNAIR/RSU Dr. Soetomo, Surabaya. 1-9.
- Sosef, M. S. M., Hong, L. T. and Prawirohatmodjo, S. 1998. *PROSEA (Plant Resources of South East Asia) Timber Trees: Lesser – Known Timber*. Backhuys Publisher, Leyden. (3) 246-249.
- Sukpondma, Y., Vatcharin R. and Souwalak P. 2005. *Antibacterial Caged-Tetraprenylated Xanthenes from the Fruits of Garcinia hanburyi*. *Chem. Pharm. Bull.* 53(7): 850-852.
- Sunit, S., Orapin Komutiban, A., Piniti R., Nitirat C., Nattapat L. and Apichart, S. 2006. *Cytotoxic Prenylated Xanthenes from the Young Fruit of Garcinia mangostana*. *Chem. Pharm. Bull.* 54(3): 301-305.
- Sunit, S., Narisara, S., Piniti, R., Nantana, A and Apichart, S., 2002. *Xanthenes from the Green Fruit Hulls of Garcinia mangostana*. *Journal of Natural Product*. 65: 761-763.
- Uji, T. 2007. *Keanekaragaman, Persebaran, Dan Potensi Jenis-Jenis Garcinia Di Indonesia*. *Berk. Penel. Hayati*: 12 (129-135).



- Vatcharin R., Wanpen N., Yaowapa S., and Souwalak, P. 2005. An Antibacterial Biphenyl Derivative from *Garcinia bancana* MIQ.. *Chem. Pharm. Bull.* 53(3): 342-343.
- Vatcharin R., Somsak S., Pueksa K. and Souwalak, P. 2005. Friedolanostanes and Lanostanes from the Leaves of *Garcinia hombroniana*. *Journal of Natural Product.* 68: 1222-1225.
- Vatcharin R., Thunwadee R., Athipol P., Prakart S. and Walter, C. T. 2003. Xanthones from the stem bark of *Garcinia nigrolineata*. *Phytochemistry.* 64: 1149-1156.
- Veirhejj, E. W. M., Coronel, R. E., 1992. PROSEA ( Plant Resources Of South East Asia) No. 2: Edible Fruits and Nuts, Bogor. 175-179.
- Weng J., Chun-Nan Lin, Lo-Ti Tsao, and Jih-Pyang Wang. 2003. Novel and Anti-Inflammatory Constituents of *Garcinia subelliptica*. *Chemistry Europe Journal.* 9: 1958-1963.
- Xu, Y. J. 2001. Xanthones from *Garcinia parvifolia*. *Journal of Natural Products.* 64:1191-1195.
- Xu, Y. J., Pui-Yii Chiang, Yee-Hing Lai, J. J. Vittal, Xiao-Hua Wu, B. K. H. Tan, Z. Imiyabir, and Swee-Hock Goh. 2000. Cytotoxic Prenylated Depsidones from *Garcinia parvifoli*. *Journal of Natural Product.* 63: 1361-1363.
- Xu, Y. J., S. C. Yip, S. Kosela, E. Fitri, M. Hana, S. H. Goh, and K. Y. Sim. 2000. Novel Cytotoxic, Polyprenylated Heptacyclic Xanthonoids from Indonesian *Garcinia gaudichaudii* (Guttiferae). *Organic Letters.* Vol. 2. No. 24:3945-3948.



Lampiran 1. Hasil identifikasi tumbuhan *Garcinia maluensis* Lauterb.



LIPI

**LEMBAGA ILMU PENGETAHUAN INDONESIA**  
( Indonesian Institute of Sciences )  
**PUSAT PENELITIAN BIOLOGI**  
( Research Center for Biology )

Jl. Raya Jakarta - Bogor Km. 46 Cibinong 16911, Indonesia P.O Box 25 Cibinong  
Telp. (021) 87907636 - 87907604 Fax. 87907612

Nomor : 43/IPH.1.02/II.8/2008  
Lampiran : -  
Perihal : Hasil identifikasi/determinasi Tumbuhan

Cibinong, 28 Mei 2008

Kepada Yth.  
Bpk./Ibu/Sdr(i). Eka Putri  
Mhs. Univ. Indonesia  
Fak. MIPA, Dep. Farmasi  
Pondok Benda Indah Blok G No.II  
Depok


Dengan hormat,

Bersama ini kami sampaikan hasil identifikasi/determinasi tumbuhan yang Saudara kirimkan ke "Herbarium Bogoriense", Bidang Botani Pusat Penelitian Biologi-LIPI Bogor, adalah sebagai berikut :

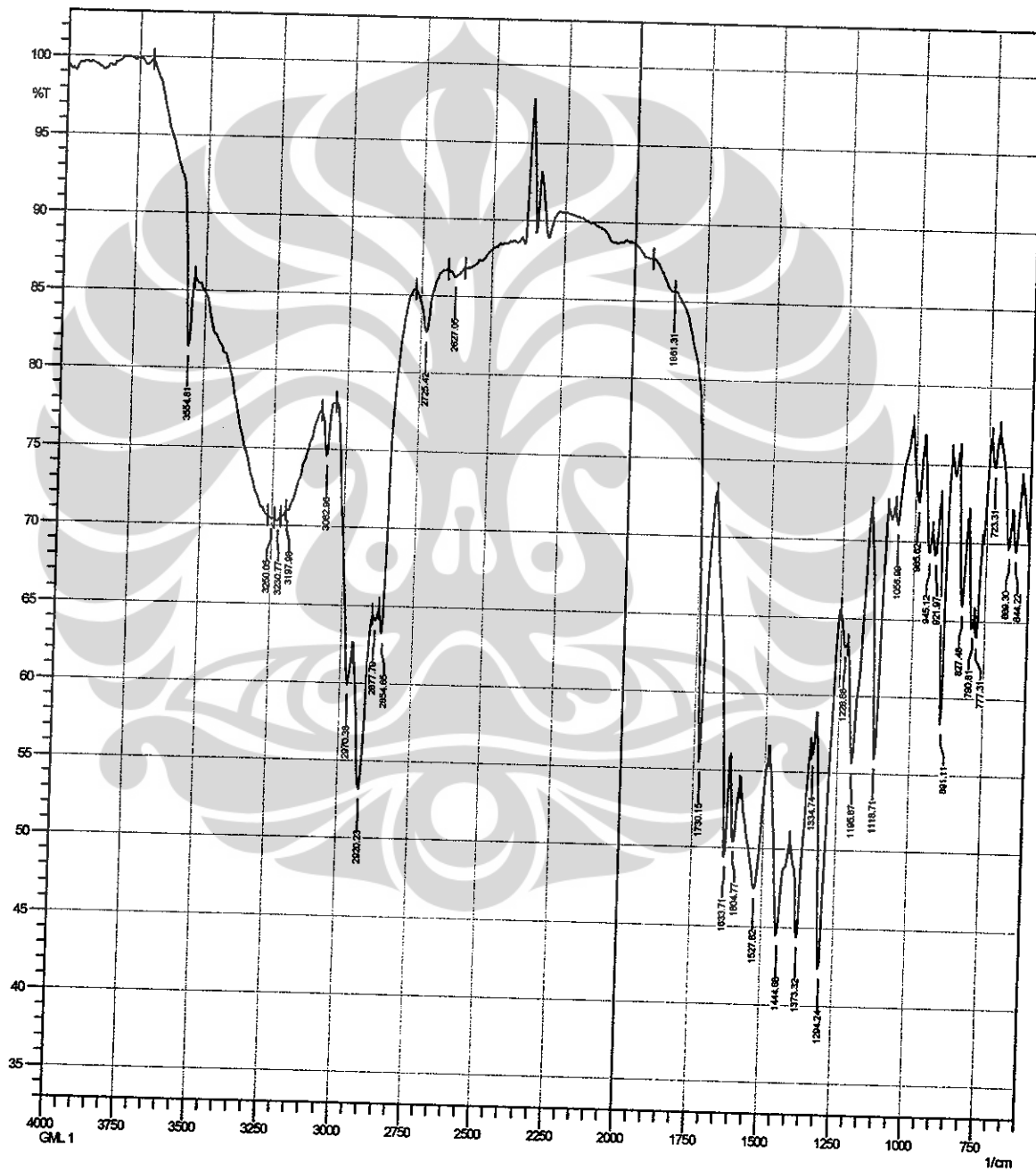
No.	No. Kol.	Jenis	Suku
1	-	<i>Garcinia maluensis</i> Lauterb.	Clusiaceae

Demikian, semoga berguna bagi Saudara.

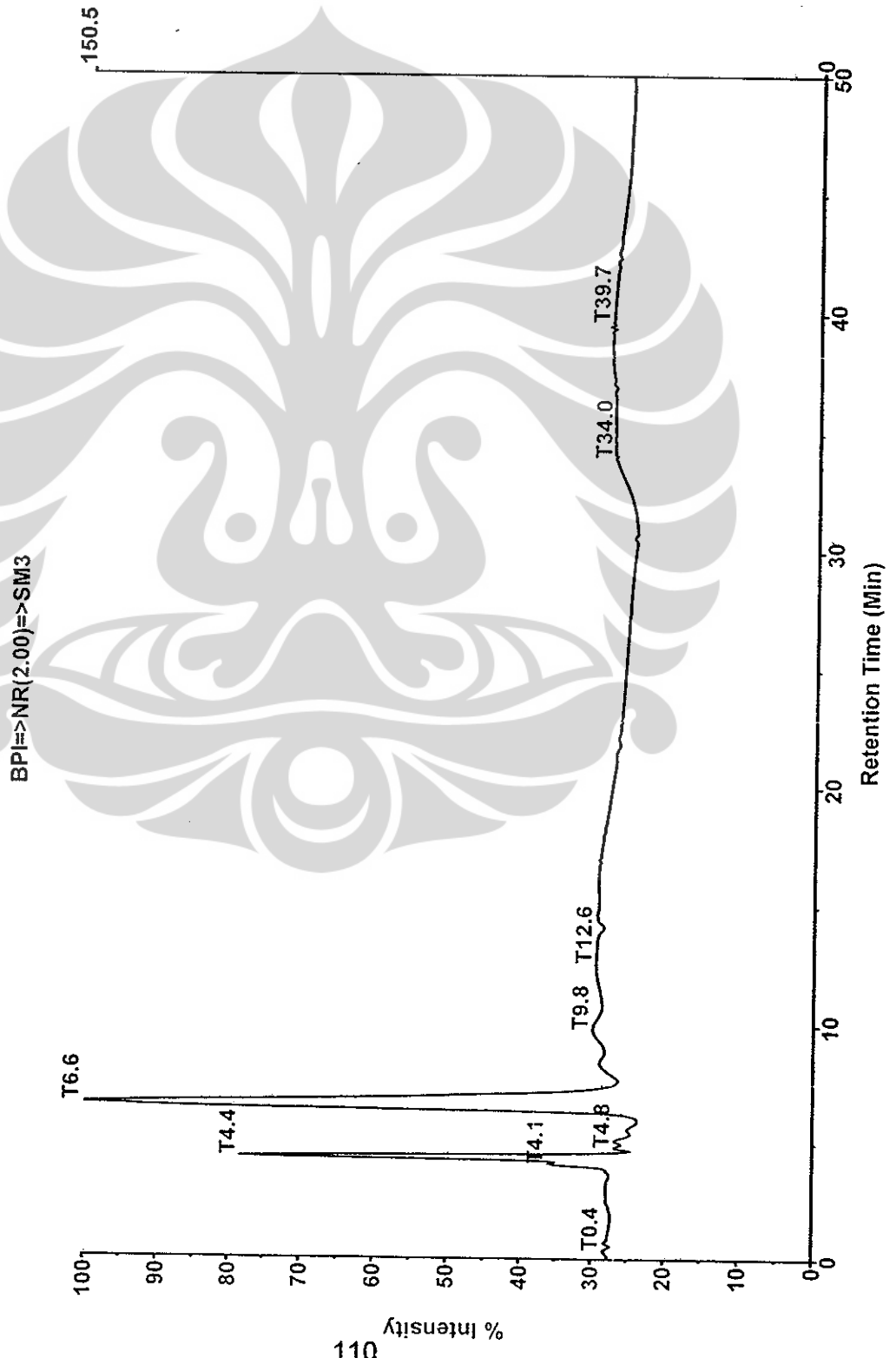
Kepala Bidang Botani,  
Pusat Penelitian Biologi-LIPI,

  
Dr. Eko Baroto Walujo, APU  
NIP. 320001330

### Lampiran 2. Spektrum IR GML-1

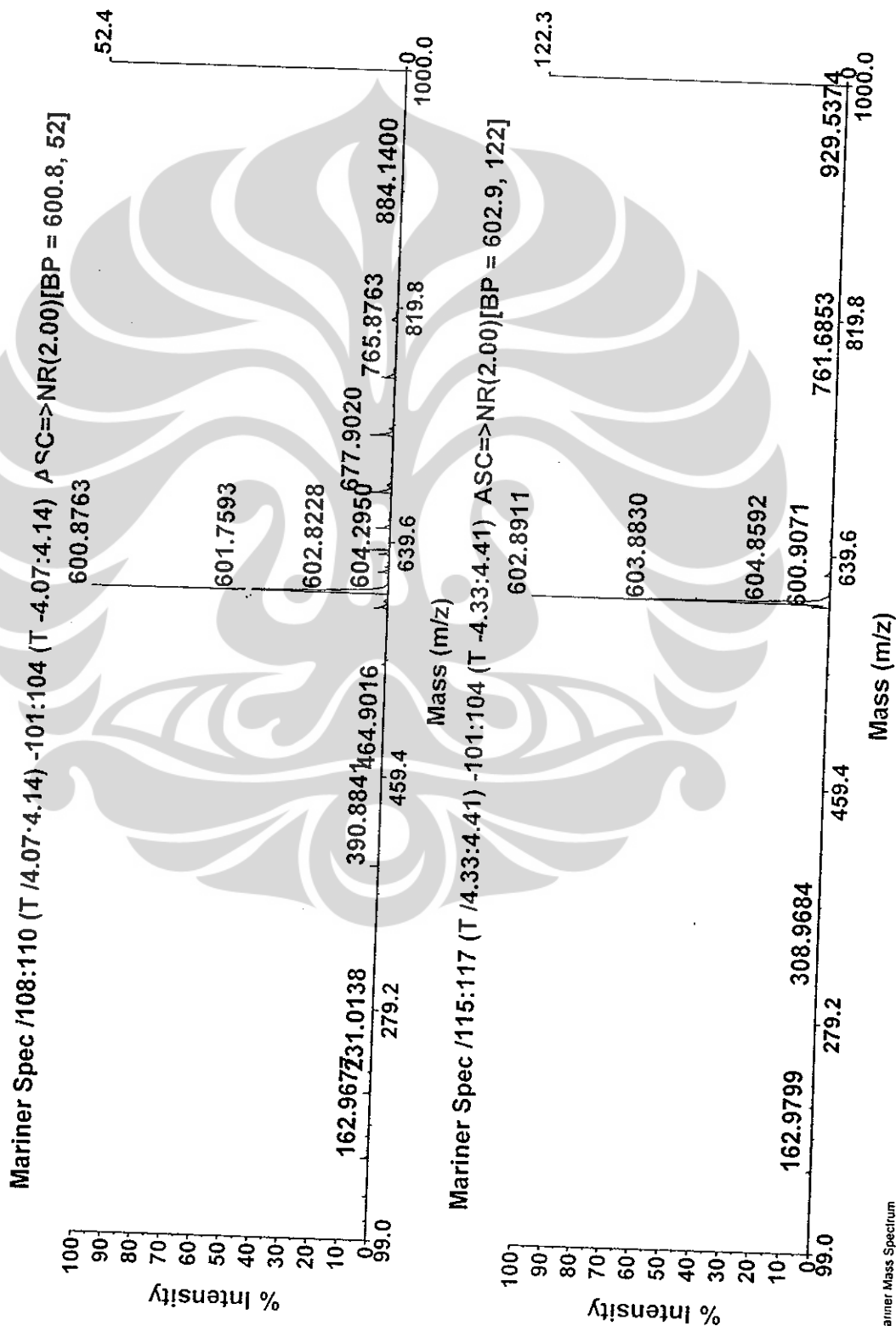


Lampiran 3. Spektrum LC-MS GML-1 (a)



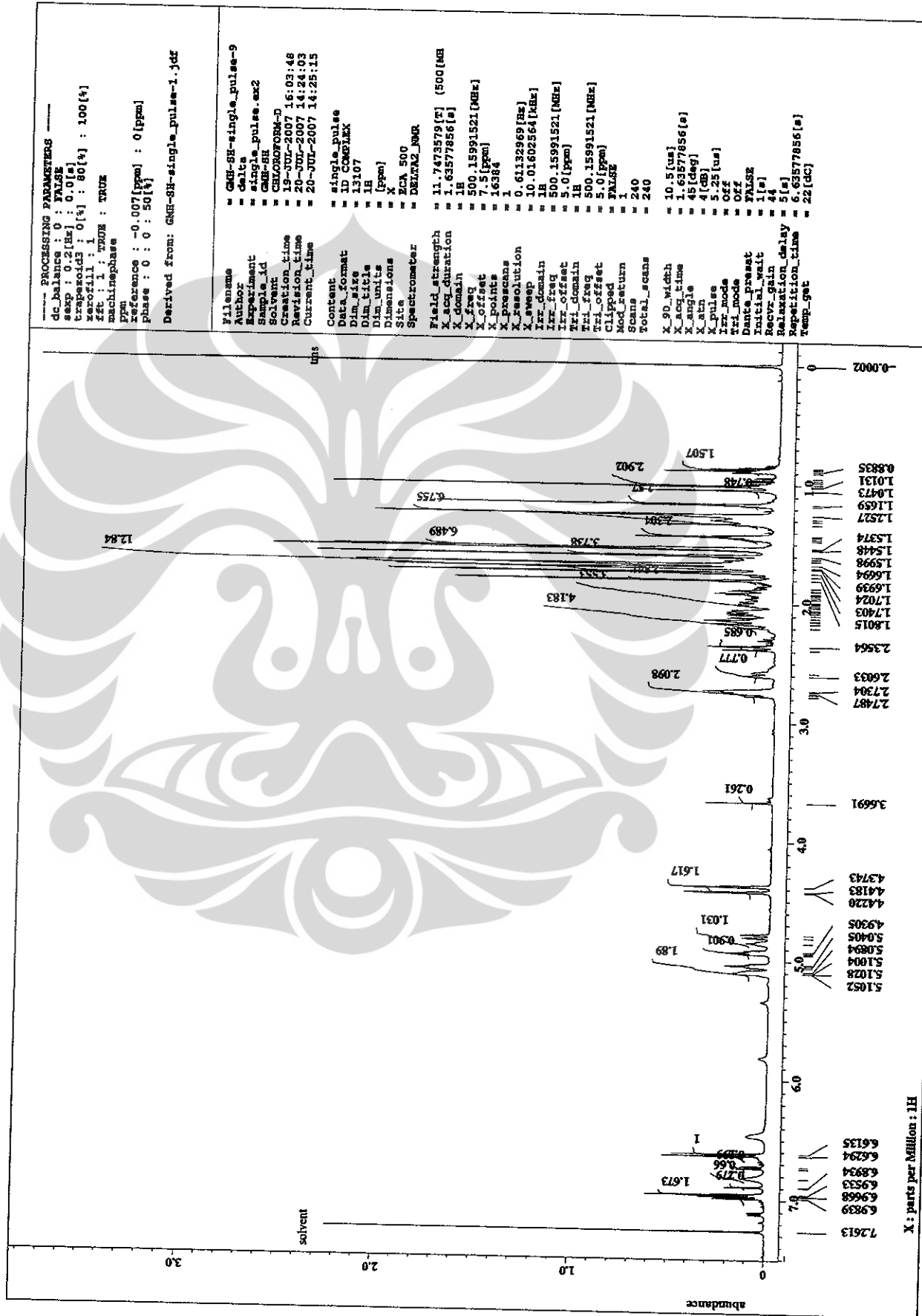
Mass Spectrum  
D:\SH GM MeOH 50 %001.dai  
Acquired Aug 01 11:22:00 2005

Lampiran 3. Spektrum LC-MS GML-1 (b)

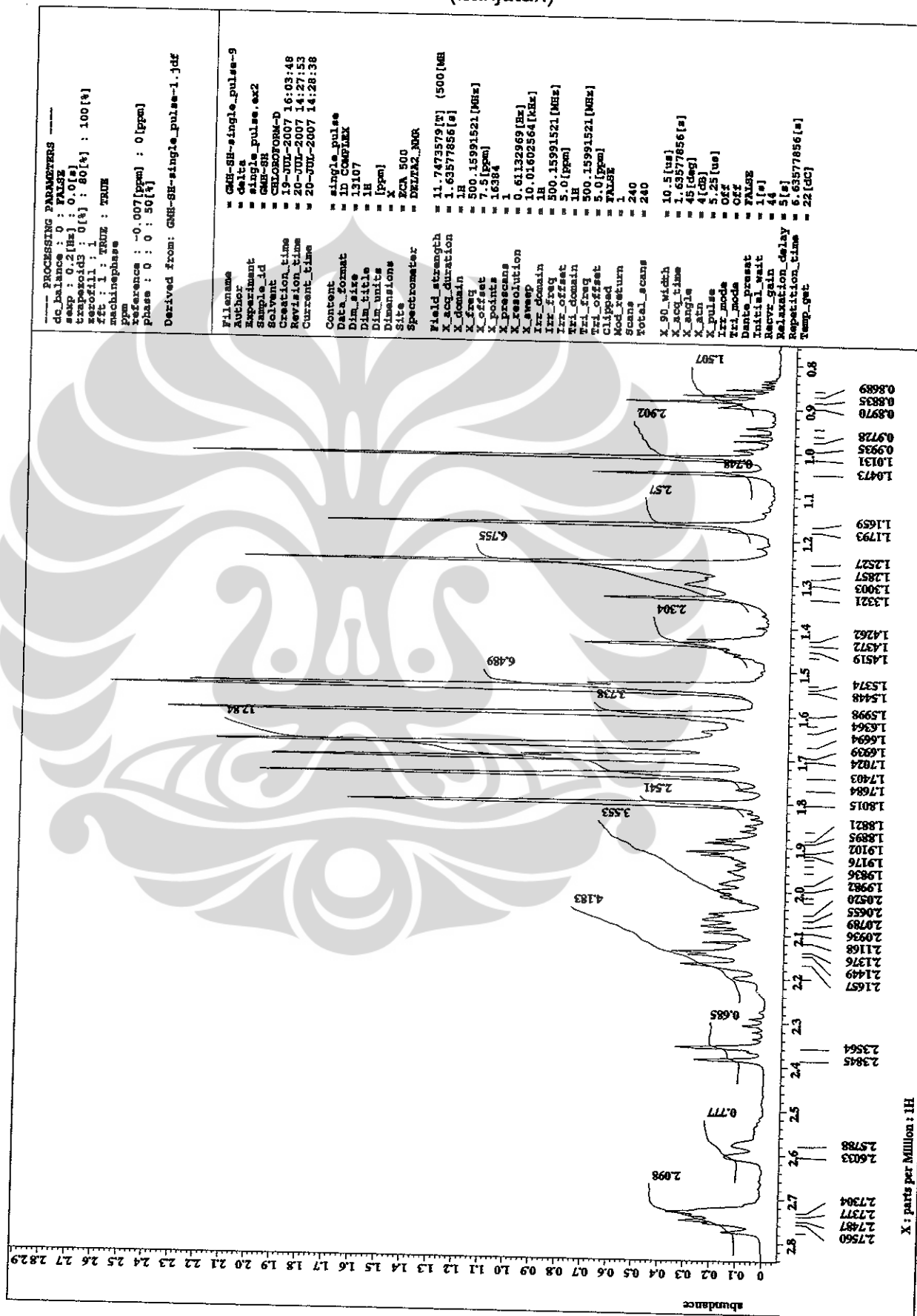


Mariner Mass Spectrum  
 D:\ISH GM MeOH 90.%\001.dat  
 Acquired Aug 01 11:22:00 2005

Lampiran 4. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-1

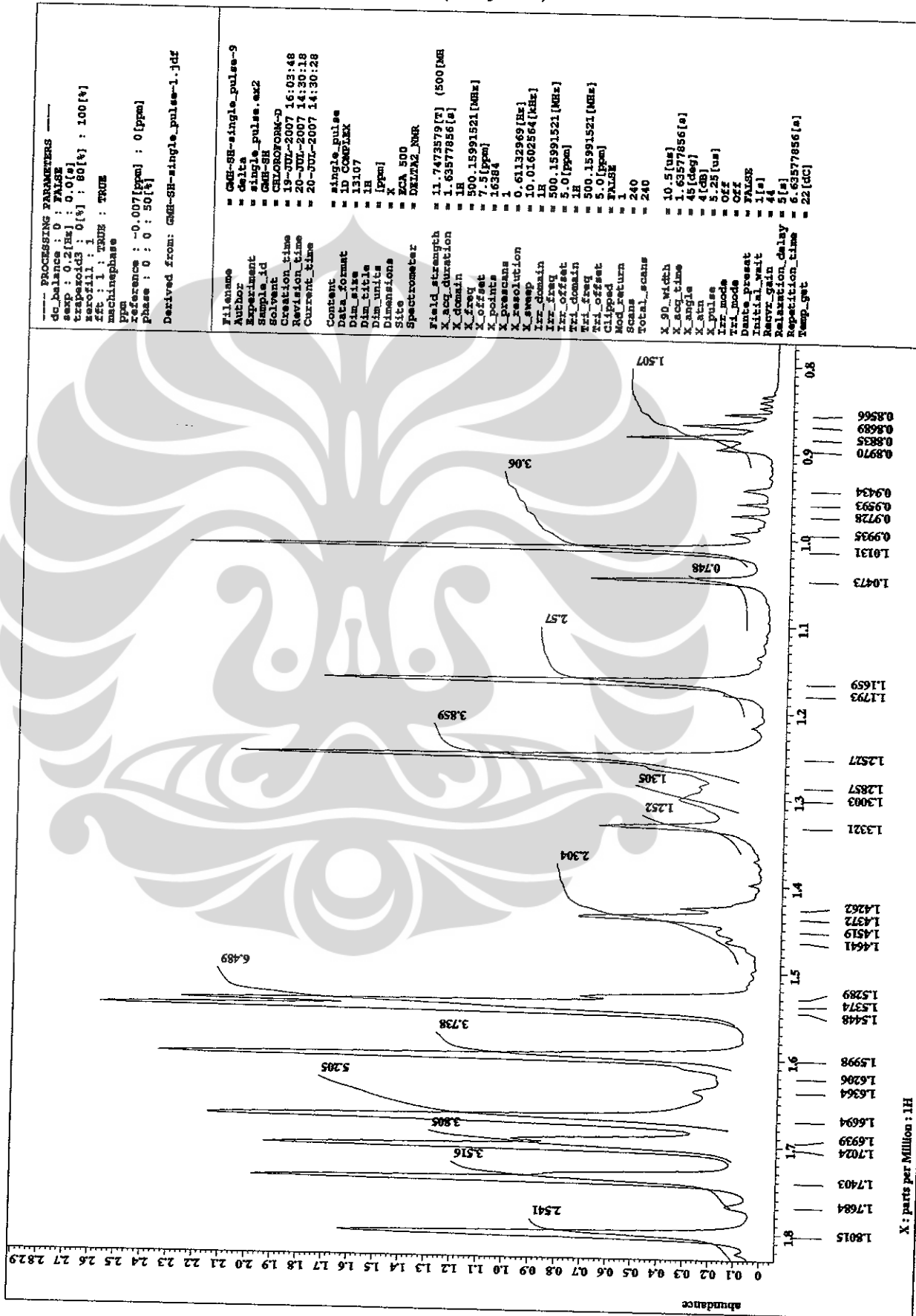


### Lampiran 4. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-1 (Lanjutan)

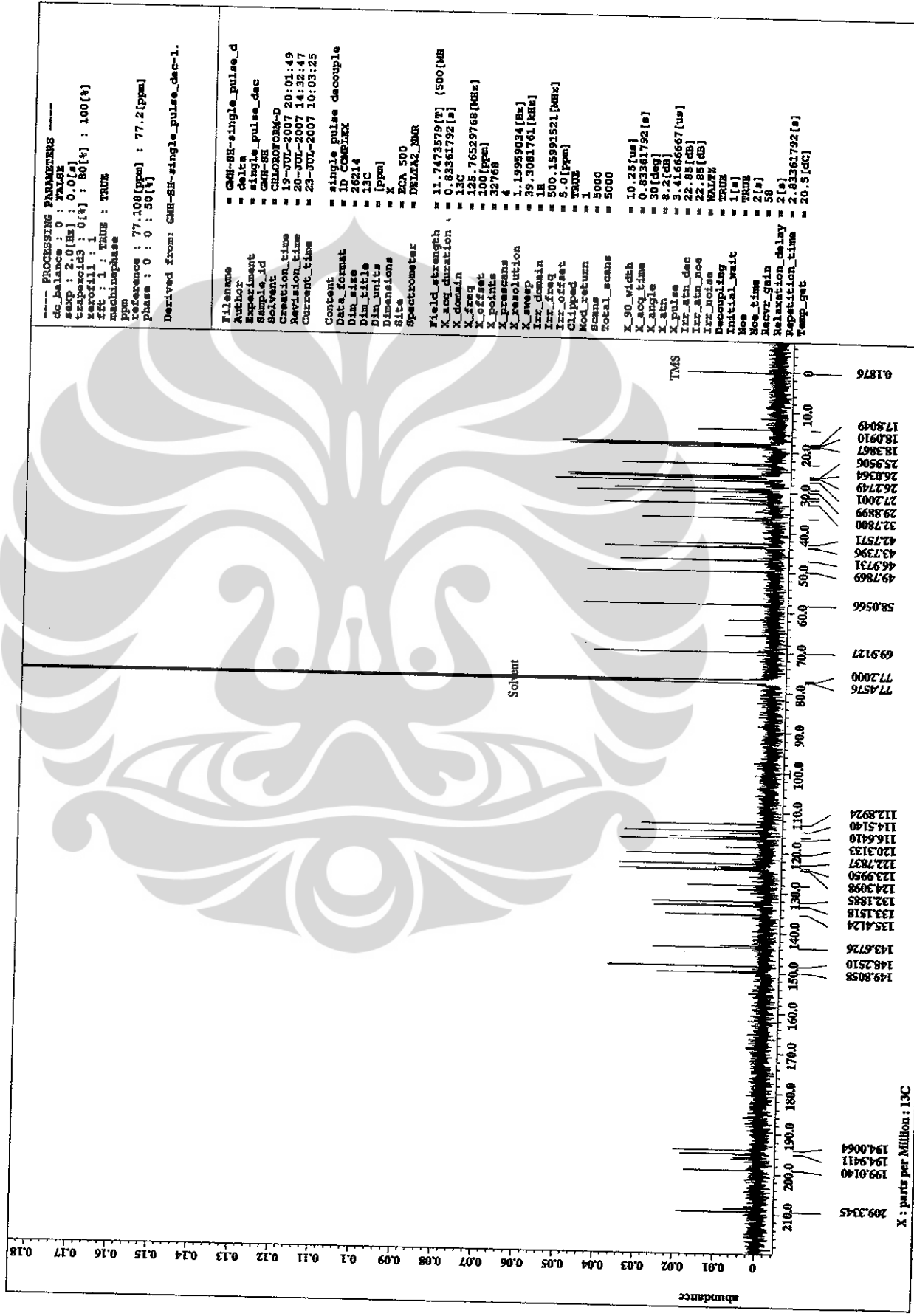




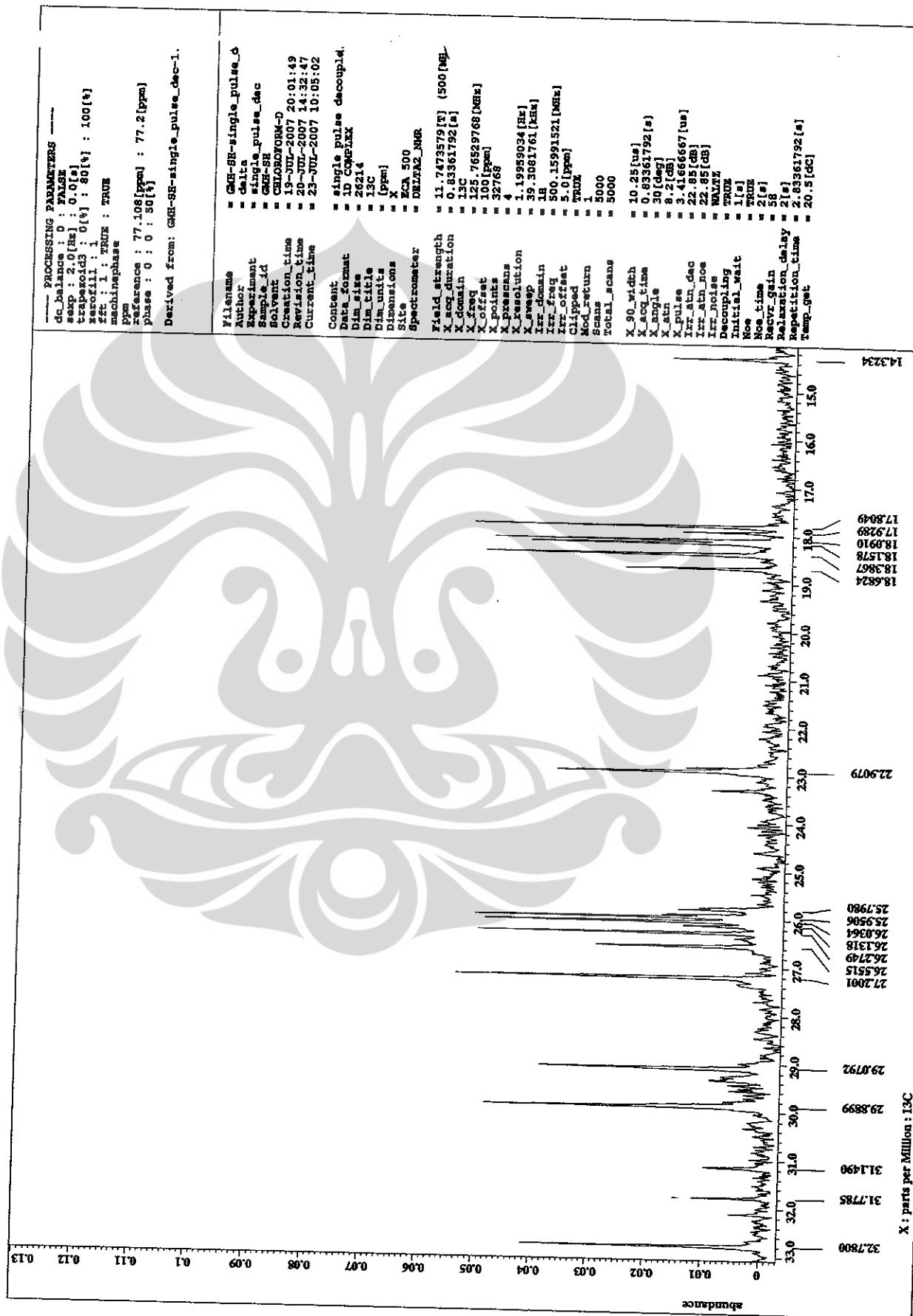
Lampiran 4. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-1 (Lanjutan)



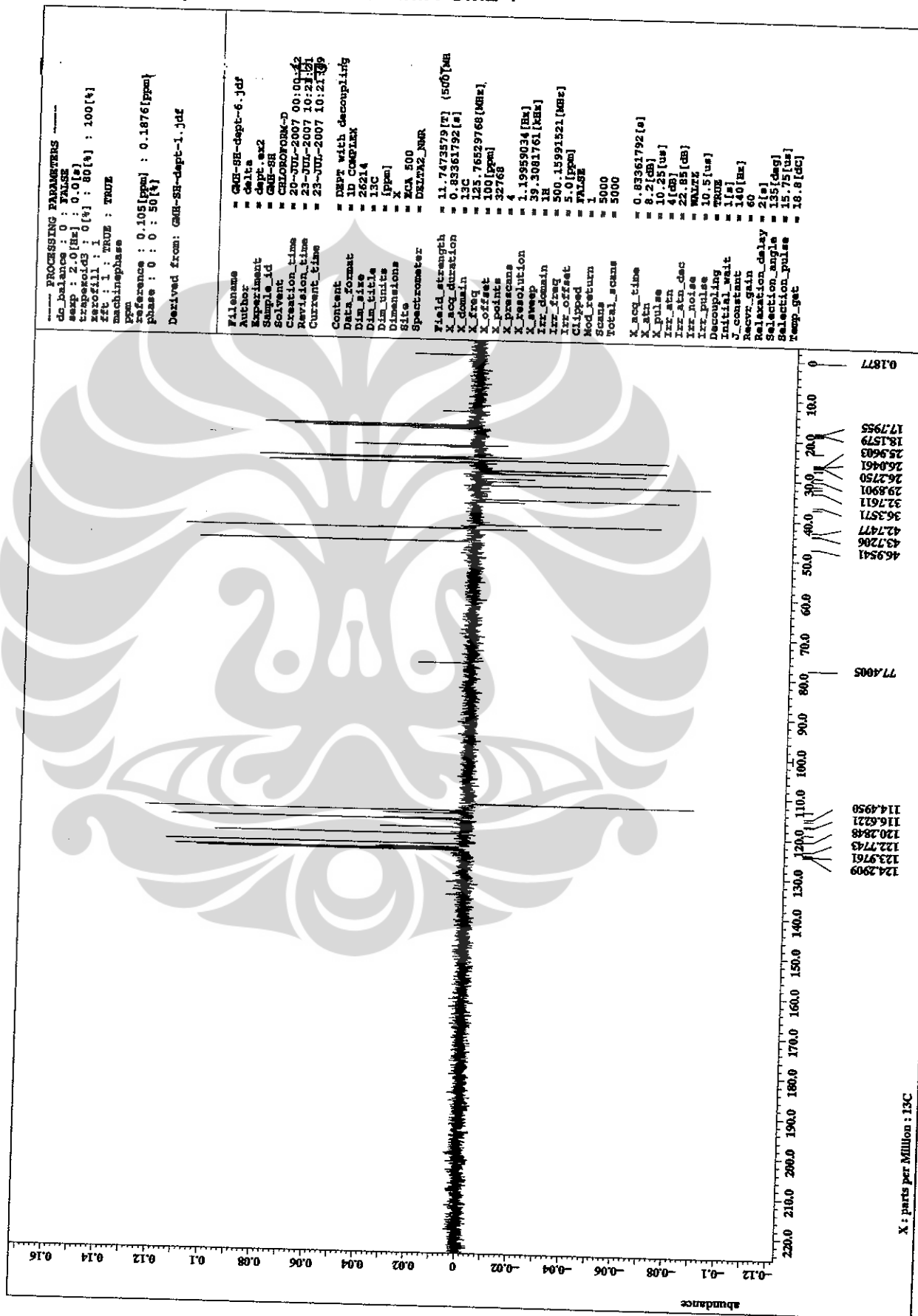
# Lampiran 5. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-1



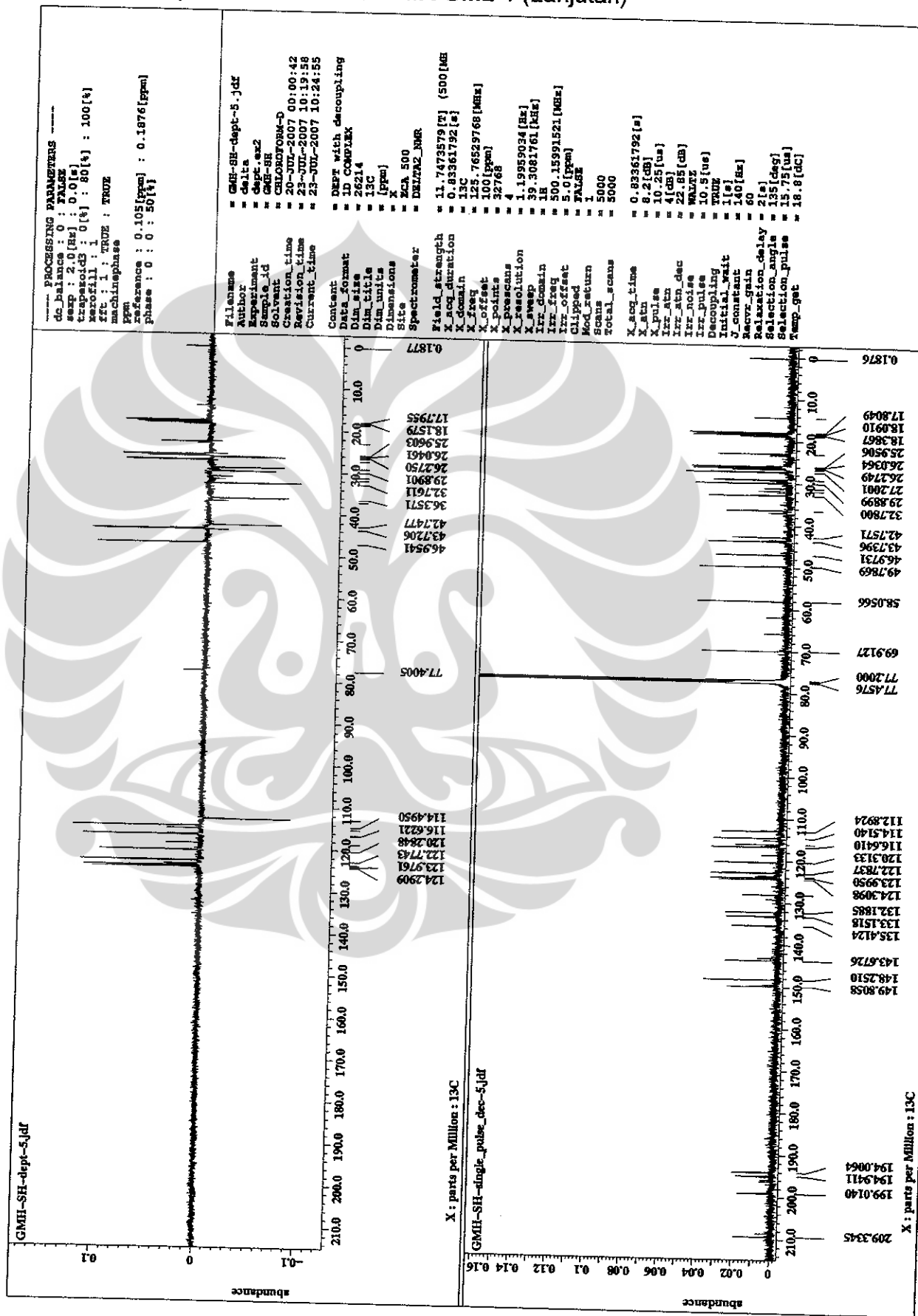
# Lampiran 5. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-1 (Lanjutan)



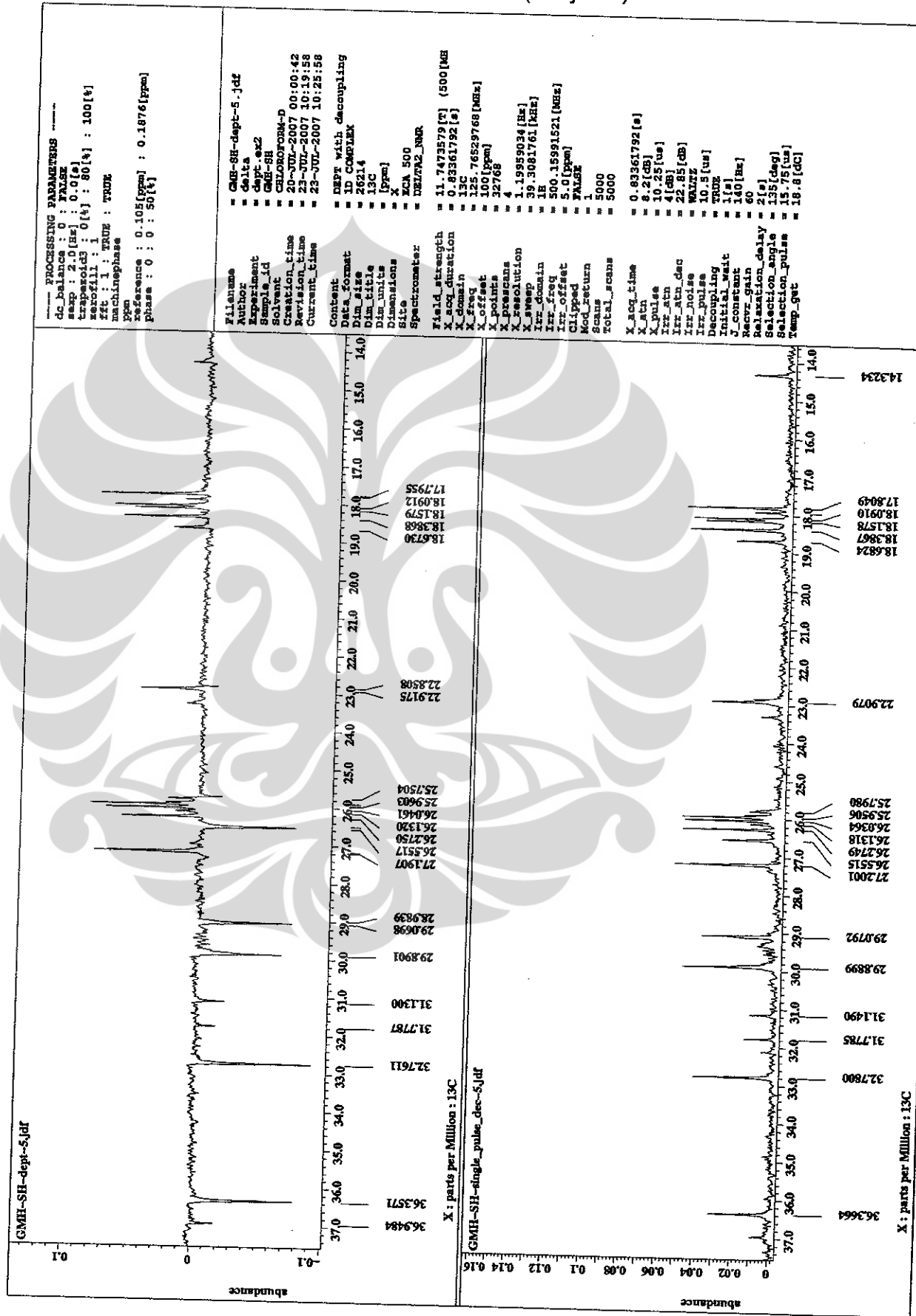
# Lampiran 6. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-1



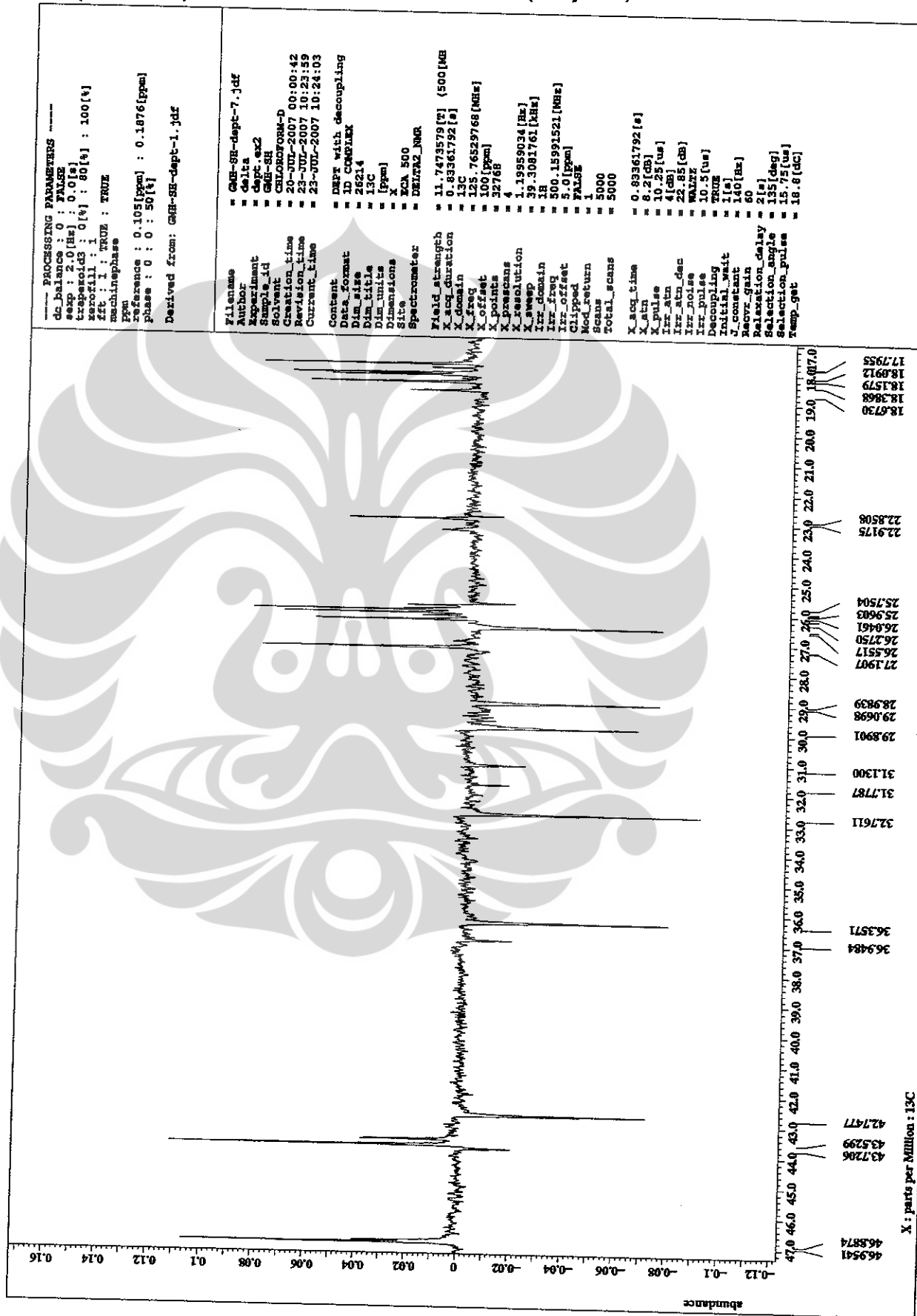
# Lampiran 6. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-1 (Lanjutan)



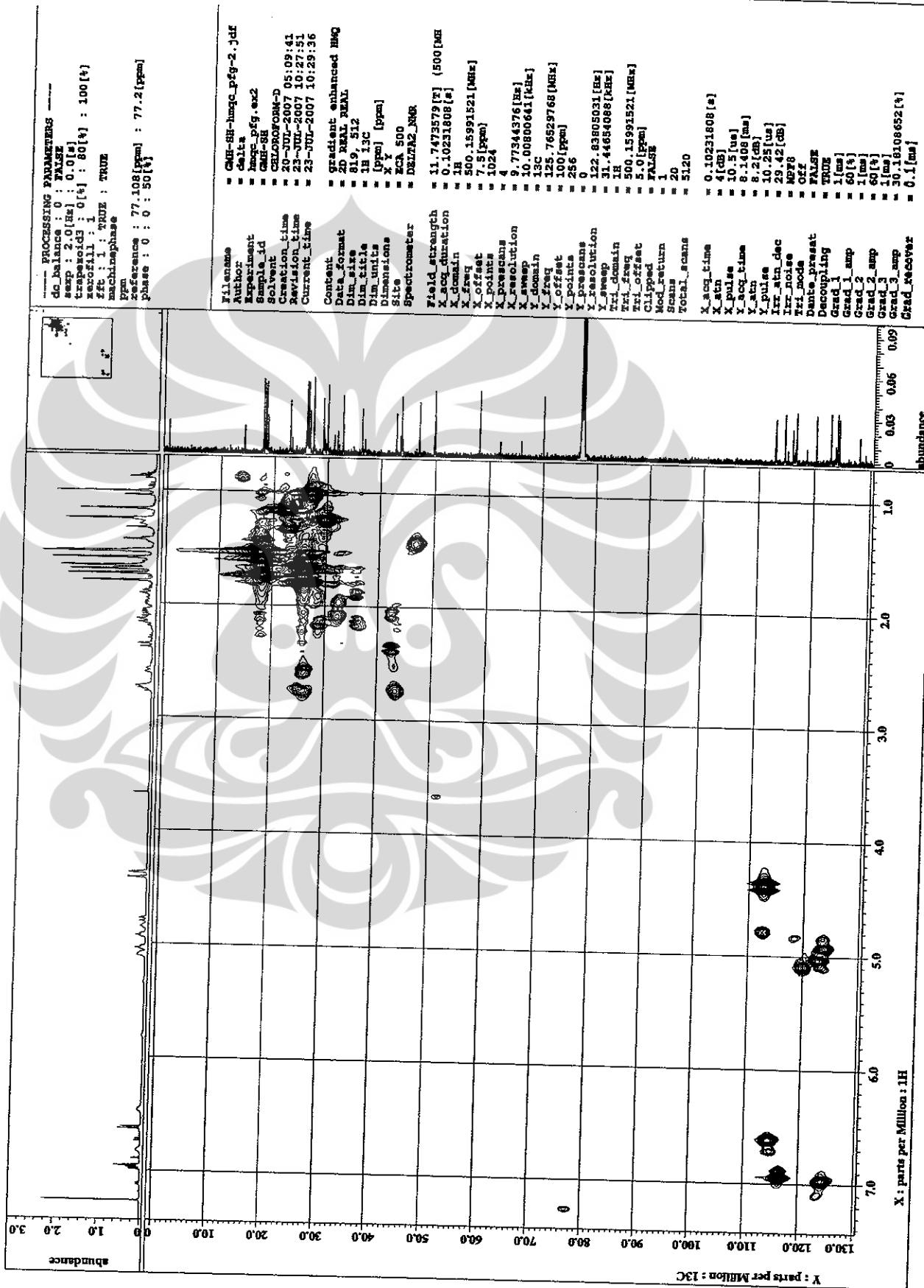
Lampiran 6. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-1 (Lanjutan)



# Lampiran 6. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-1 (Lanjutan)

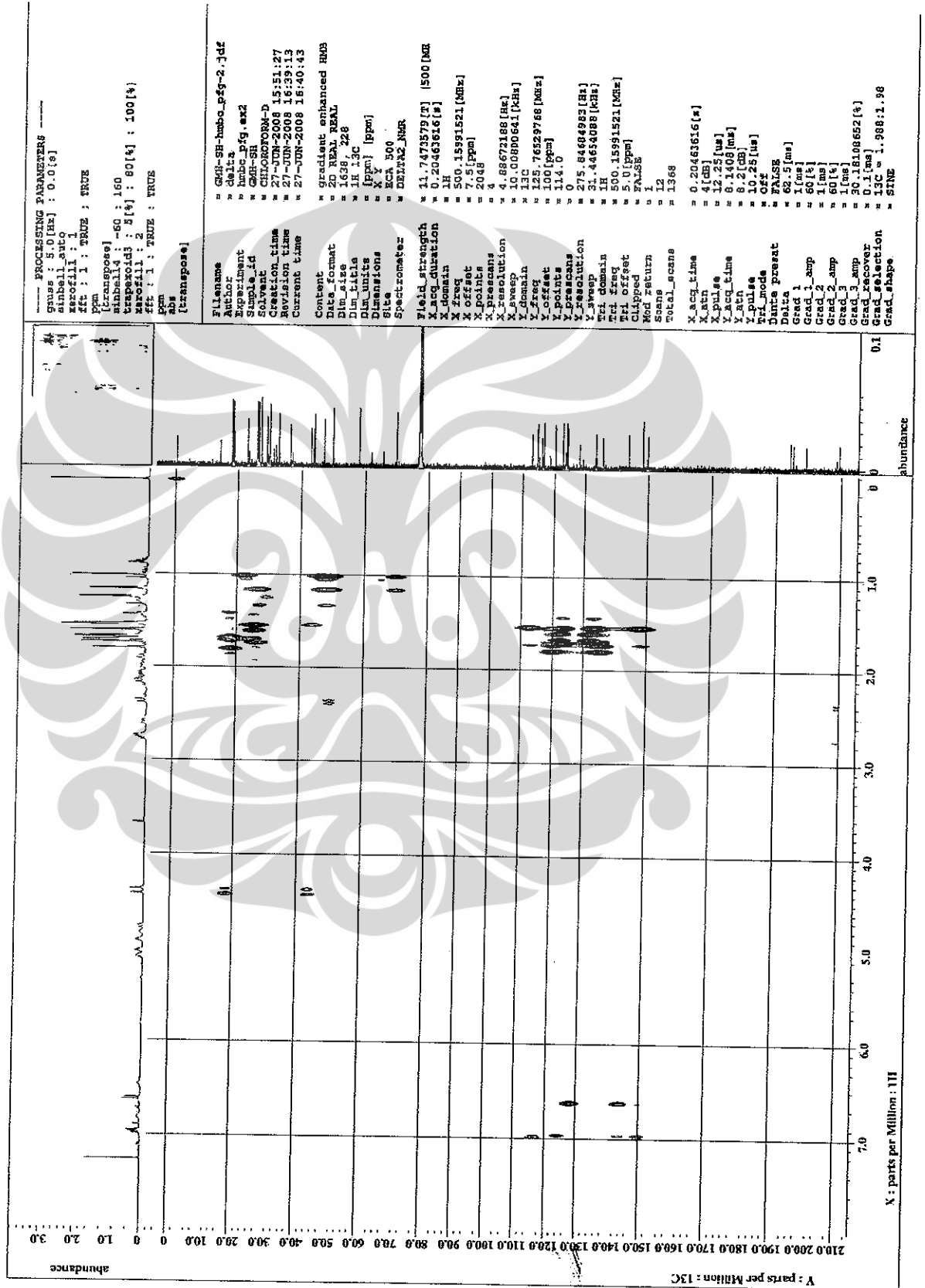


# Lampiran 7. Spektrum HMQC GML-1





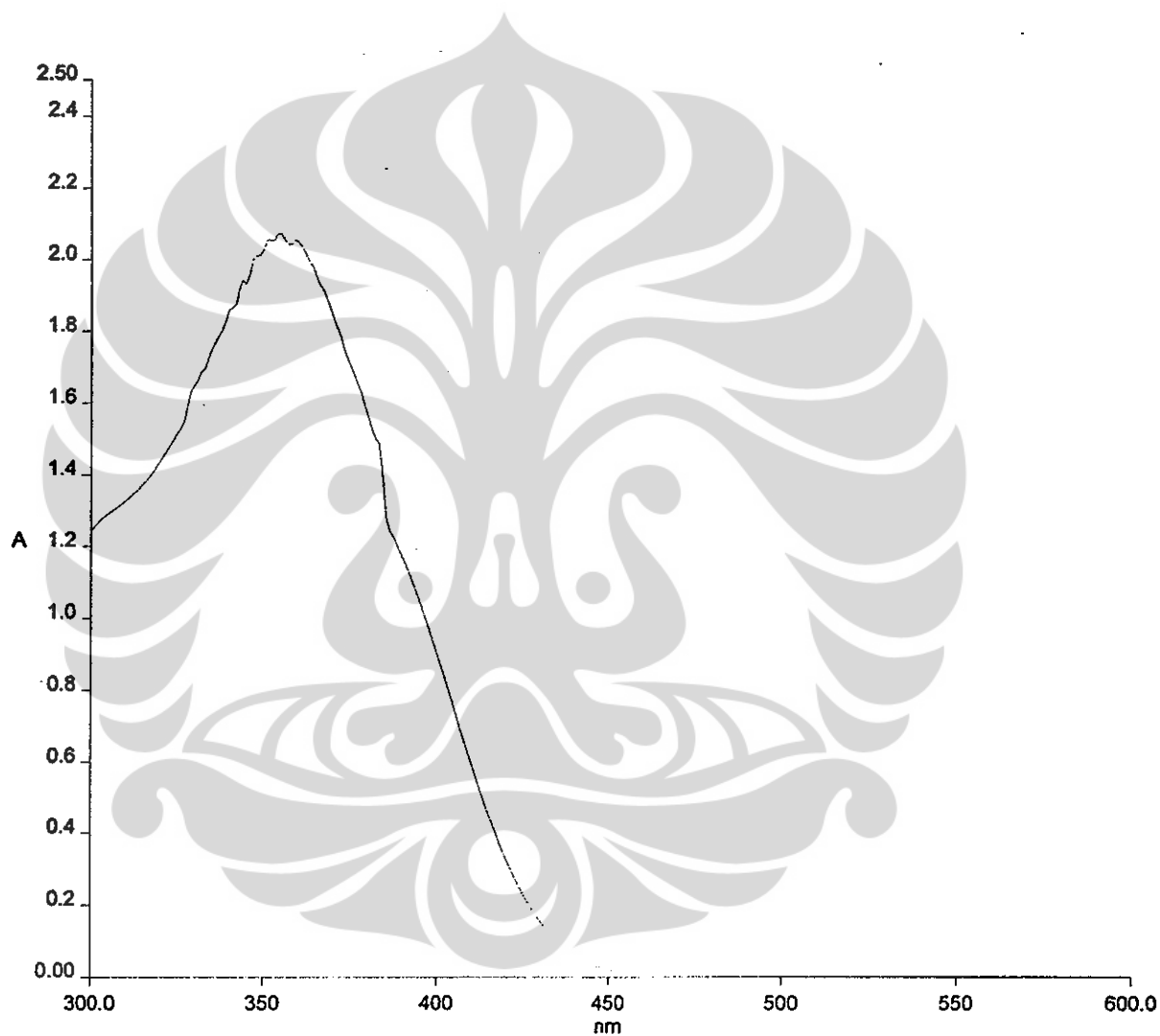
# Lampiran 8. Spektrum HMBC GML-1



## Lampiran 9. Spektrum UV-Visible GML-2

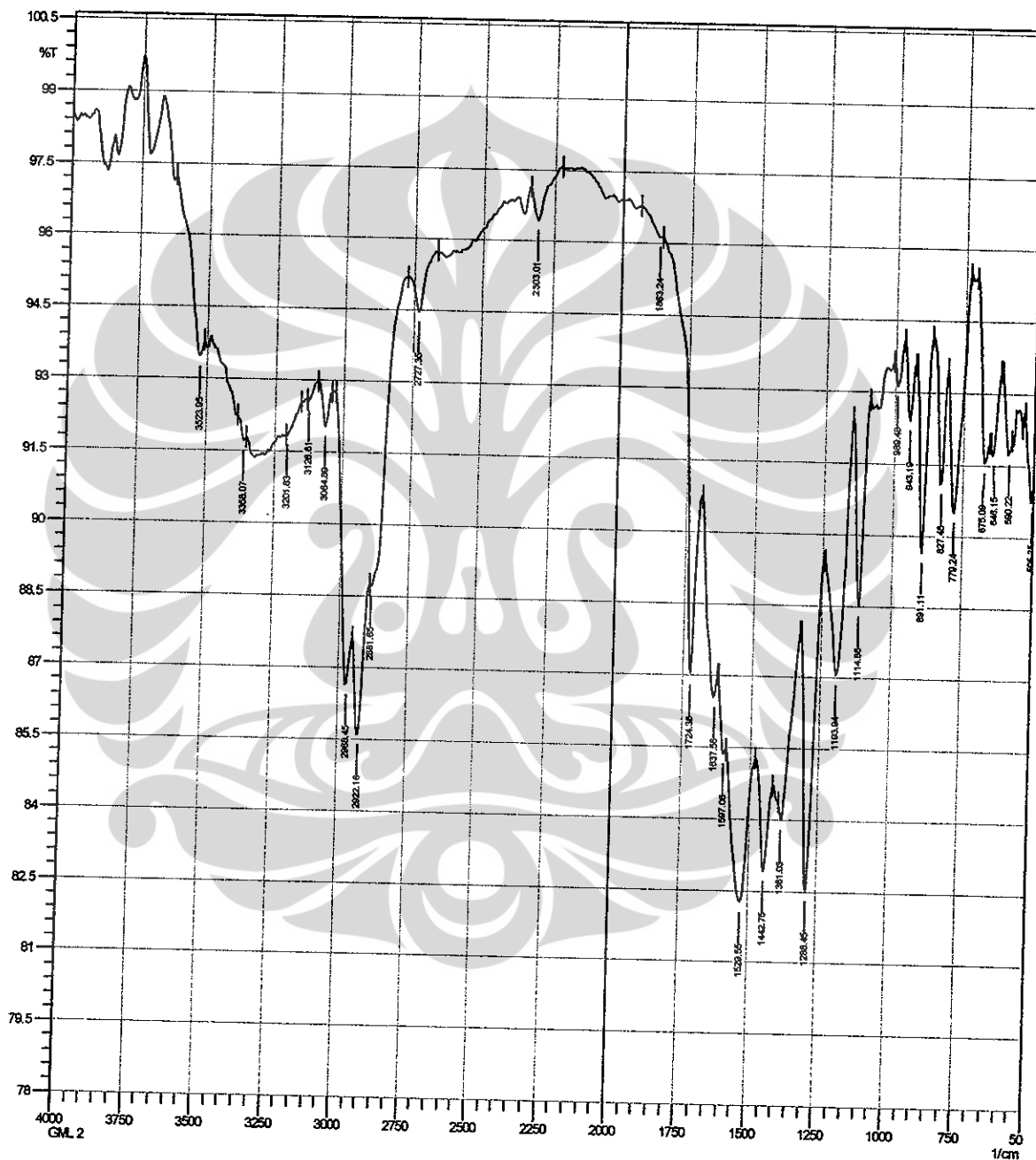
Date: 2/29/2008

Time: 1:29:03 PM

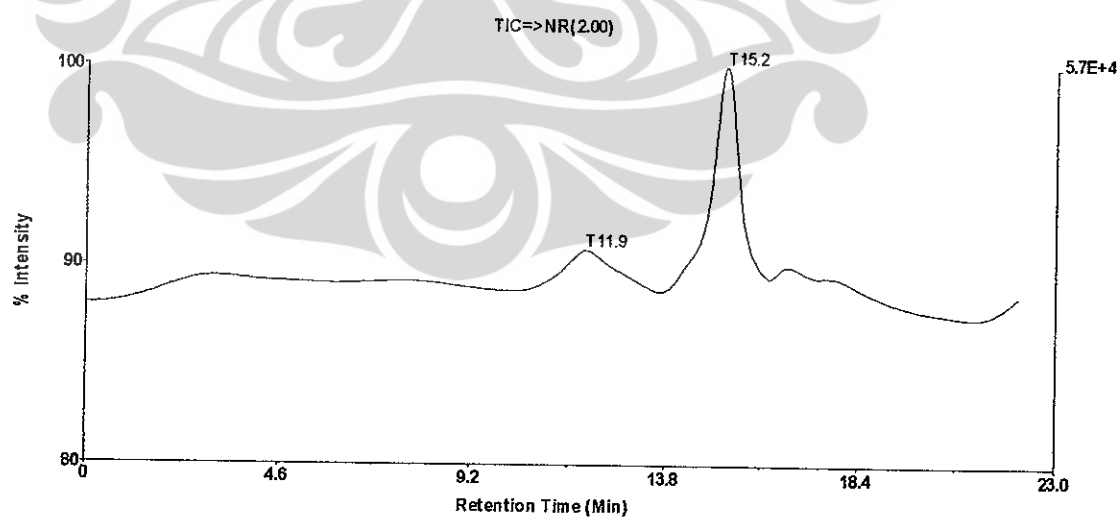
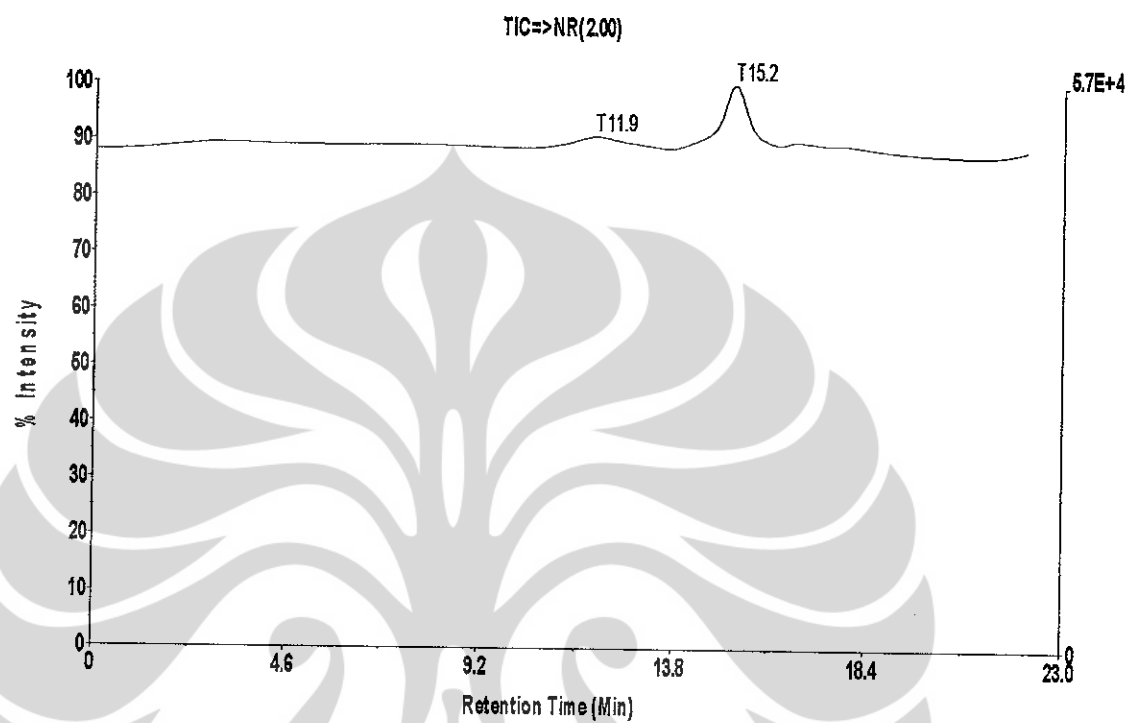


ISOLATD3.SP - 2/29/2008 - Panjang Gelombang Max dari isolat fraksi heksana

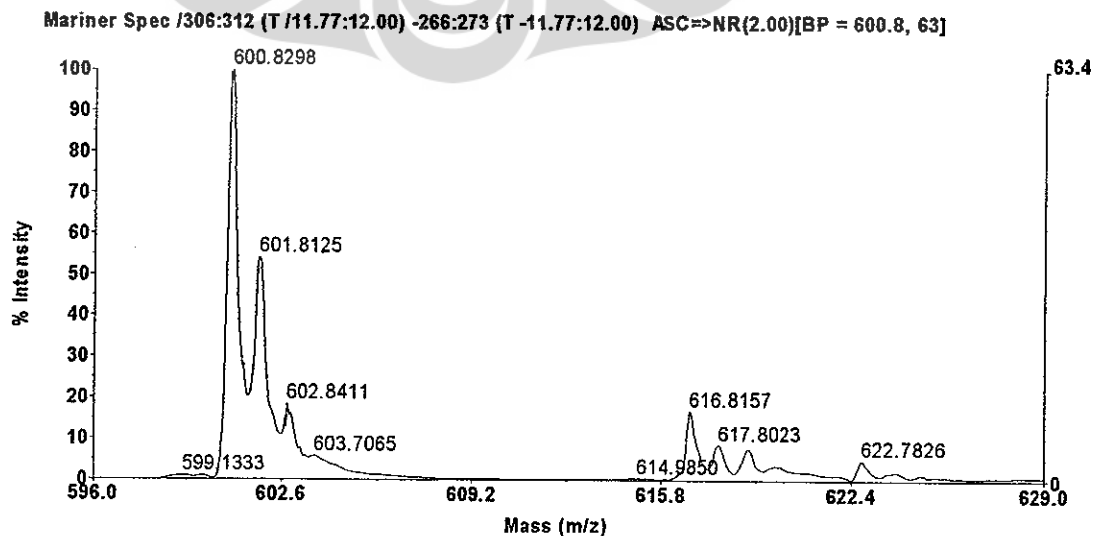
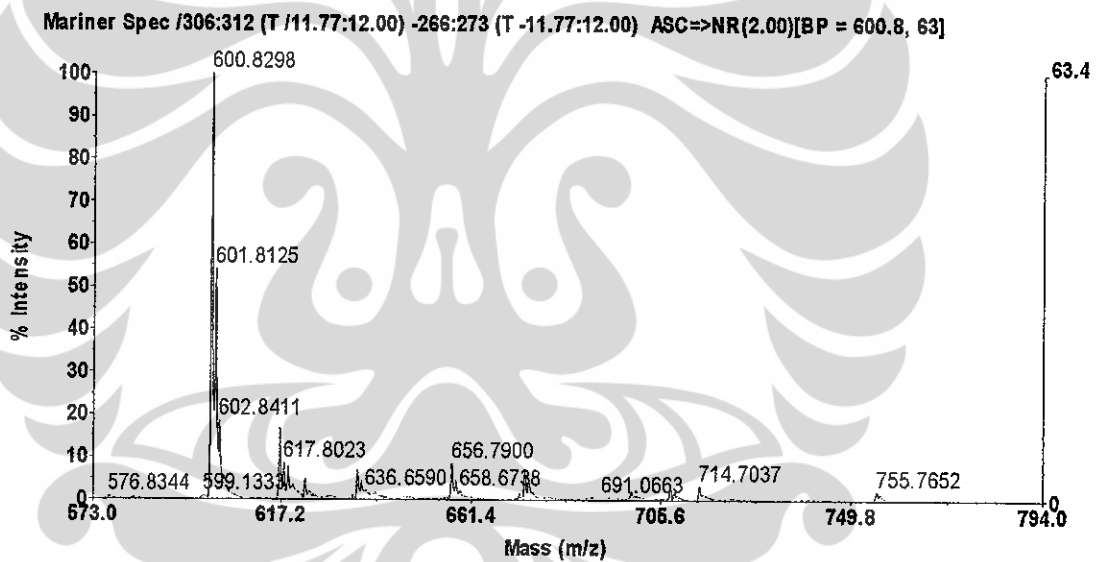
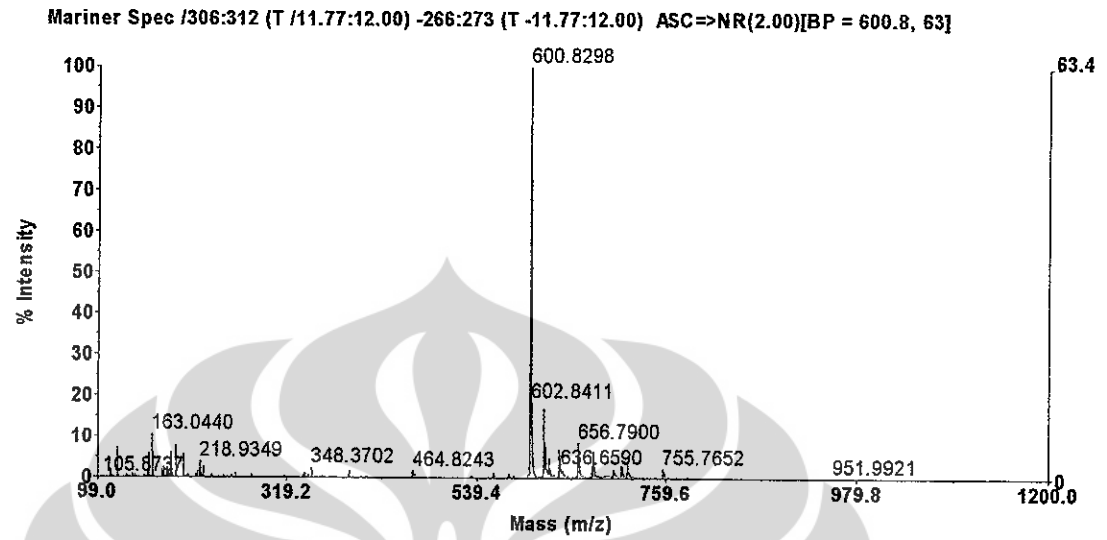
# Lampiran 10. Spektrum IR GML-2



# Lampiran 11. Spektrum LC-MS GML-2 (a)

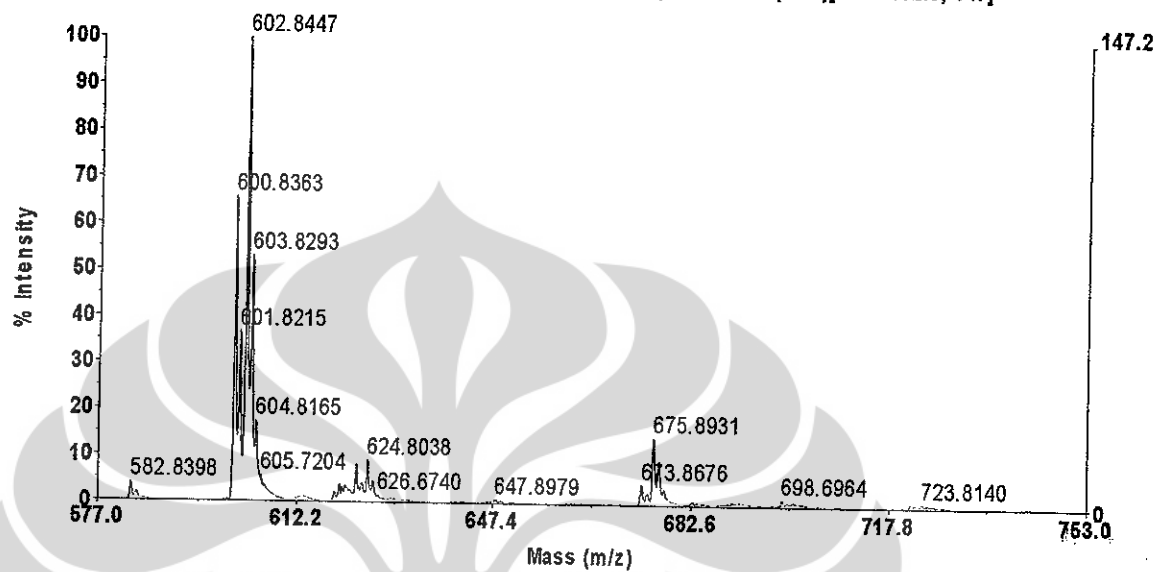


## Lampiran 12. Spektrum LC-MS GML-2 (b)

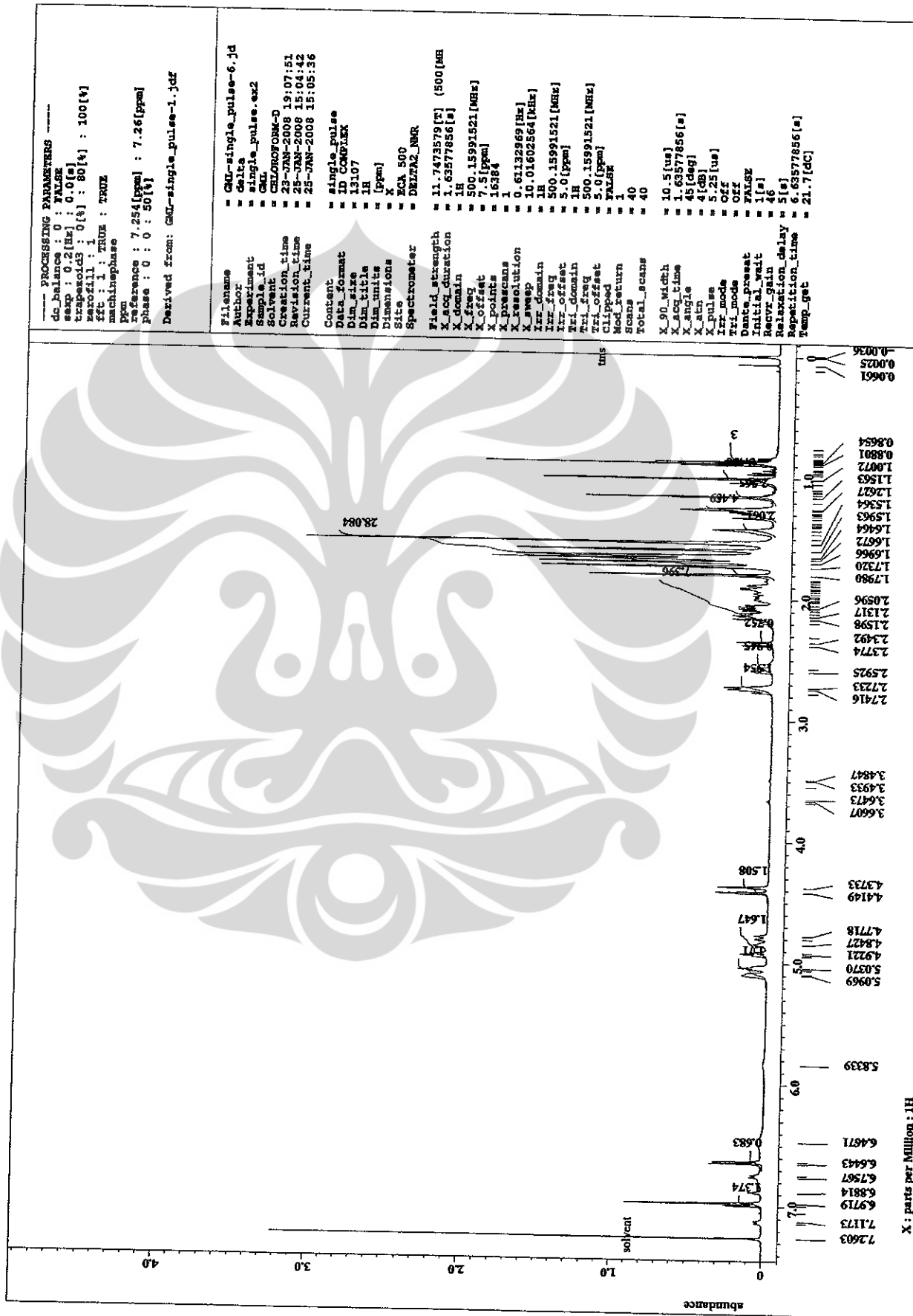


### Lampiran 13. Spektrum LC-MS GML-2 (c)

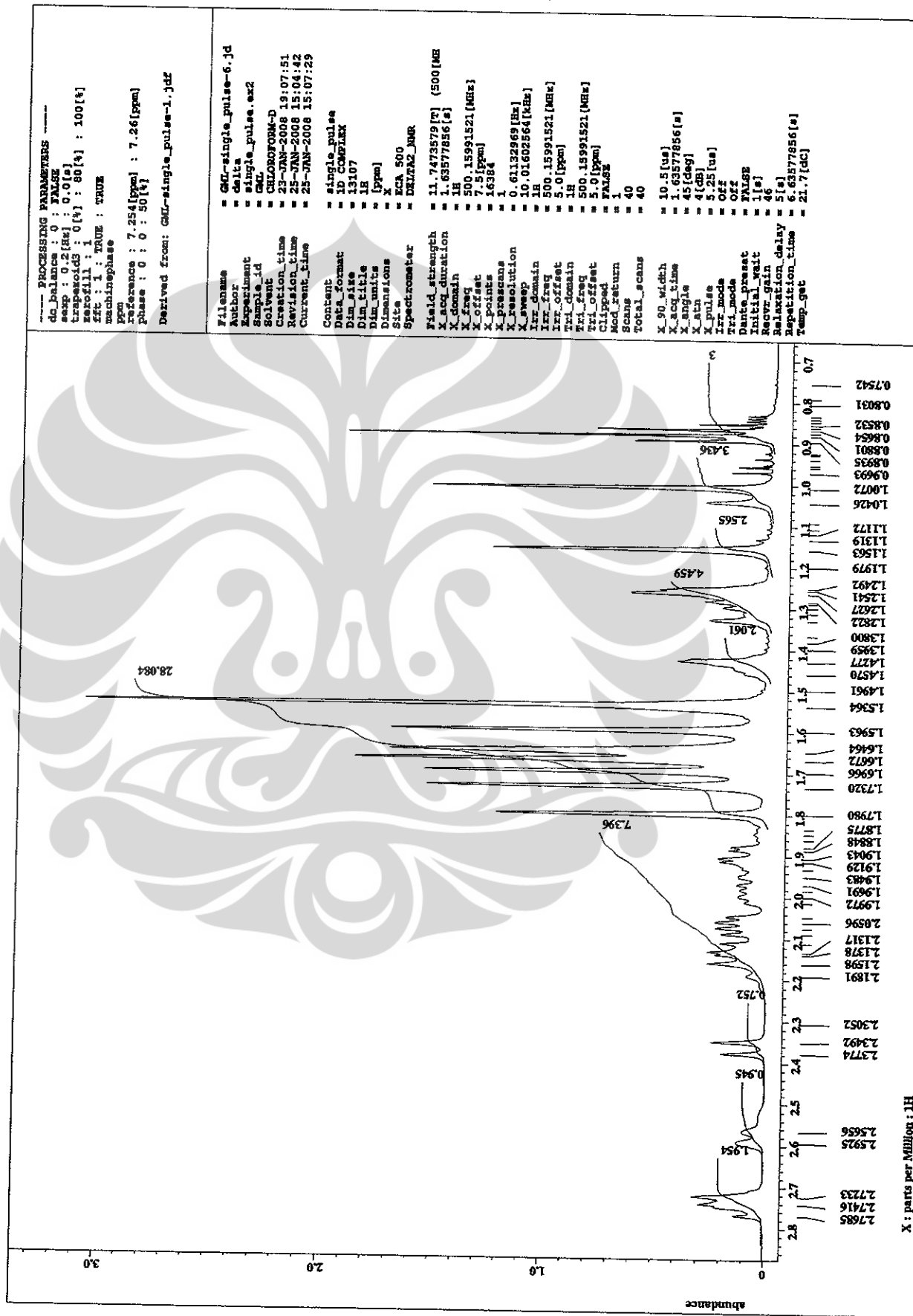
Mariner Spec /392:398 (T /15.09:15.32) -351:360 (T -15.09:15.32) ASC=>NR(2.00)[BP = 602.8, 147]



Lampiran 14. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-2

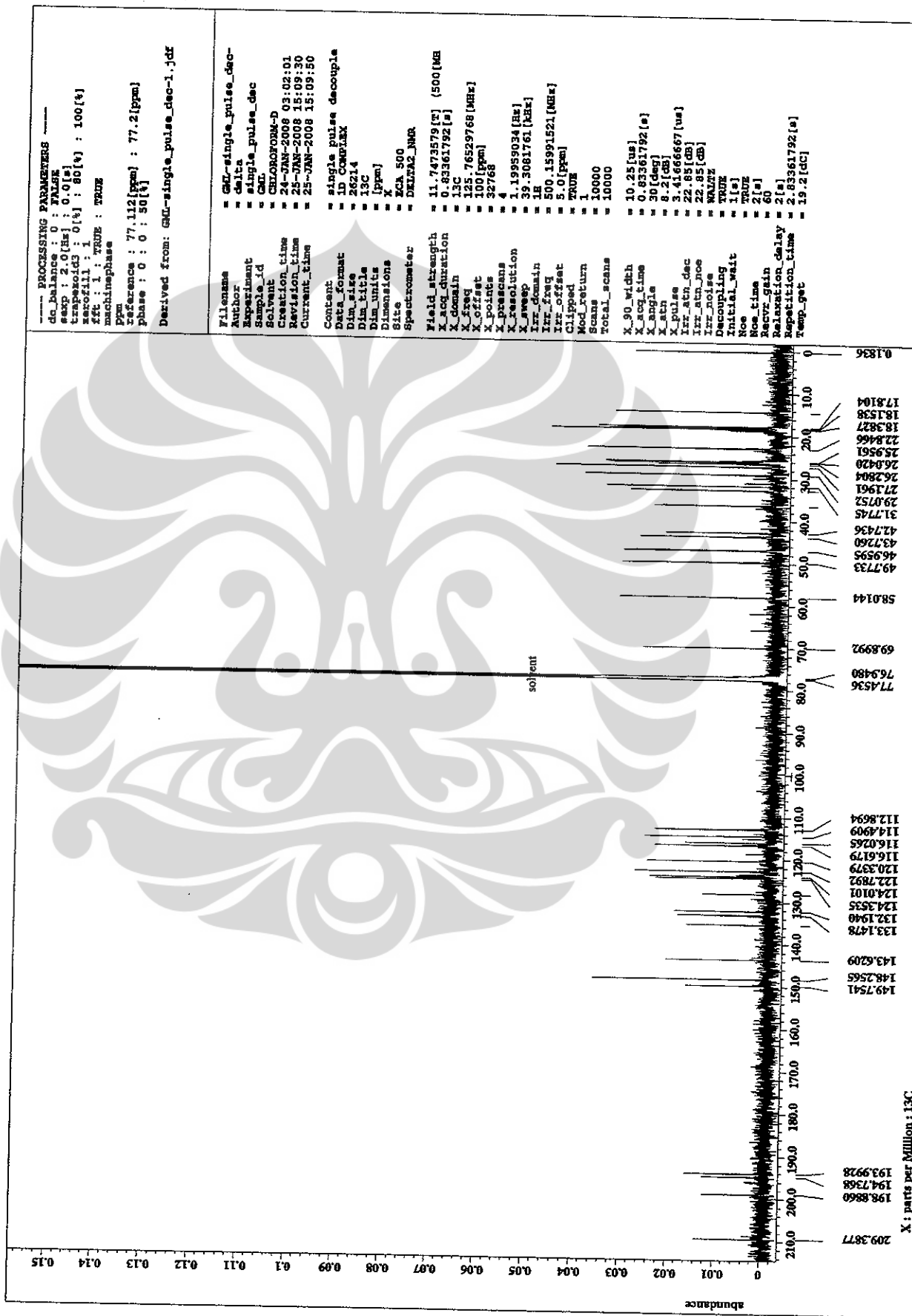


# Lampiran 14. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-2 (Lanjutan)

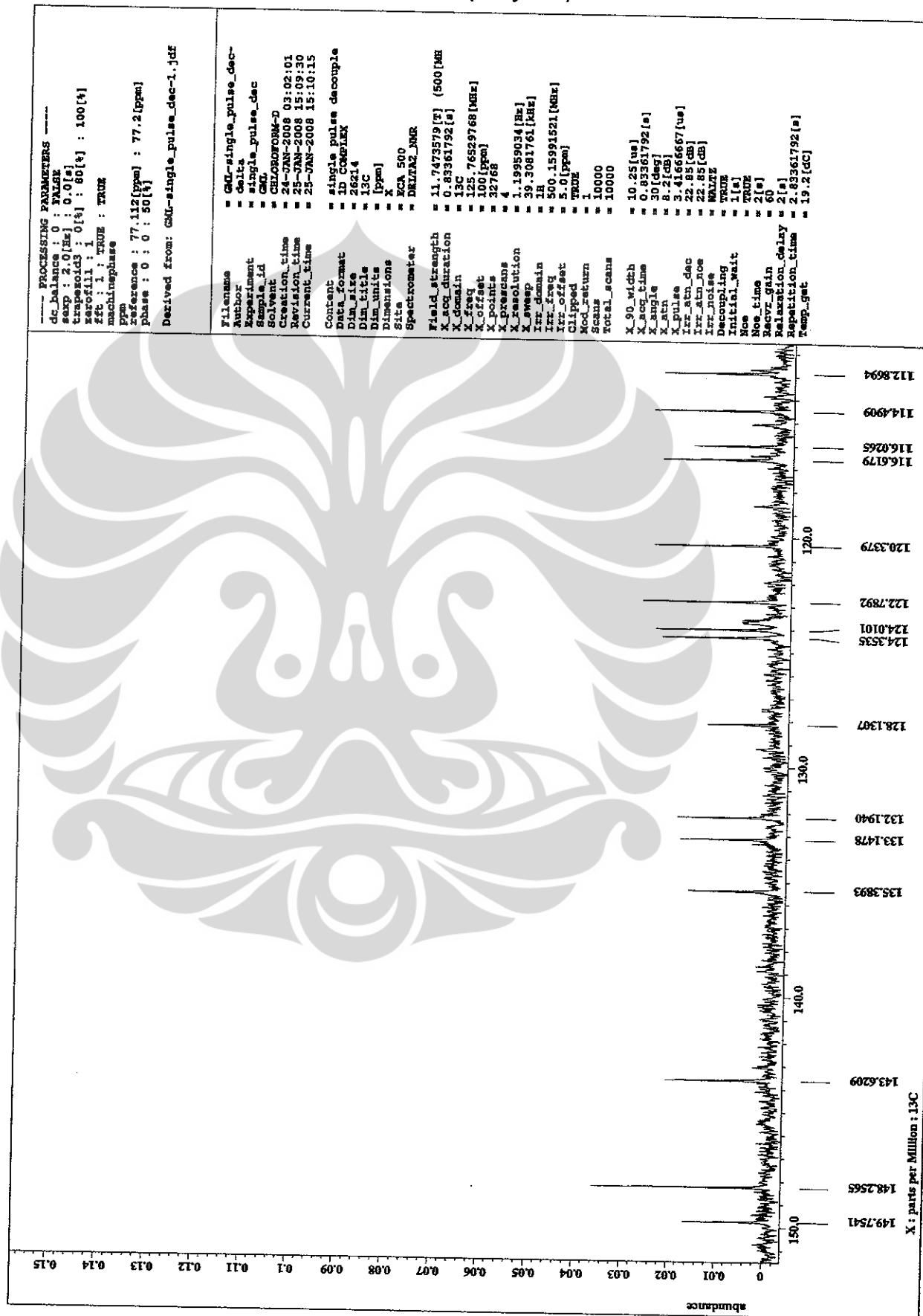




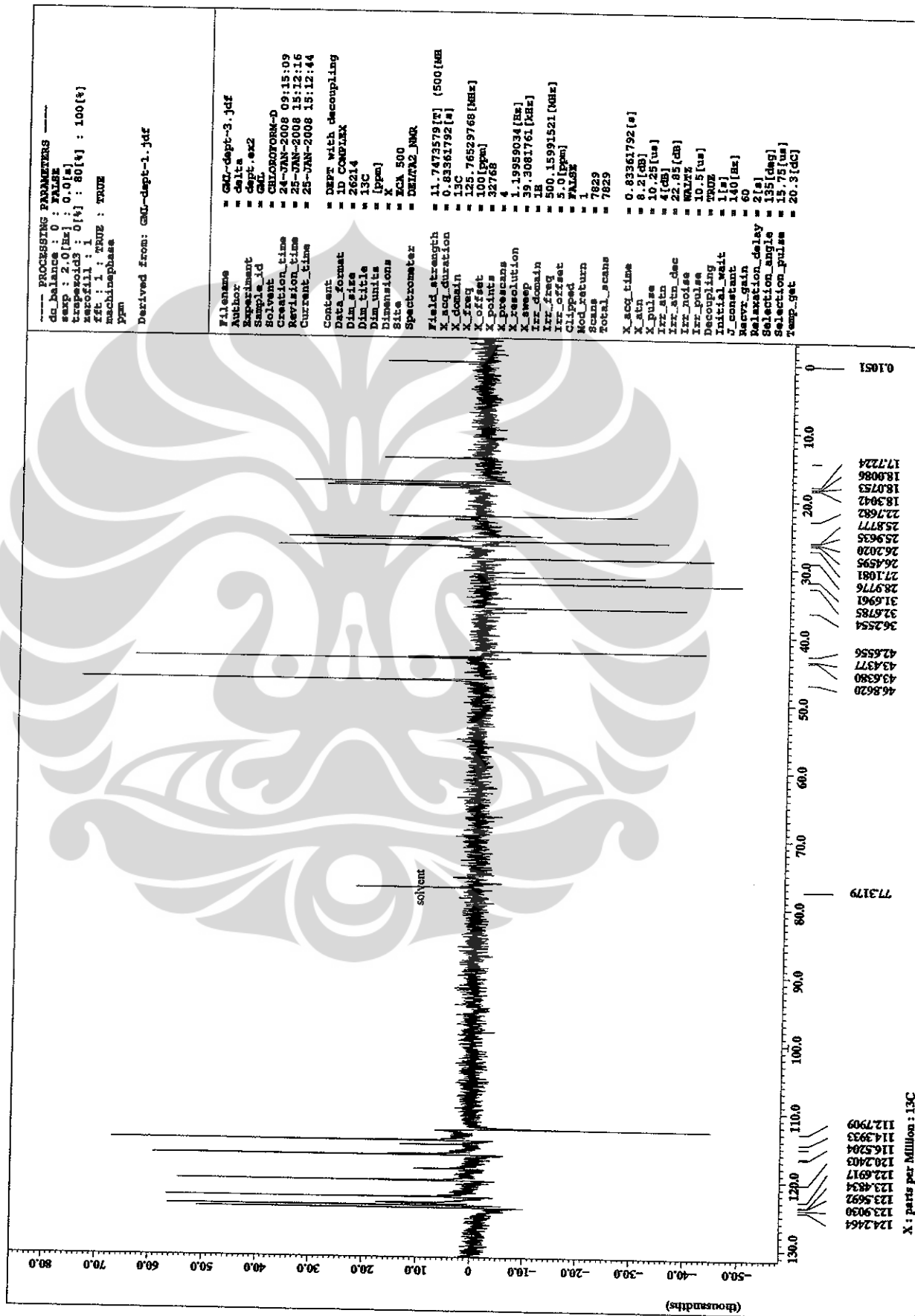
Lampiran 15. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-2



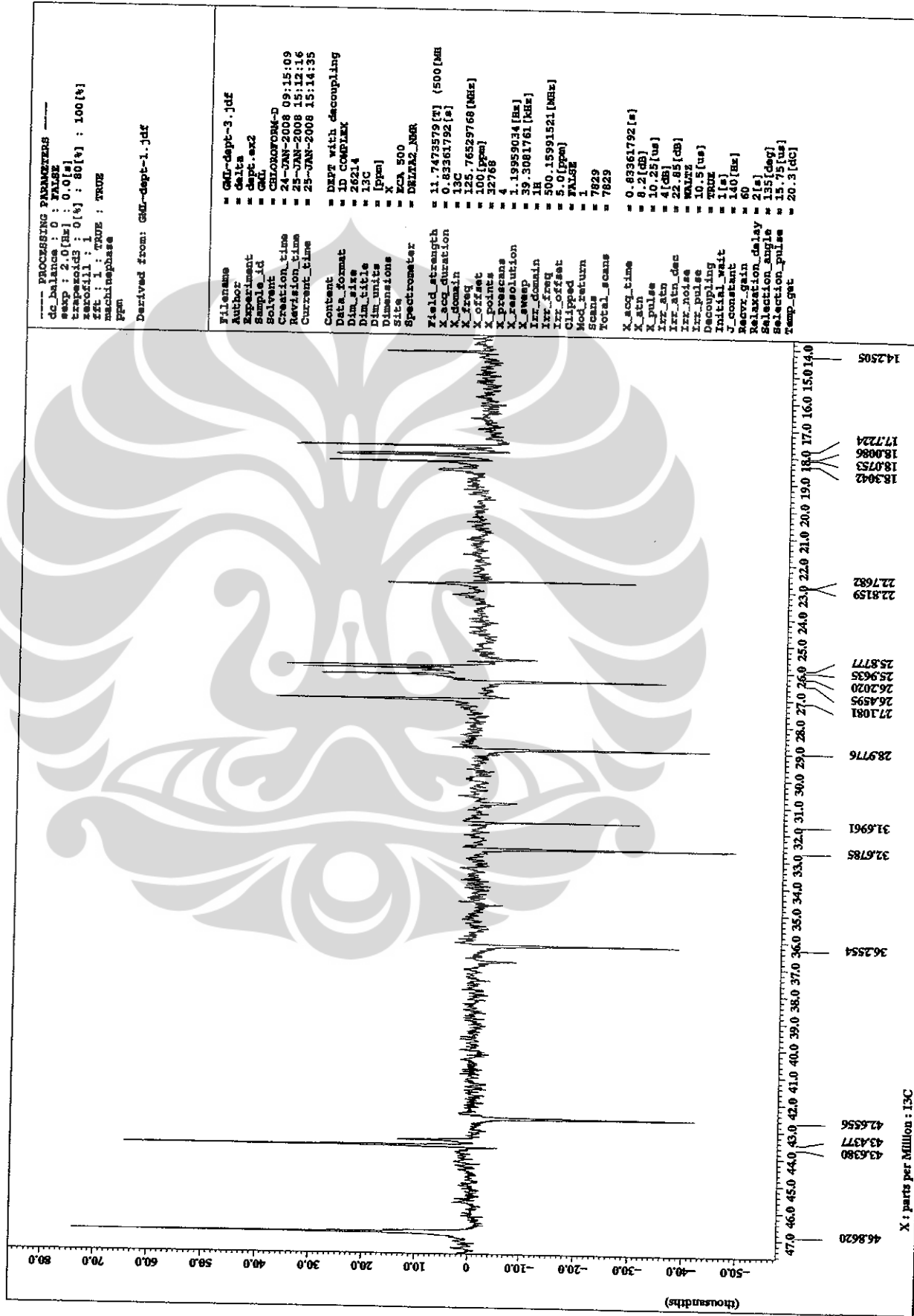
Lampiran 15. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-2 (Lanjutan)



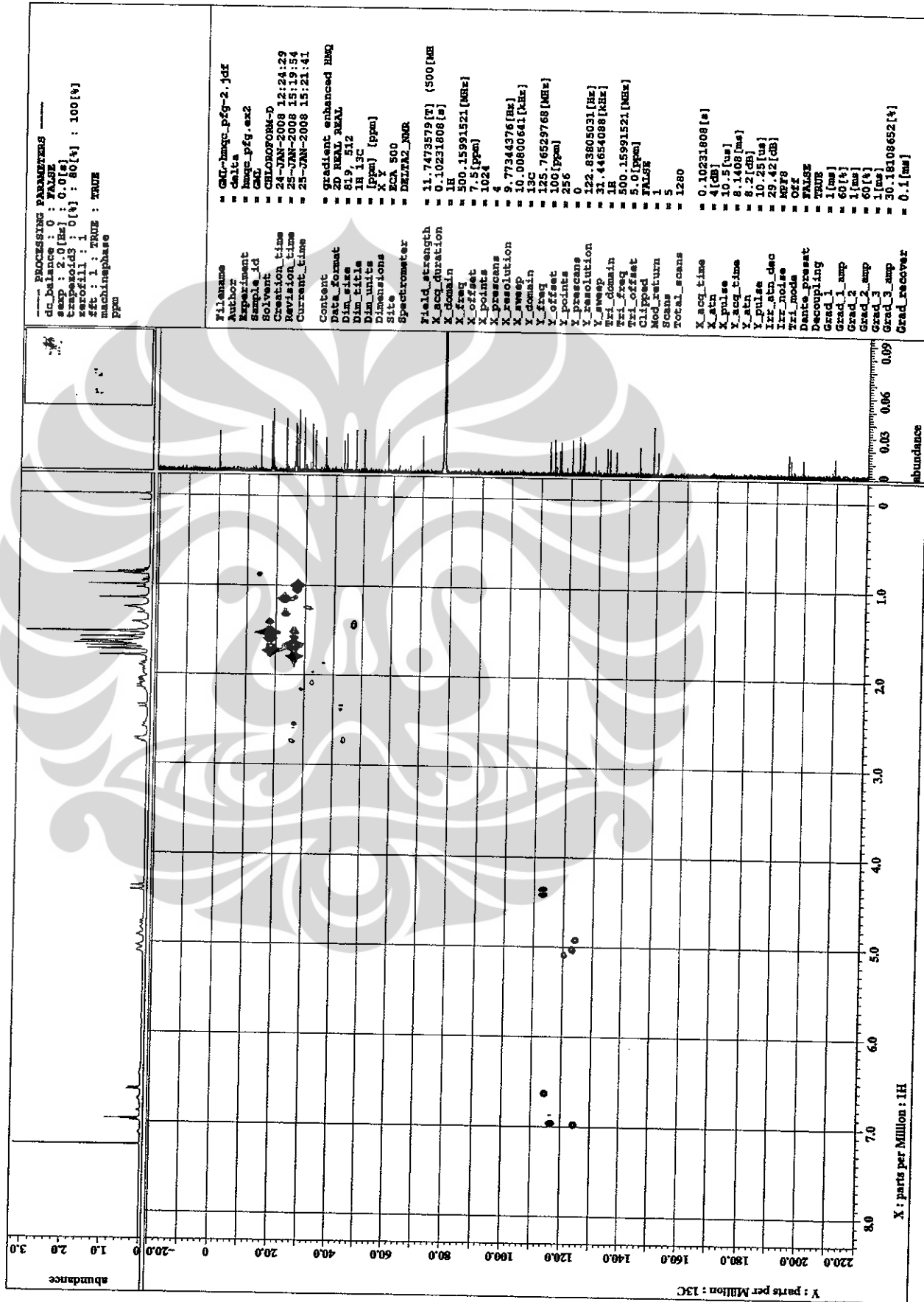
Lampiran 16. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-2



Lampiran 16. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-2 (Lanjutan)



Lampiran 17. Spektrum HMQC GML-2



----- PROCESSING PARAMETERS -----  
 dc balance: 0 : FALSE  
 smp : 2.0 [Hz] : 0.01  
 trapezoid: 0 [Hz] : 40 [Hz] : 100 [Hz]  
 zerofill: 1  
 fft : 1 : TRUE : TRUE  
 machinphase  
 ppm

Filename : GML-hmqc\_pfg-2.fid  
 Author :  
 Experiment : hmqc\_pfg\_ex2  
 Sample\_id : GML  
 Solvent : CHLOROFORM-D  
 Creation\_time : 24-JAN-2008 12:24:29  
 Revision\_time : 25-JAN-2008 15:19:54  
 Current\_time : 25-JAN-2008 15:21:41

Content : gradient enhanced HMQ  
 Data\_format : 2D REAL REAL  
 Dim\_size : 819, 512  
 Dim\_title : IR 13C  
 Dim\_units : [ppm] (ppm)  
 Dimensions : X Y  
 Site : ECA 500  
 Spectrometer : DELTA2\_NMR

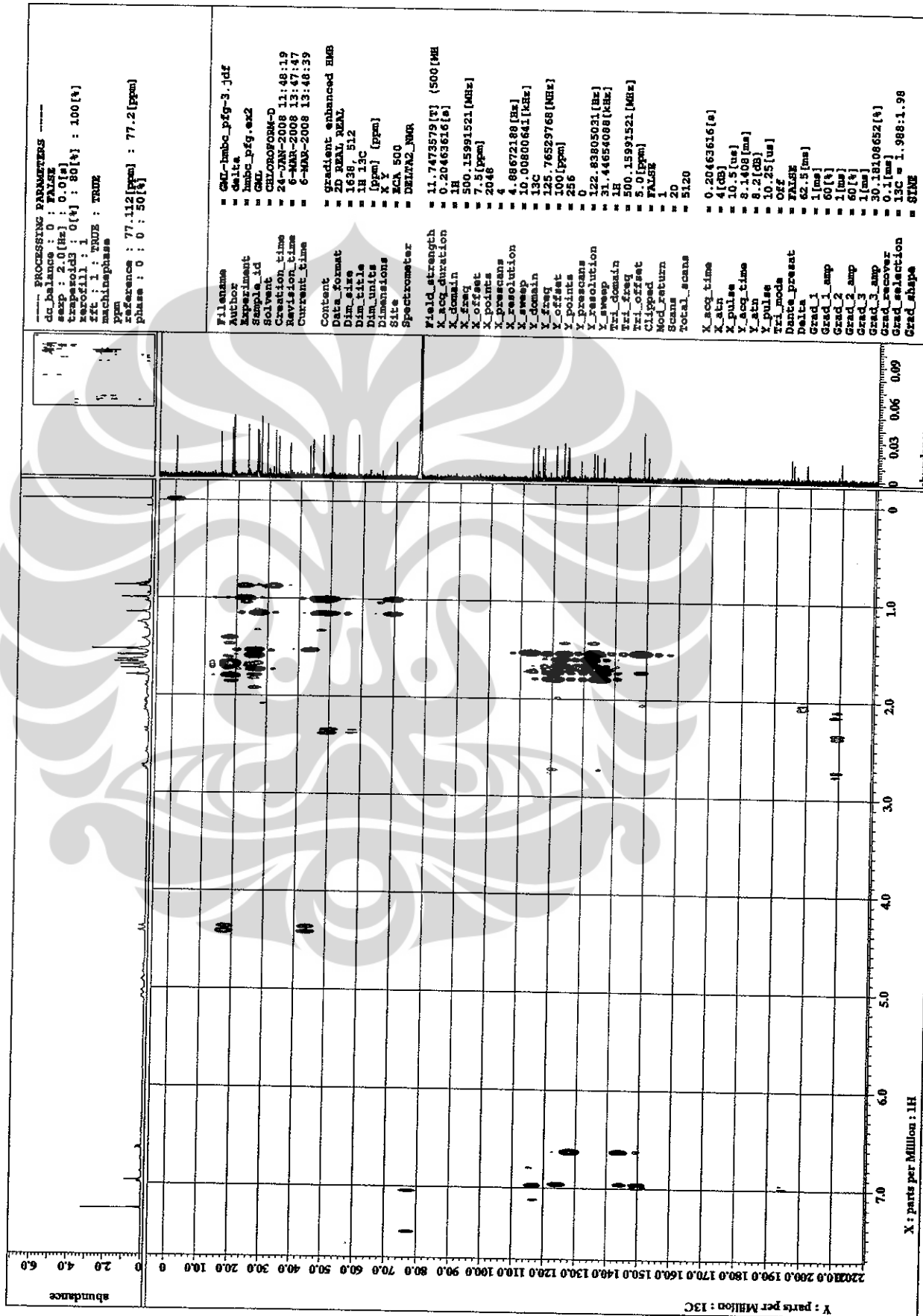
Field\_strength : 11.7473579 [T] (500 [MHZ])  
 X\_acq\_duration : 0.10231808 [s]  
 X\_domain : IR  
 X\_offset : 7.5 [ppm]  
 X\_points : 1024  
 X\_prescans : 4  
 X\_resolution : 9.77344376 [Hz]  
 X\_sweep : 10.00800641 [kHz]  
 Y\_domain : 128.76529768 [MHz]  
 Y\_offset : 100 [ppm]  
 Y\_points : 256  
 Y\_prescans : 0  
 Y\_resolution : 122.83805031 [Hz]  
 Y\_sweep : 11.44654088 [kHz]

Tri\_angle : IR  
 Tri\_freq : 500.15991521 [MHz]  
 Tri\_offset : 510 [ppm]  
 Mod\_return : FALSE  
 Scans : 1  
 Total\_scans : 1280

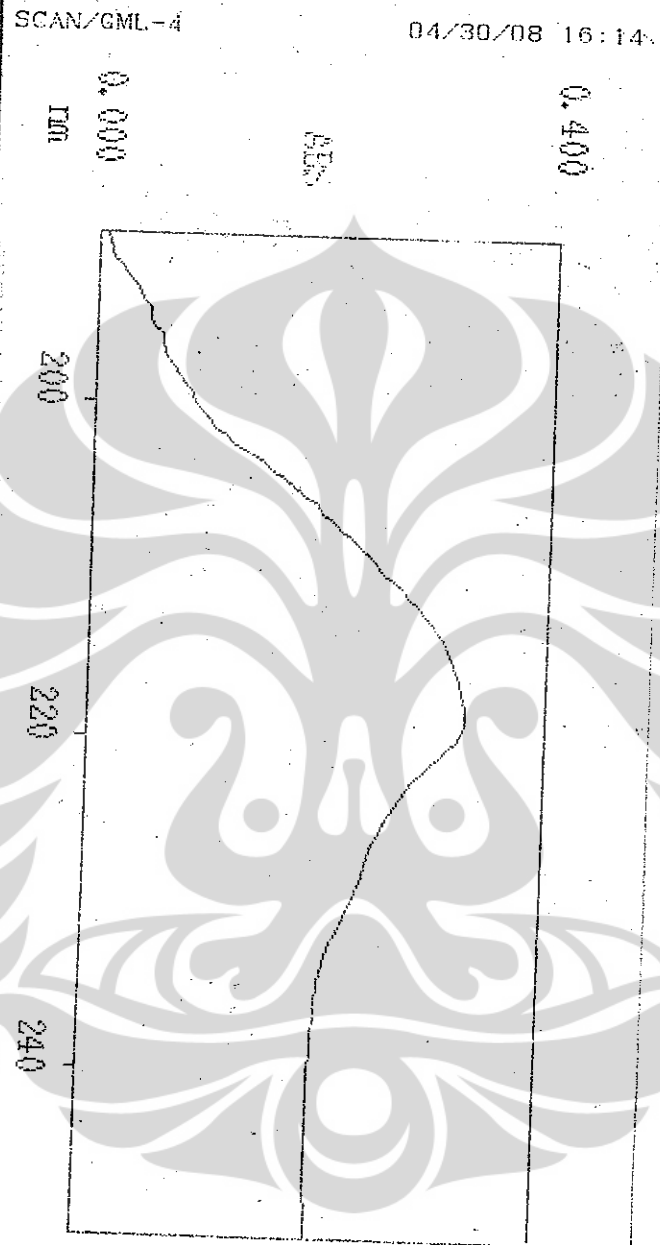
X\_acq\_time : 0.10231808 [s]  
 X\_atn : 4 [dB]  
 X\_pulse : 10.5 [us]  
 Y\_acq\_time : 8.1408 [ms]  
 Y\_atn : 8.2 [dB]  
 Y\_pulse : 10.25 [us]  
 Irr\_atn\_dec : 29.42 [dB]  
 Irr\_noise : MRF8  
 Tri\_mode : Off  
 Dantec\_preset : FALSE  
 Decoupling : TRUE

Grad\_1 : 1 [ms]  
 Grad\_1\_amp : 60 [Hz]  
 Grad\_2 : 1 [ms]  
 Grad\_2\_amp : 60 [Hz]  
 Grad\_3 : 1 [ms]  
 Grad\_3\_amp : 30.18108652 [Hz]  
 Grad\_recover : 0.1 [ms]

Lampiran 18. Spektrum HMBC GML-2



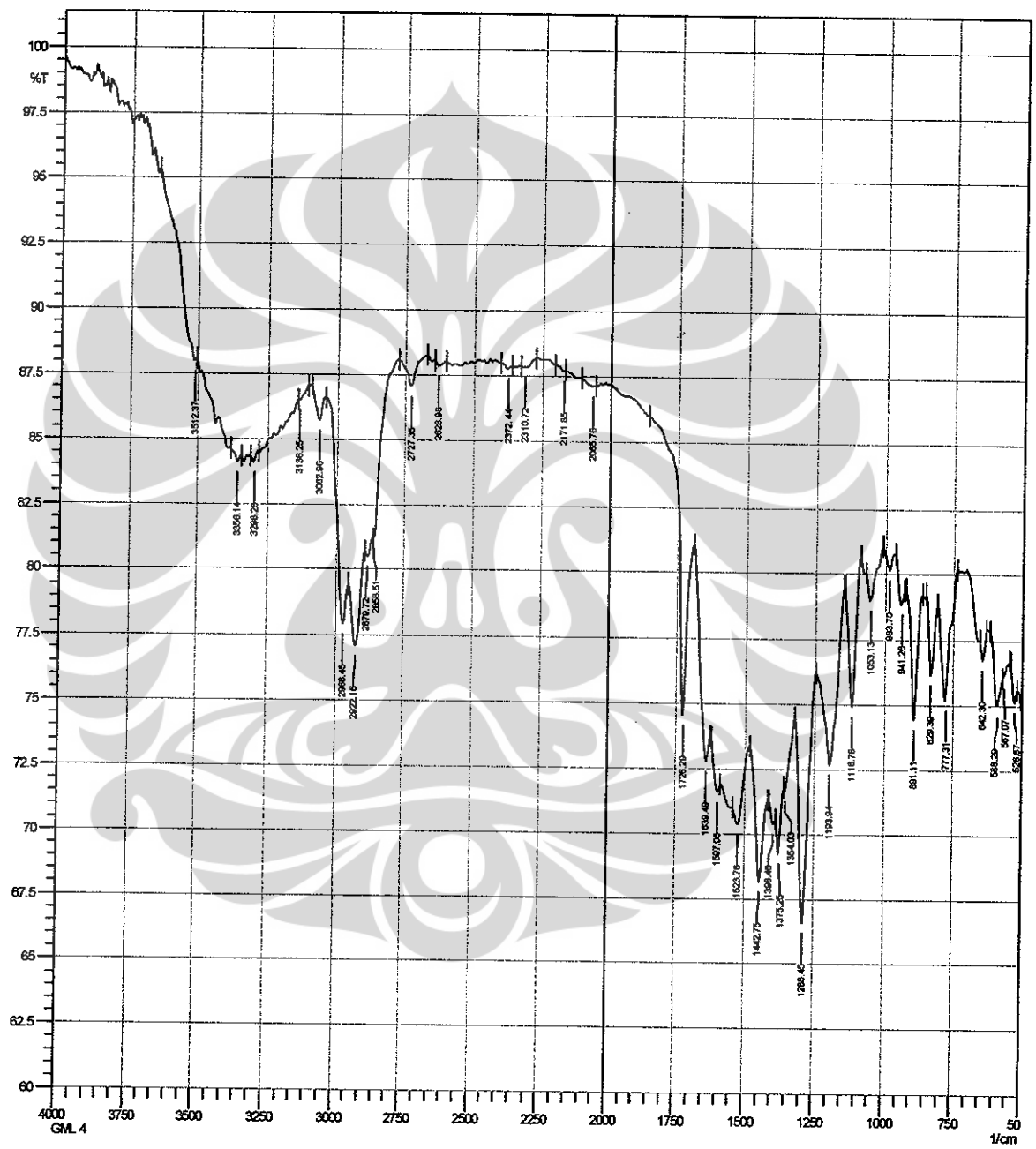
Lampiran 19. Spektrum UV-Visible GML-4



SCAN/GML-4 04/30/08 16:14

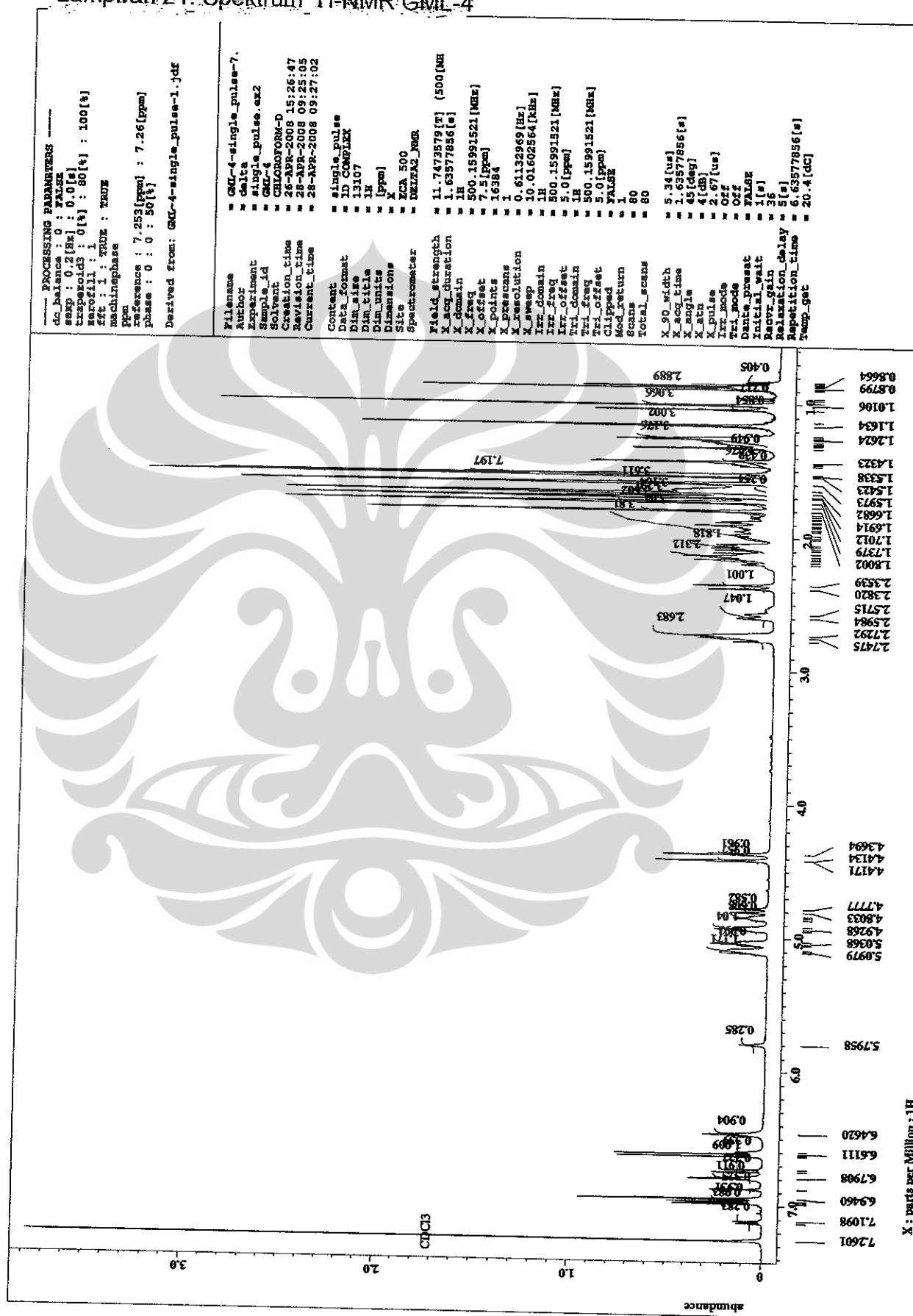
PEAK		VALLEY	
nm	ABS	nm	ABS
218.5	0.330	243.5	0.203

### Lampiran 20. Spektrum IR GML-4

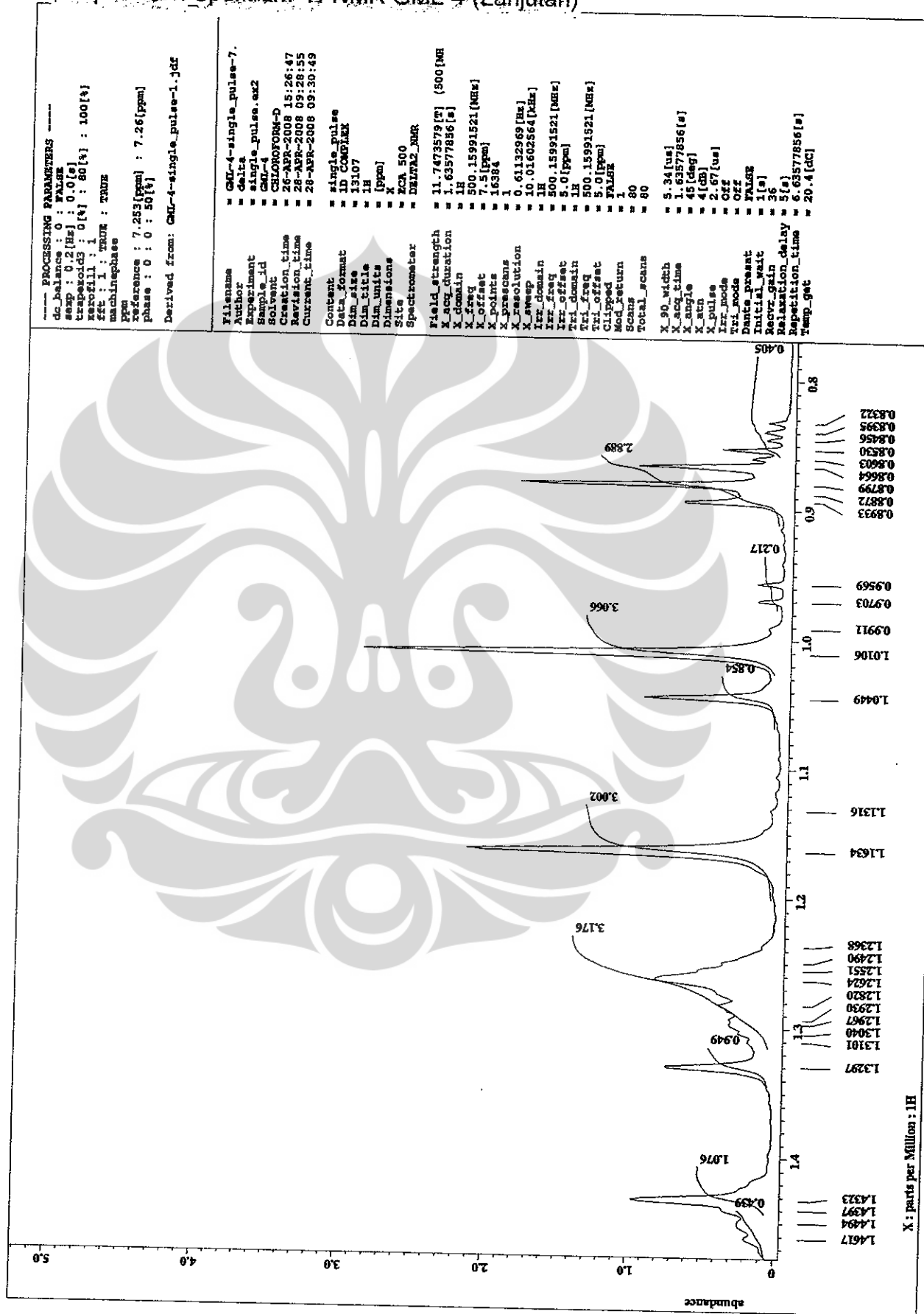




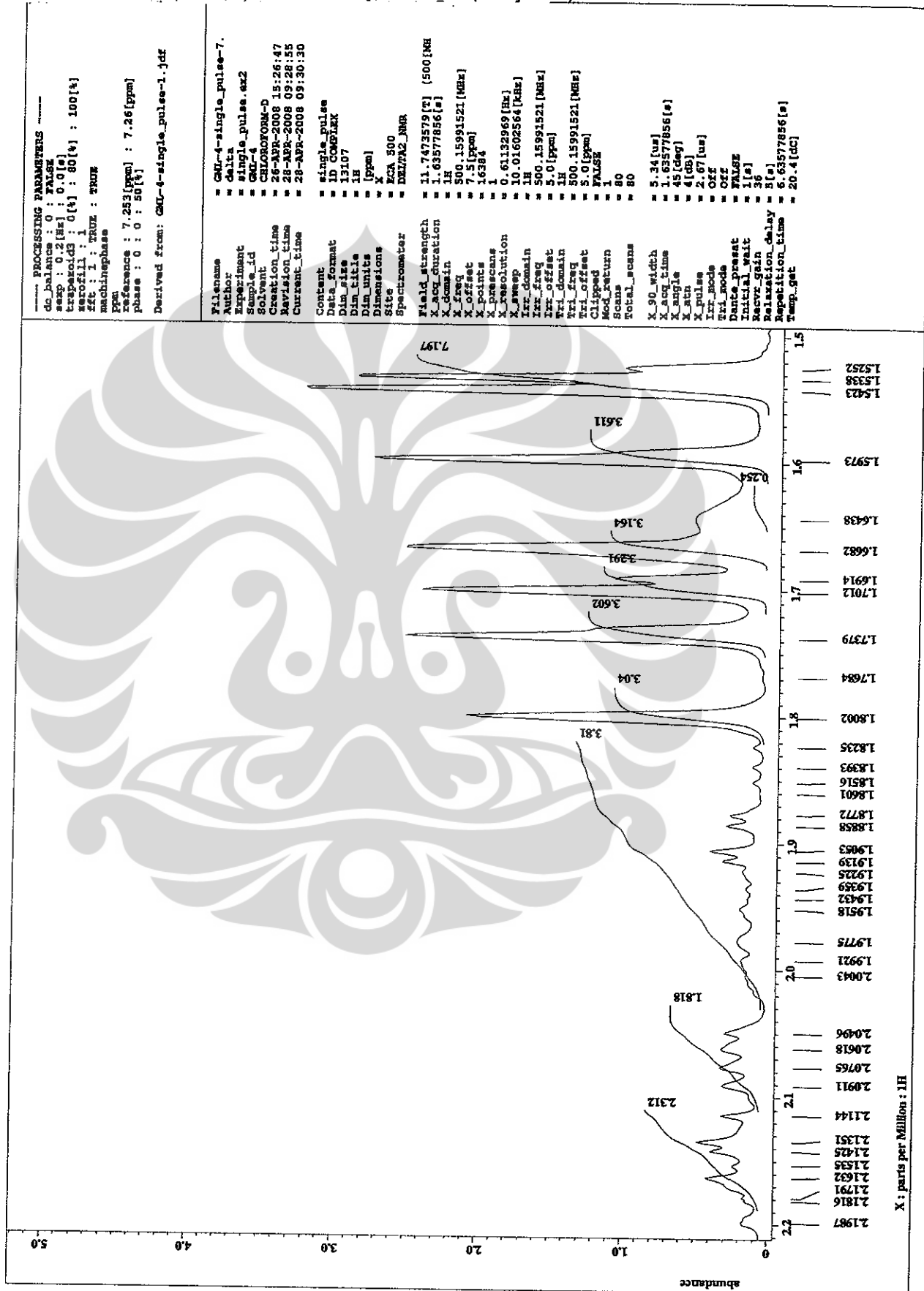
### Lampiran 21. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-4



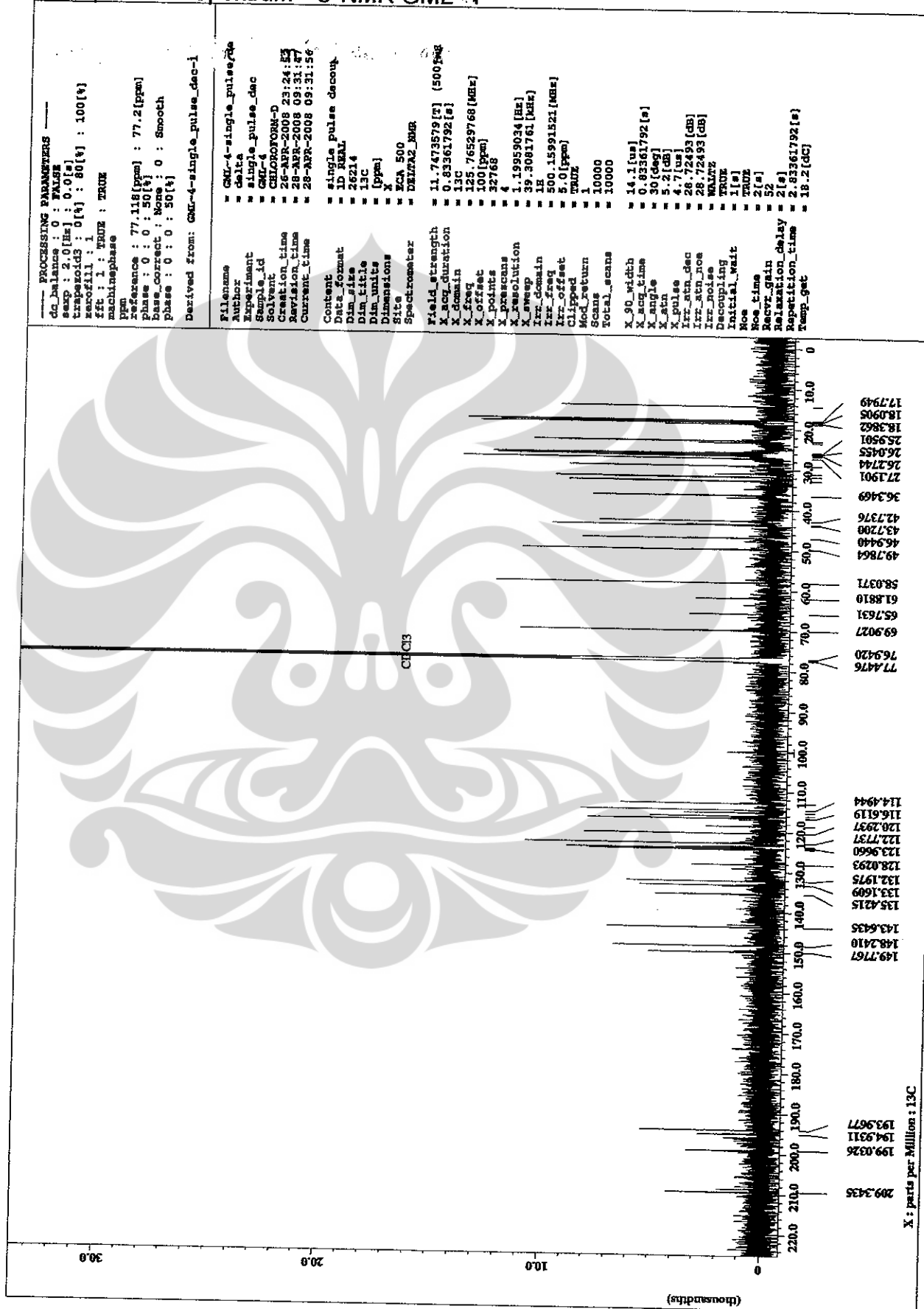
Lampiran 21. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-4 (Lanjutan)



# Lampiran 21. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-4. (Lanjutan)



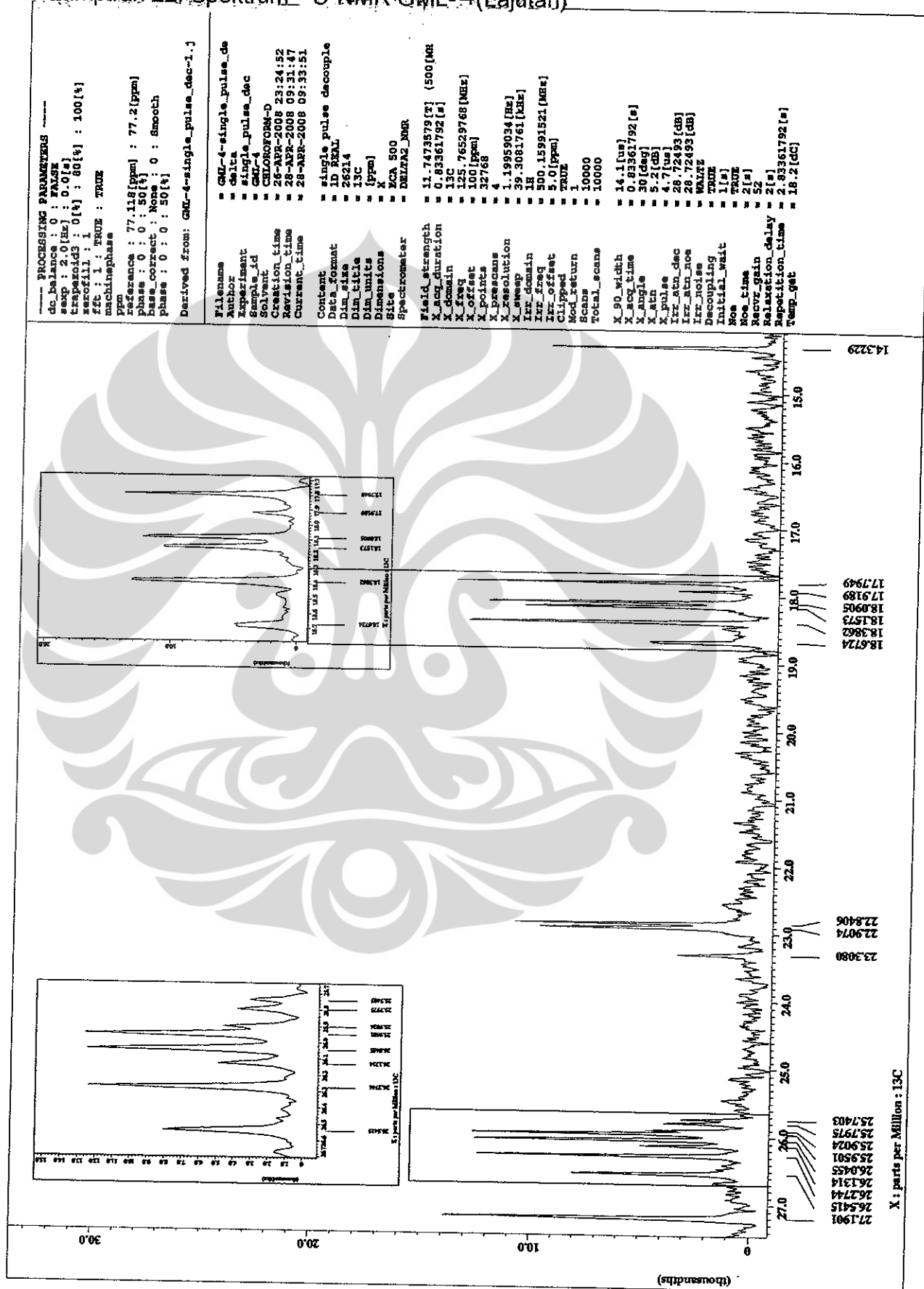
Lampiran 22. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-4



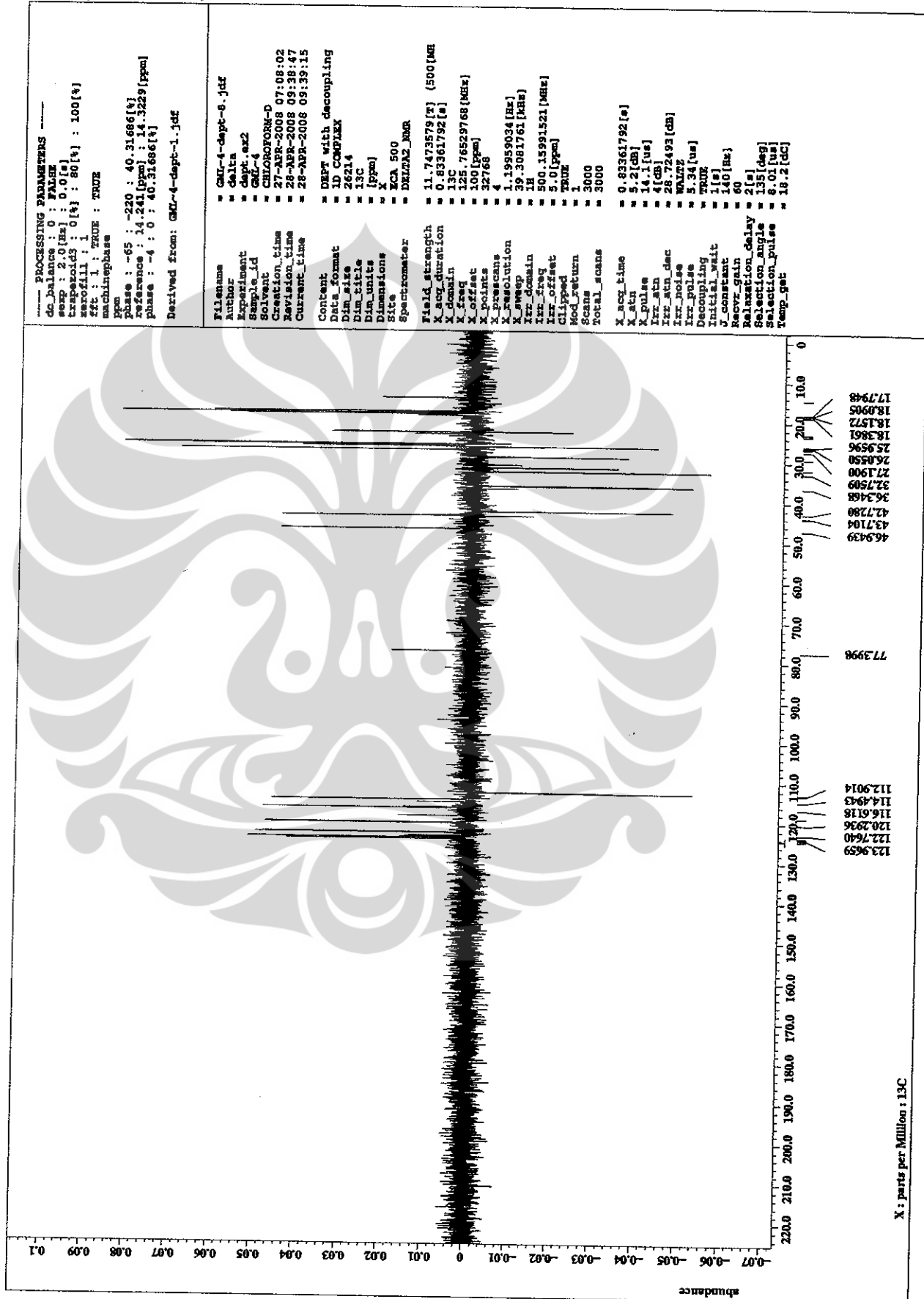
----- PROCESSING PARAMETERS -----  
 dc\_balance : 0 : FALSE  
 sump : 2.0[Hz] : 0.0[s]  
 trapzoid3 : 0[%] : 80[%] : 100[%]  
 zerofill : 1  
 fft : 1 : TRUE : TRUE  
 machinephase  
 ppg  
 reference : 77.118[ppm] : 77.2[ppm]  
 phase : 0 : 0 : 50[%]  
 base\_correct : None : 0 : Smooth  
 phase : 0 : 0 : 50[%]  
 Derived from: GML-4-single\_pulse\_dec-1

Filename : GML-4-single\_pulse\_dec  
 Author : delta  
 Experiment : single\_pulse\_dec  
 Sample\_id : GML-4  
 Solvent : CHLOROFORM-D  
 Creation\_time : 28-APR-2008 23:24:53  
 Revision\_time : 28-APR-2008 09:31:47  
 Current\_time : 28-APR-2008 09:31:56  
 Content : single pulse decoupl  
 Date\_format : ID REAL  
 Dim\_units : 26214  
 Dim\_ticks : 13C  
 Dimensions : X [ppm]  
 Site : ECA 500  
 Spectrometer : DELTA2\_500  
 Field\_strength : 11.7473579[F] (500 MHz)  
 X\_acq\_duration : 0.83361792[s]  
 X\_domain : 13C  
 X\_freq : 125.76529768 [MHz]  
 X\_offset : 32768  
 X\_points : 4  
 X\_prescans : 1.19959034 [Hz]  
 X\_resolution : 39.3081761 [MHz]  
 X\_sweep : 500.15991521 [MHz]  
 X\_time : 5.0 [ppm]  
 X\_t1 : TRUE  
 Mod\_return : 1  
 Scans : 10000  
 Total\_scans : 10000  
 X\_90\_width : 14.1[us]  
 X\_acq\_time : 0.43361792[s]  
 X\_angle : 30.6[deg]  
 X\_stn : 5.2[db]  
 X\_pulse : 4.7[db]  
 Irr\_atn\_dec : 26.72493[db]  
 Irr\_atn\_nos : 28.72493[db]  
 Irr\_noise : WALTZ  
 Decoupling : TRUE  
 Initial\_wait : 1[s]  
 Noe\_time : 2[s]  
 Recvr\_gain : 52  
 Relaxation\_delay : 2[s]  
 Repetition\_time : 2.83361792[s]  
 Temp\_get : 18.2[degC]

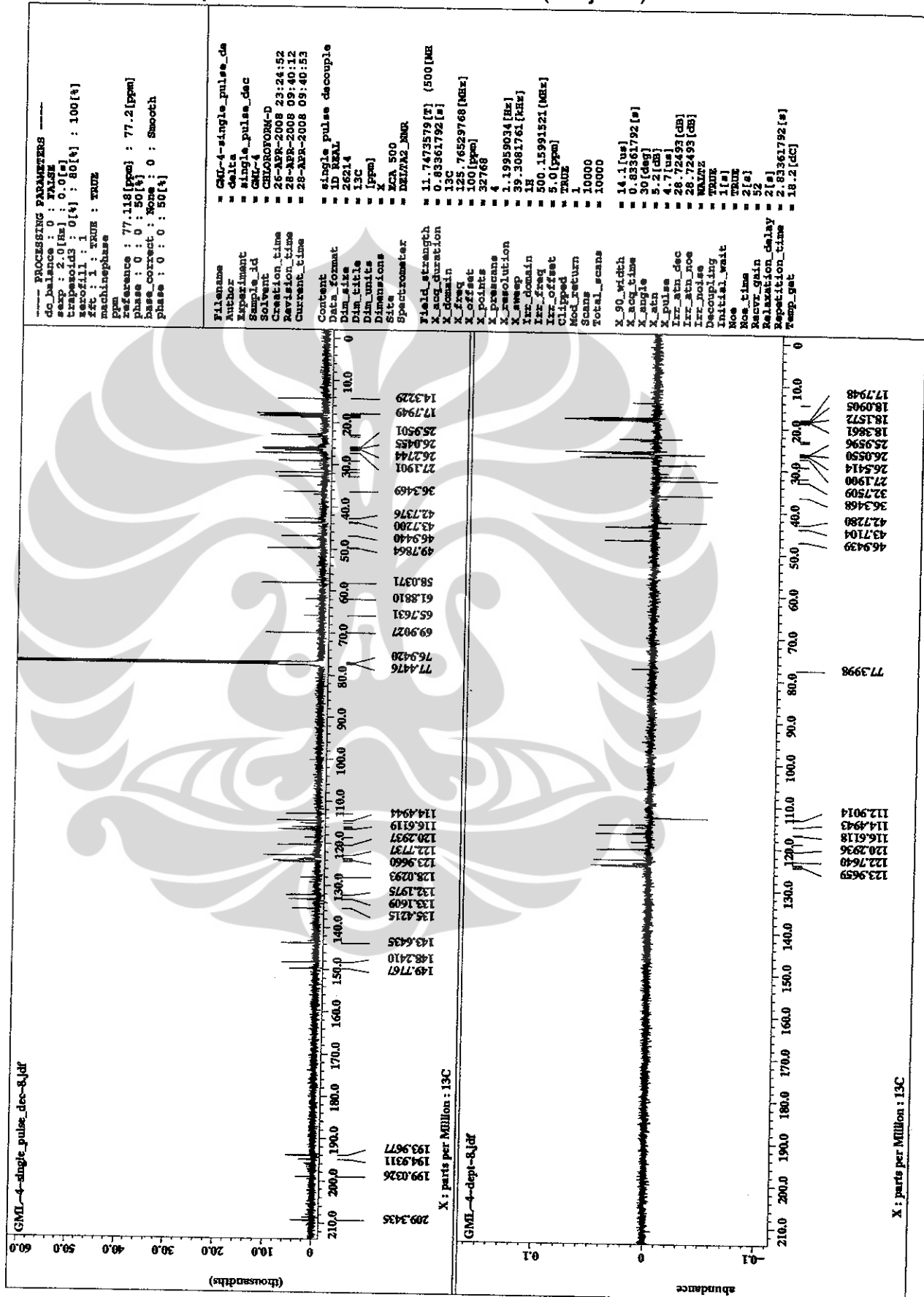
Lampiran 22. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-4(Lajutan)



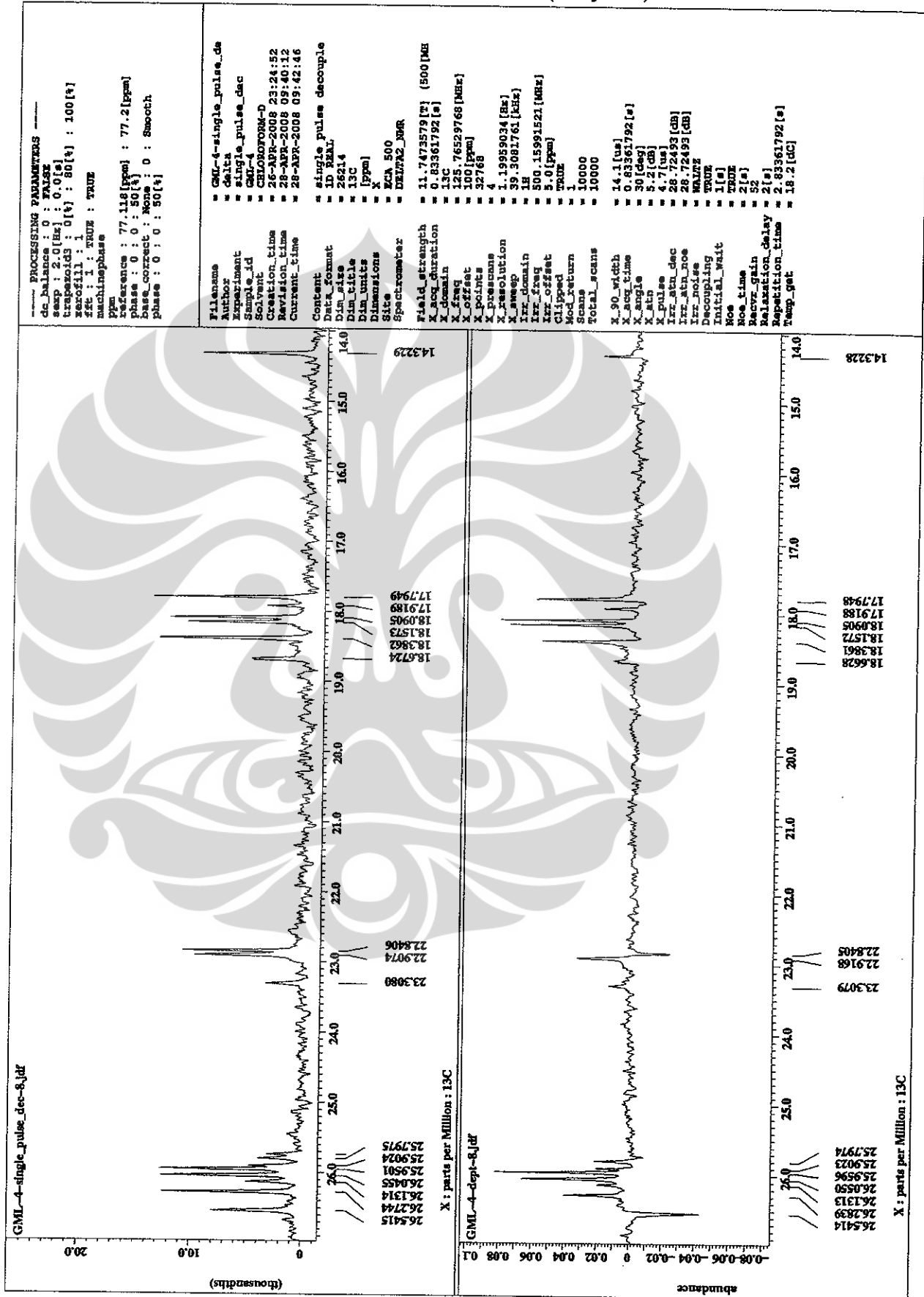
Lampiran 23. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-4



Lampiran 23. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-4 (Lanjutan)

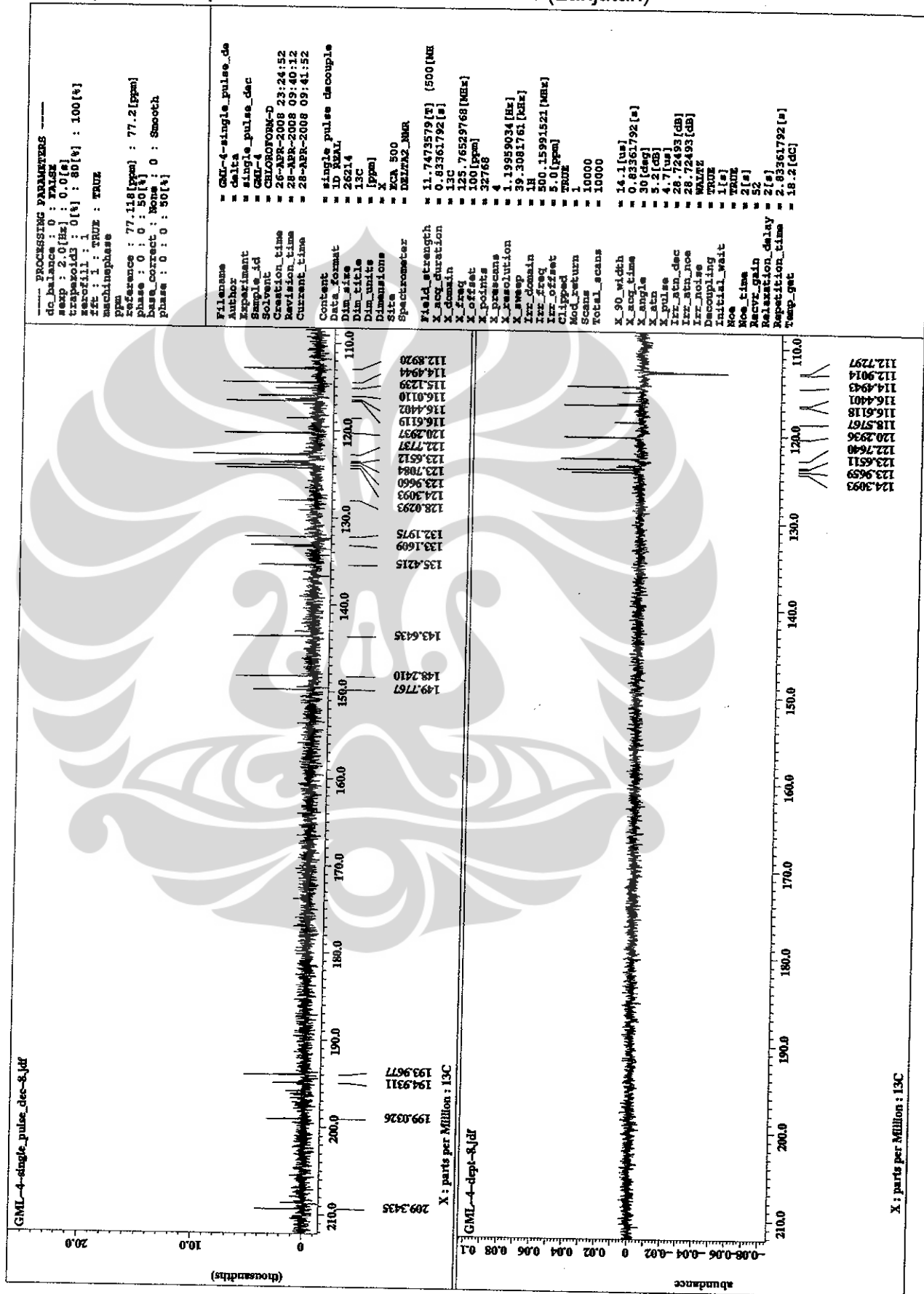


Lampiran 23. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-4 (Lanjutan)

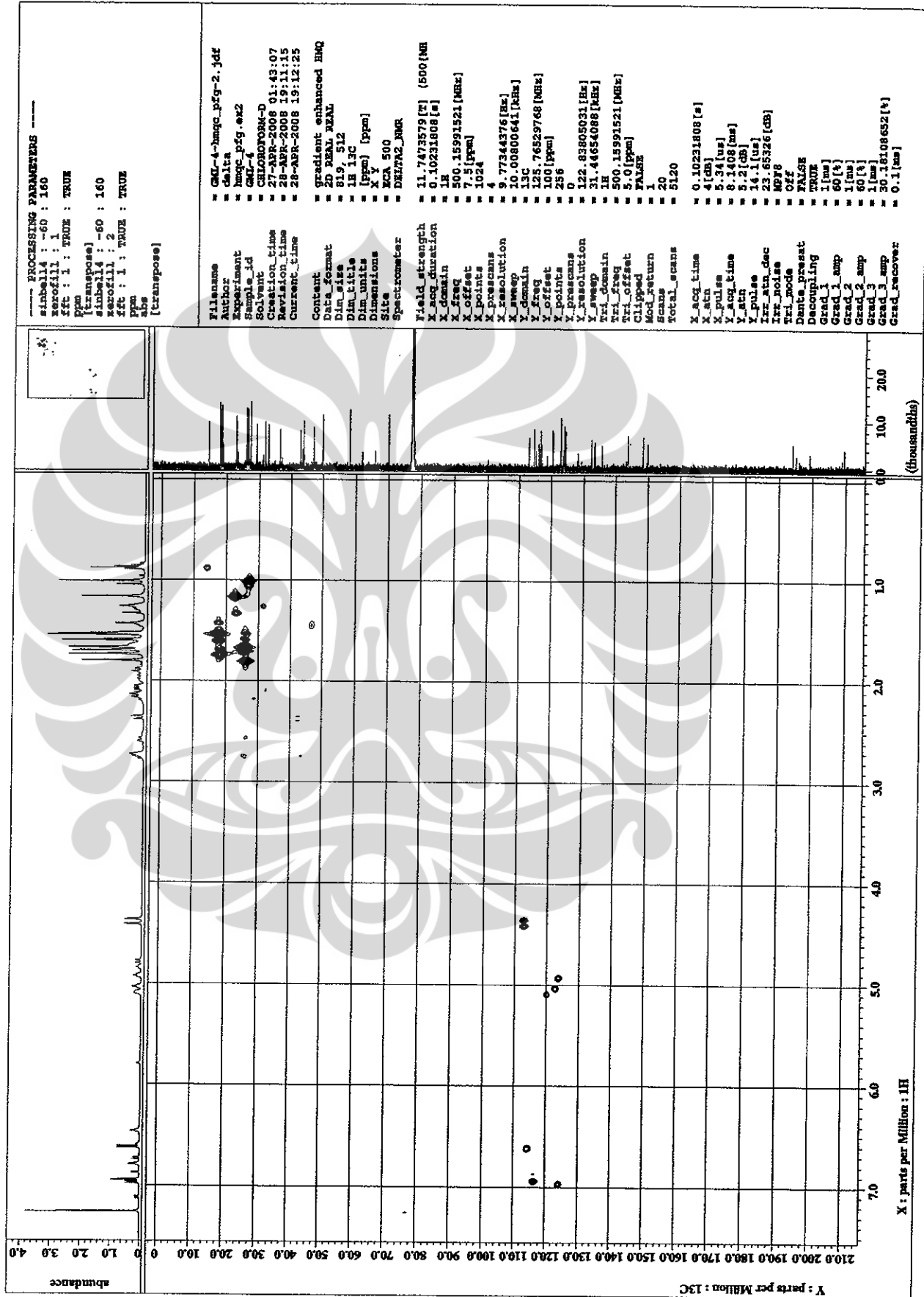




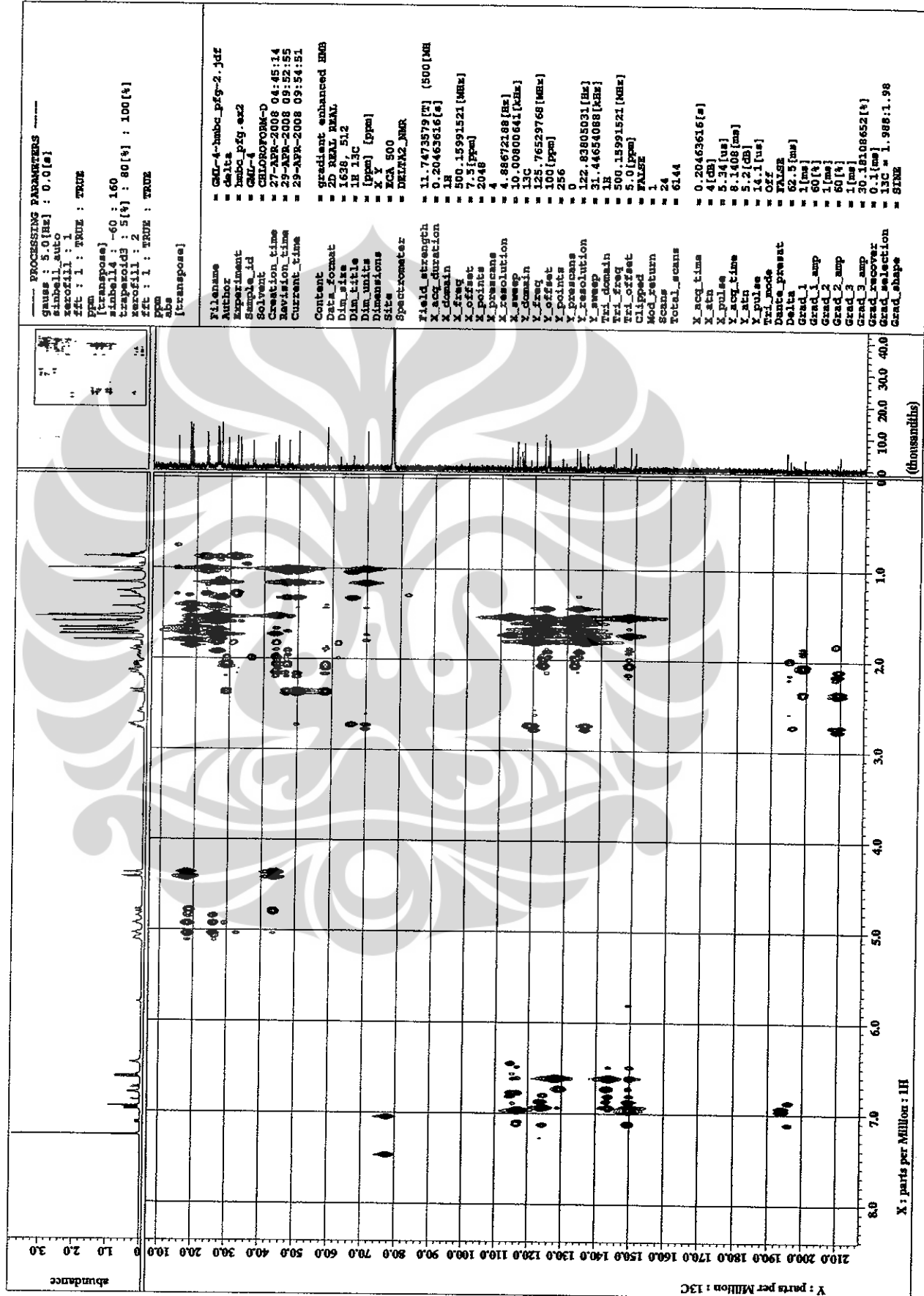
Lampiran 23. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-4 (Lanjutan)



Lampiran 24. Spektrum HMQC GML-4



Lampiran 25. Spektrum HMBC GML-4



Lampiran 26. Spektrum UV-Visible GML-3

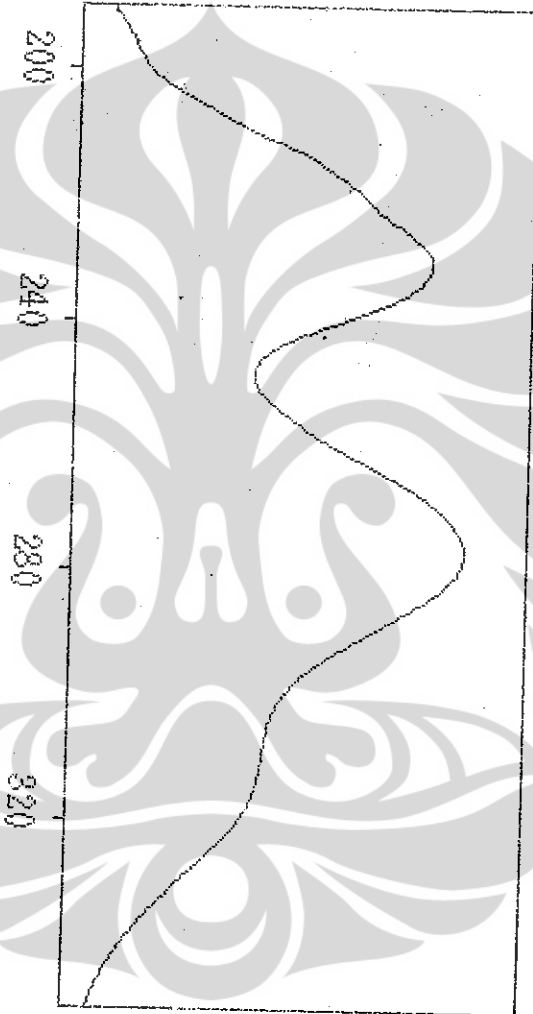
WL SCAN/GML-3

04/30/08 15:54

0.000  
nm

ABS

1.000

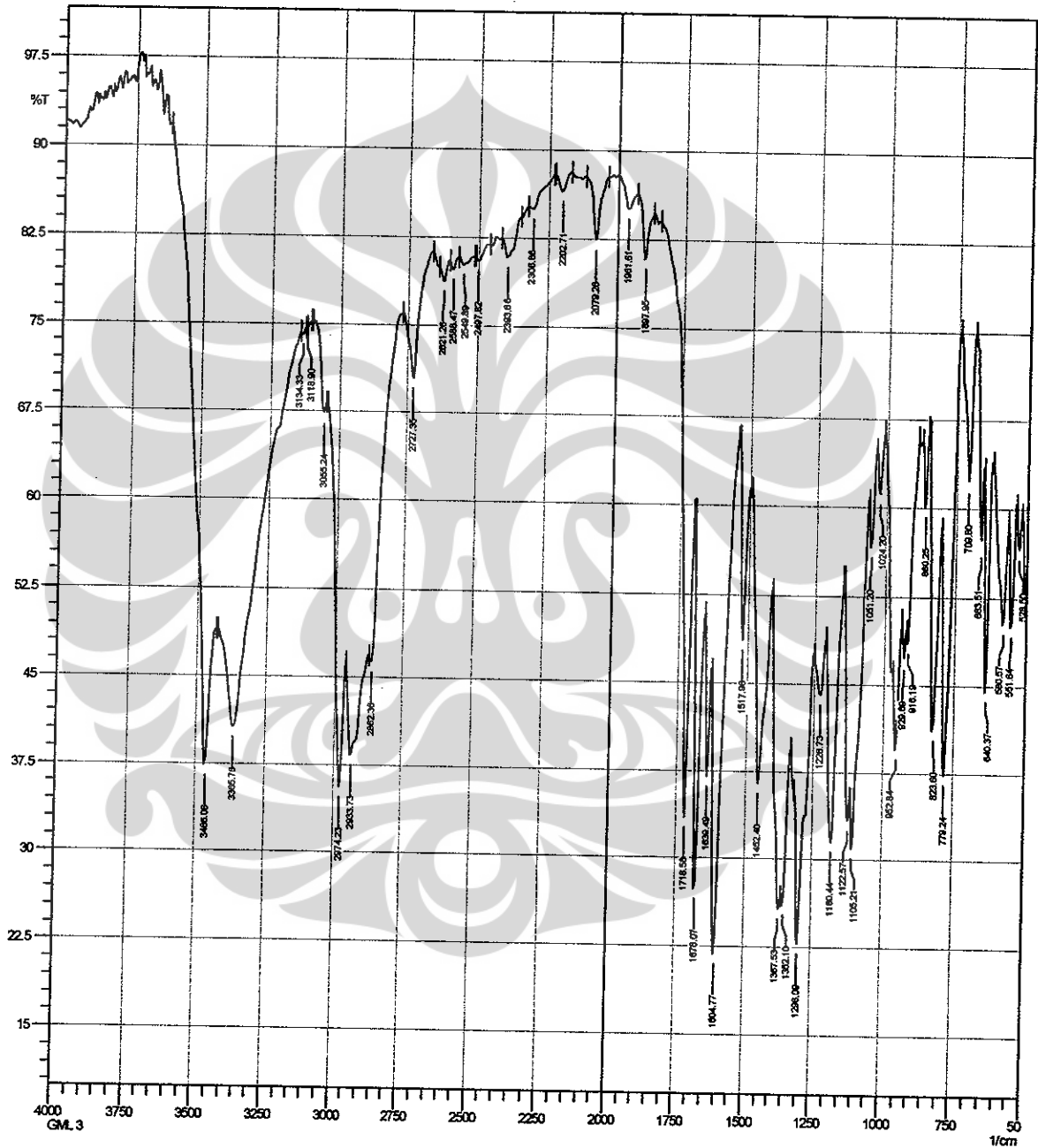


WL SCAN/GML-3

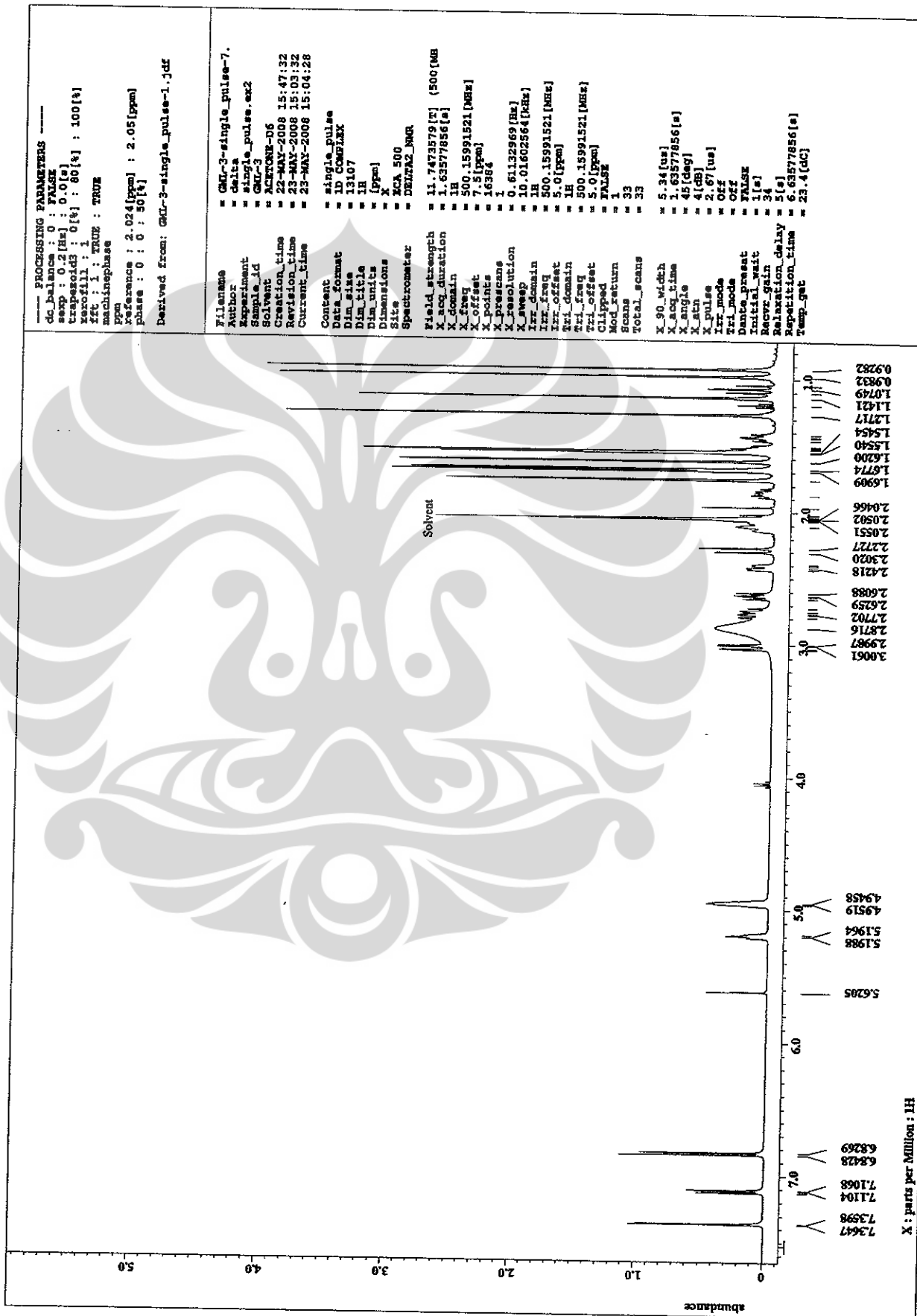
04/30/08 15:54

NO.	PEAK		VALLEY	
	nm	ABS	nm	ABS
1	276.5	0.865	248.5	0.399
2	230.5	0.783		

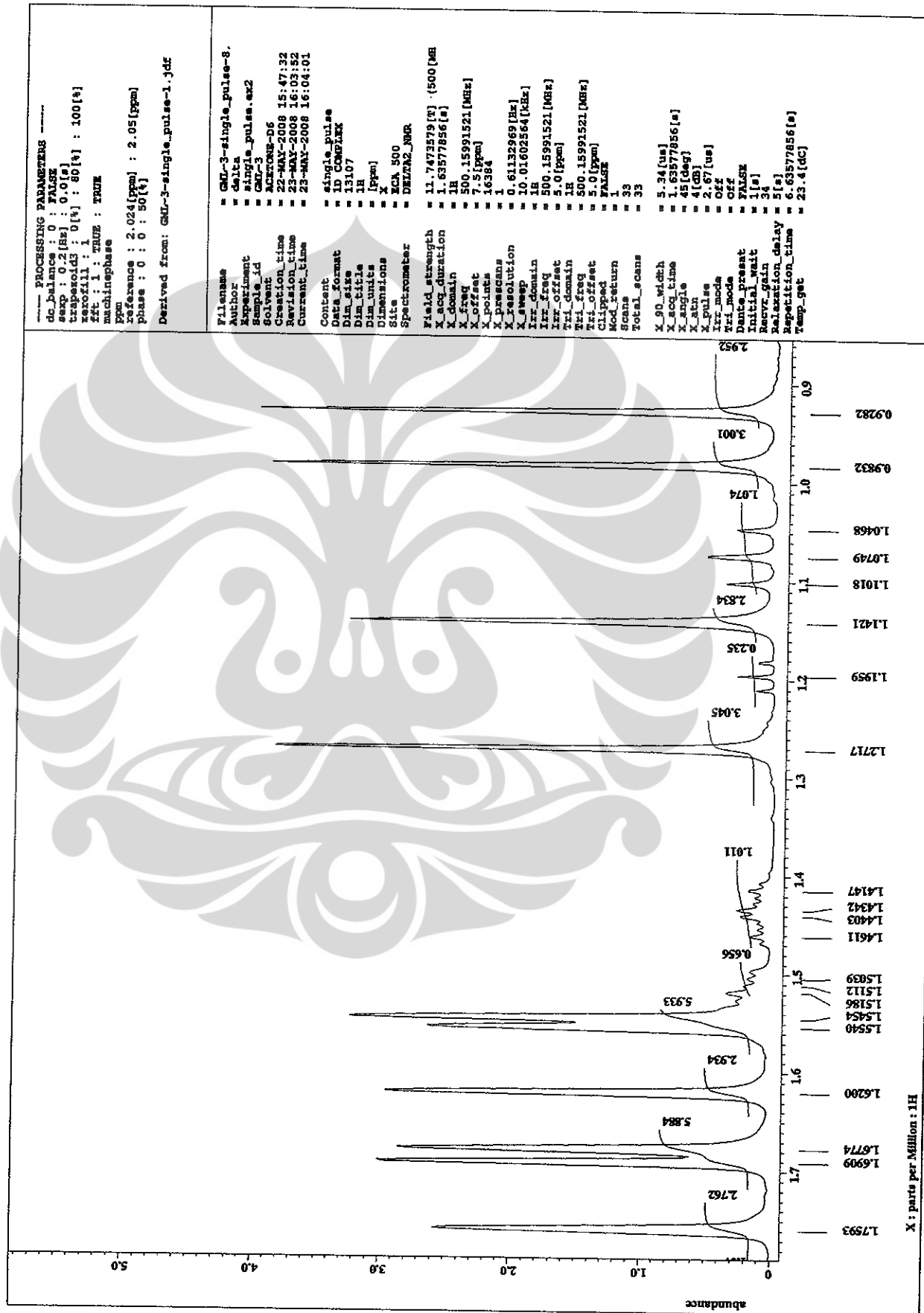
# Lampiran 27. Spektrum IR GML-3



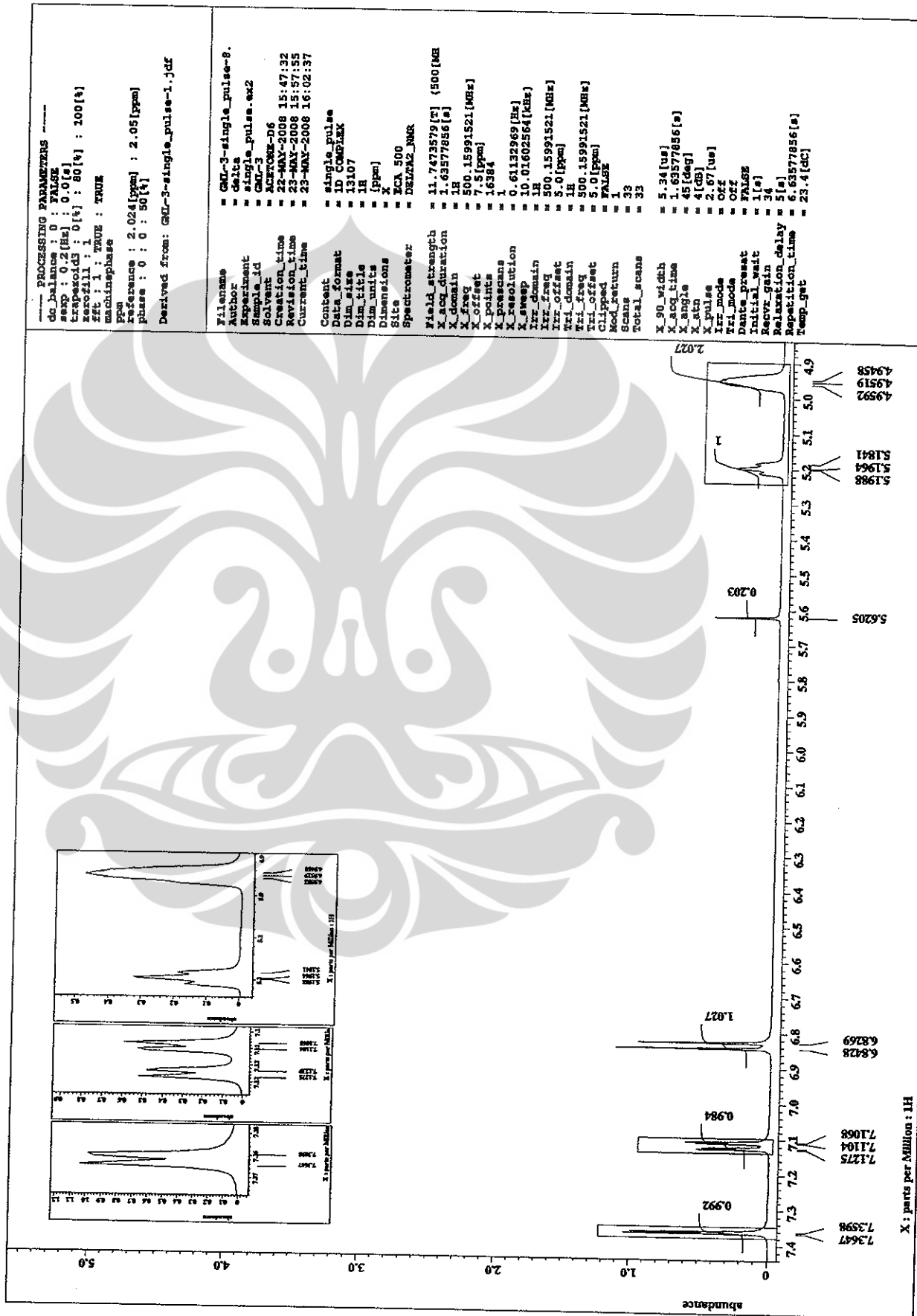
Lampiran 28. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-3



Lampiran 28. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-3 (Lanjutan)

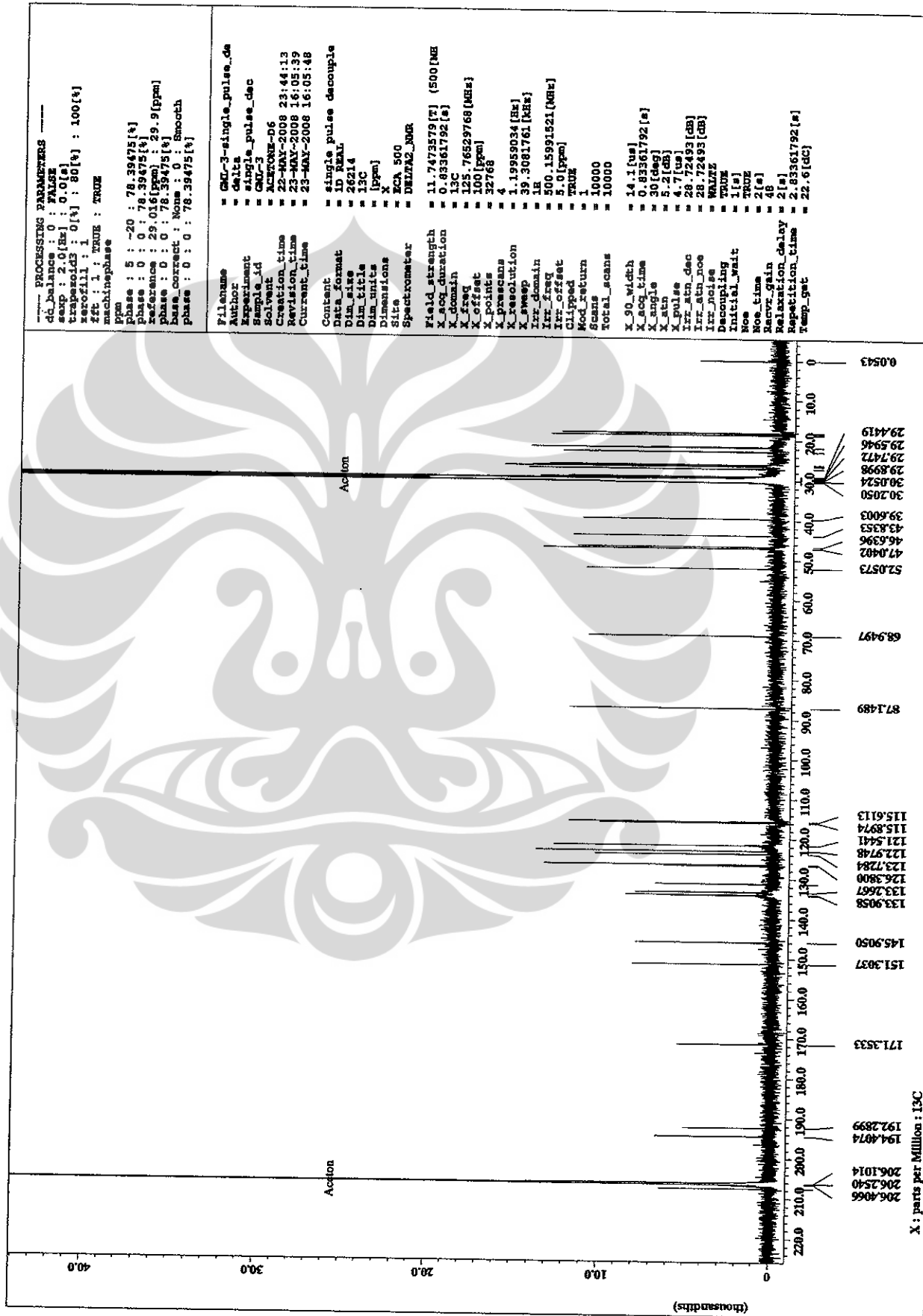


Lampiran 28. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-3 (Lanjutan)

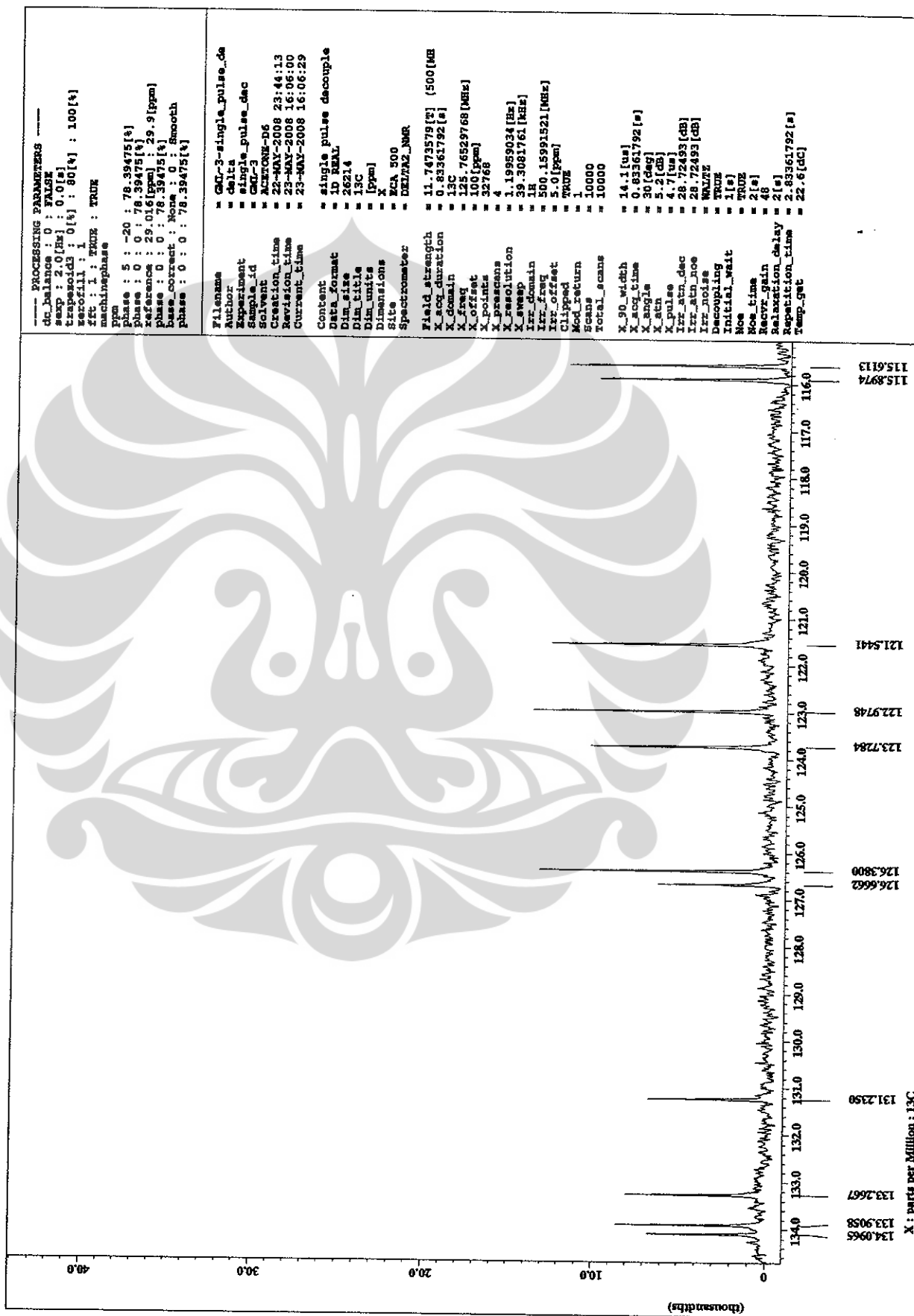




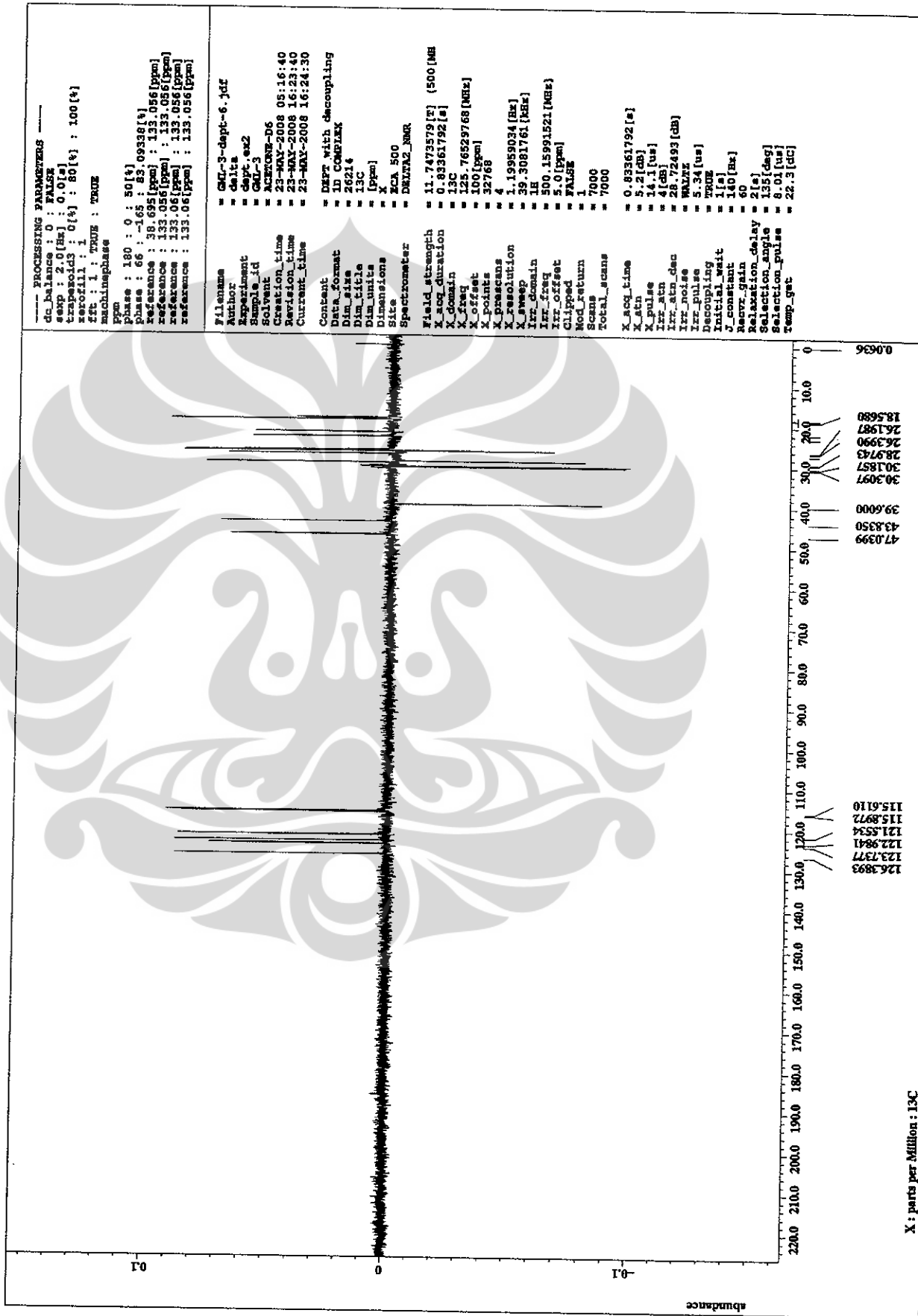
Lampiran 29. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-3



Lampiran 29. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-3 (Lanjutan)

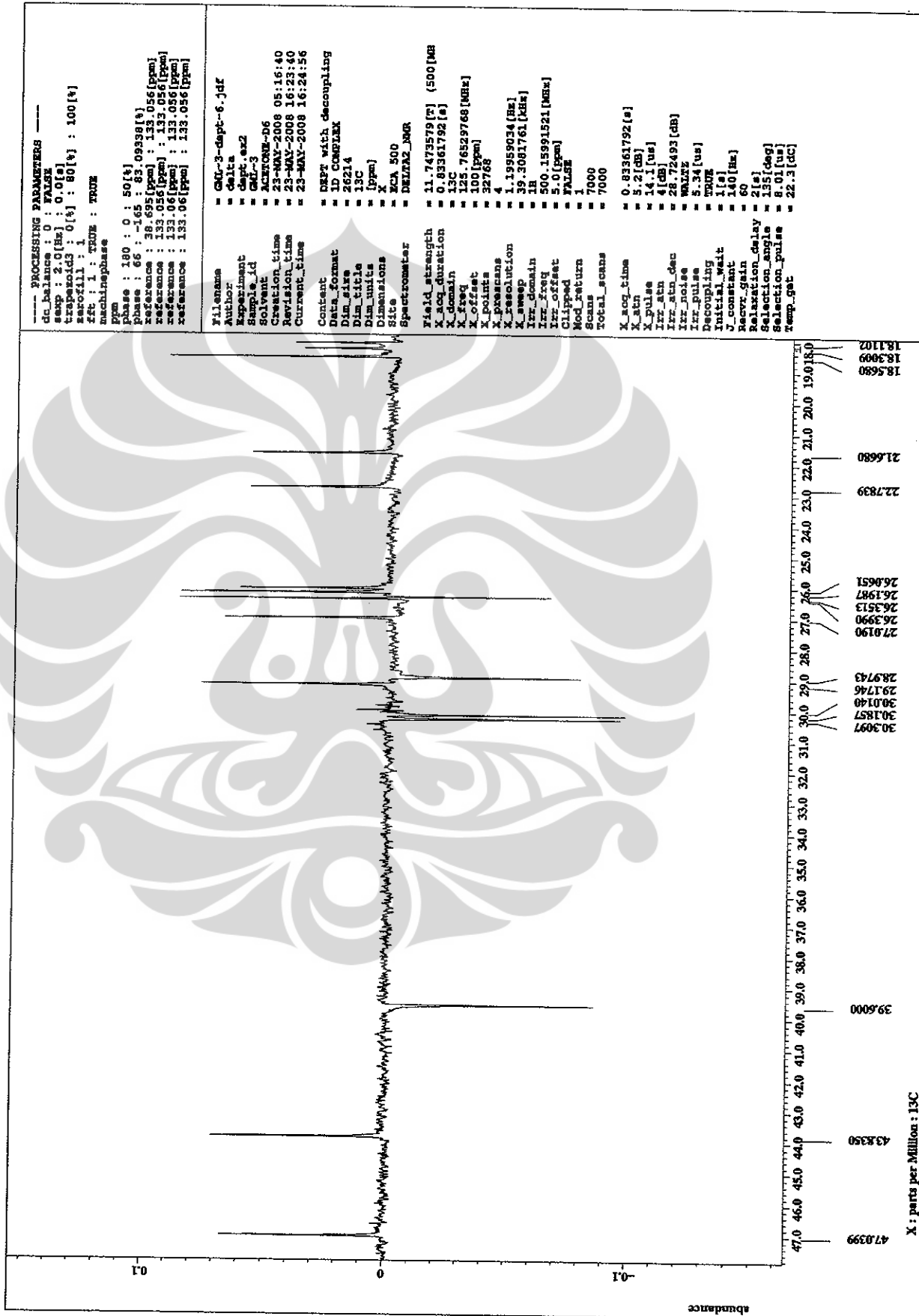


Lampiran 30. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-3

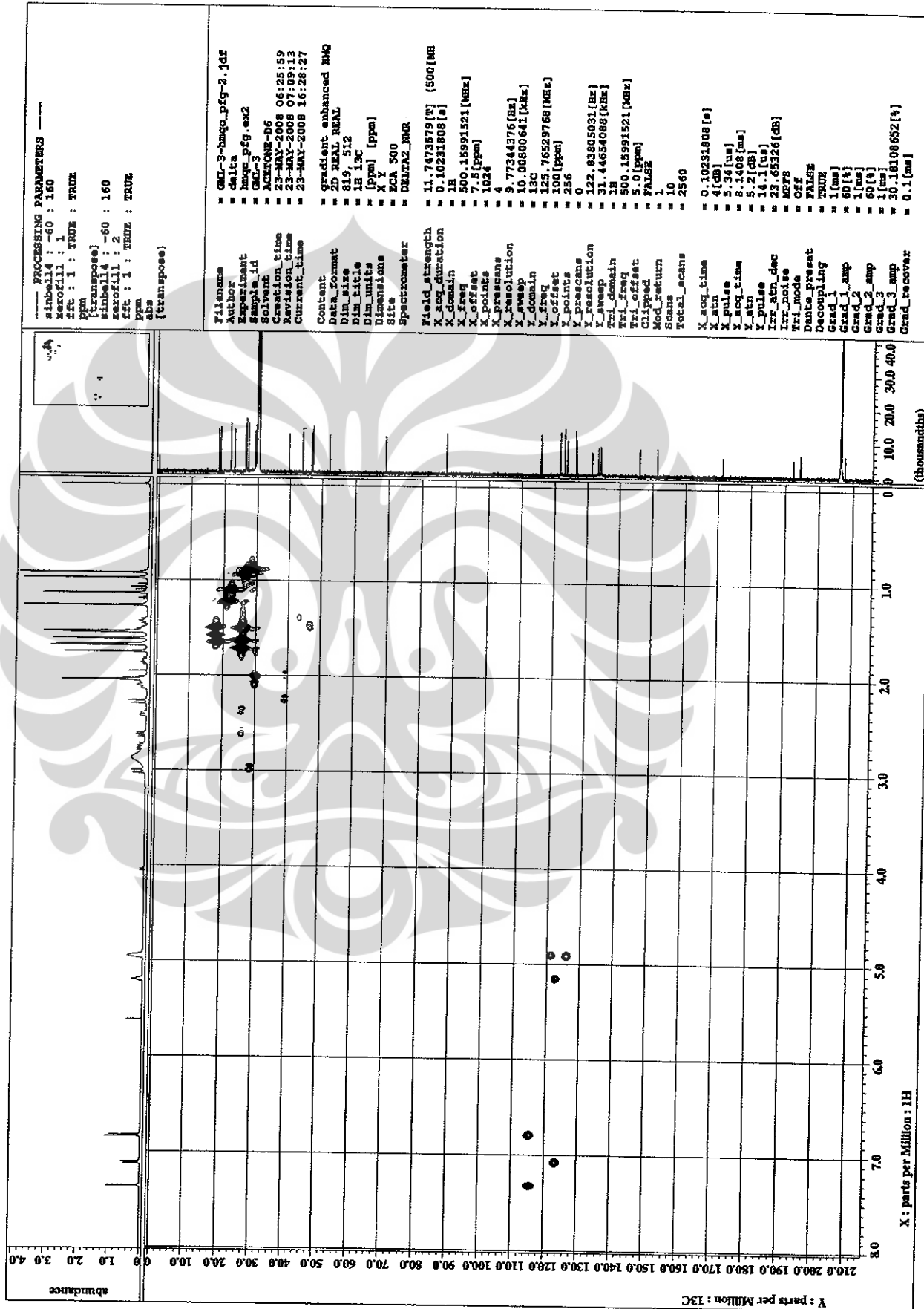


X : parts per Million : 13C

Lampiran 30. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-3 (Lanjutan)



Lampiran 31. Spektrum HMQC GML-3



```

----- PROCESSING PARAMETERS -----
sinbell14 : -60 : 160
zerofill : 1
fft : 1 : TRUE : TRUE
ppm
  {transpose}
sinbell14 : -60 : 160
zerofill : 2
fft : 1 : TRUE : TRUE
ppm
abs
  {transpose}
  
```

```

Filename      = GML-3-hmqc_pfg-2.jdr
Author        = delta
Experiment    = hmqc_pfg.ex2
Sample_id     = GML-3
Solvent       = ACETONE-D6
Creation_time = 23-MAY-2008 06:25:59
Revision_time = 23-MAY-2008 07:09:13
Current_time  = 23-MAY-2008 16:28:27

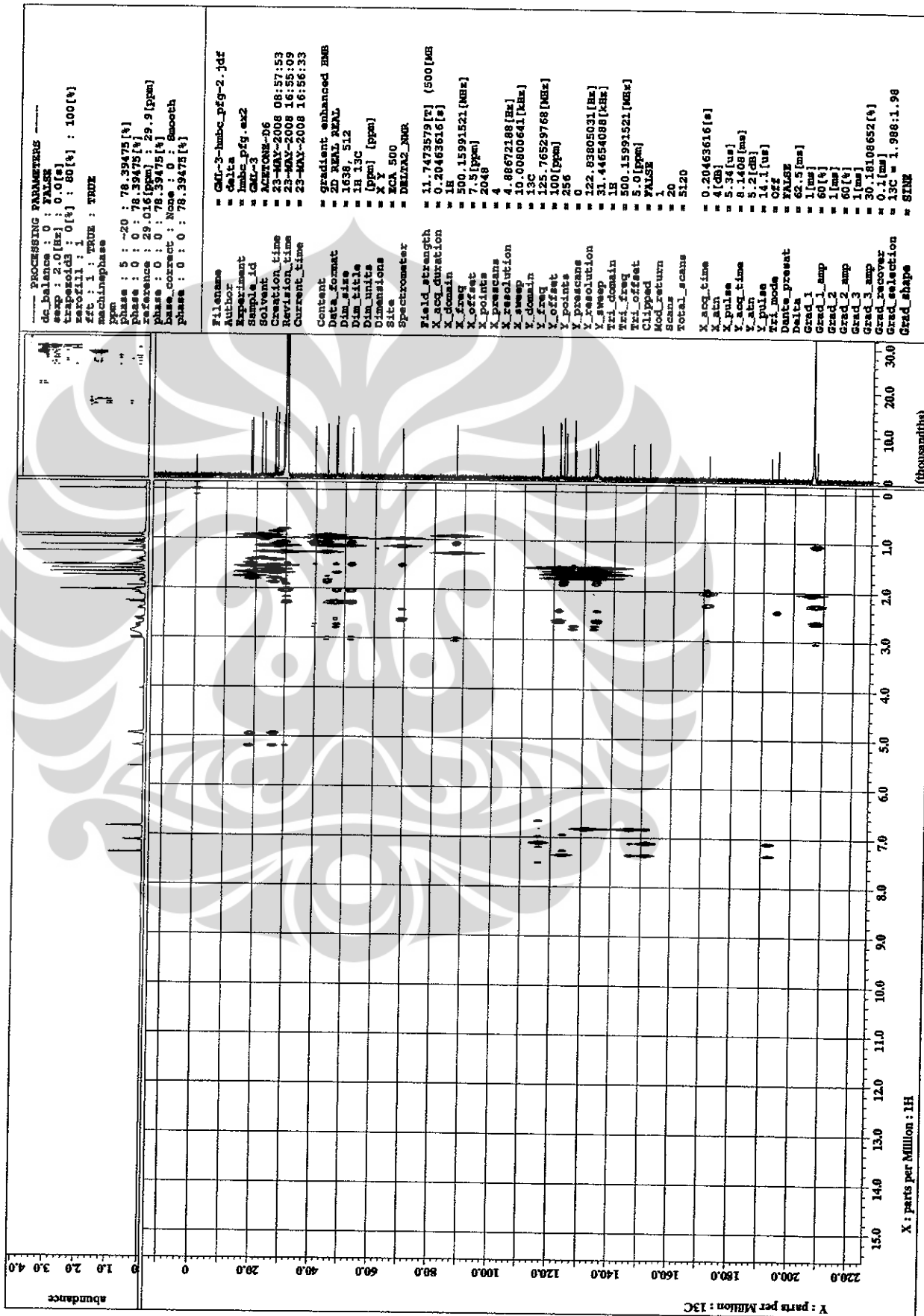
Content
  = gradient enhanced HMQ

Data_format   = 2D REAL REAL
Dim_size      = 819, 512
Dim_title     = 18 13C
Dim_units     = [ppm] [ppm]
Dimensions    = X Y
Spectrometer  = ZCA 500
               = DEUTRA_MMR

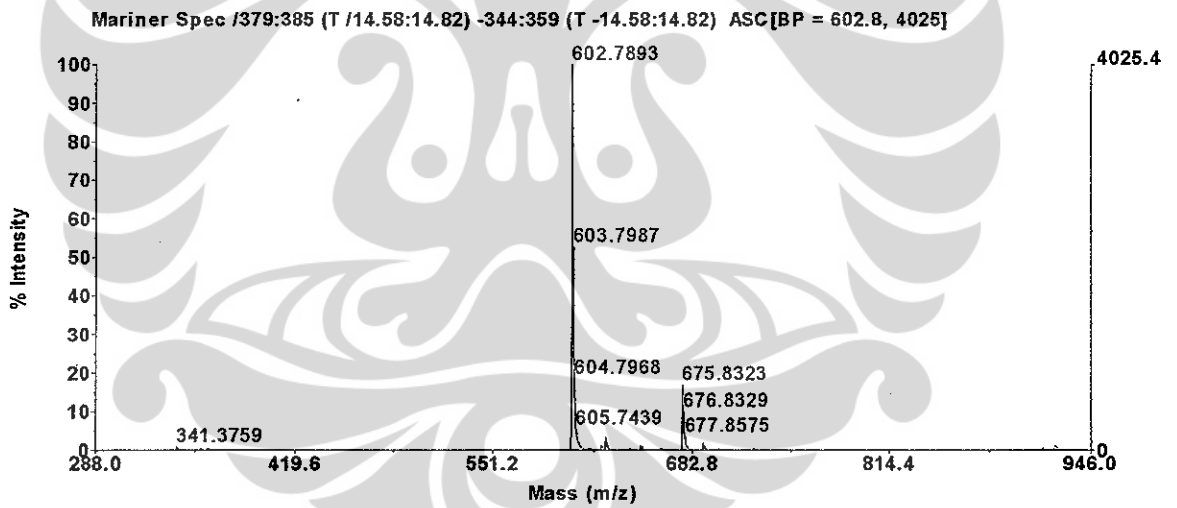
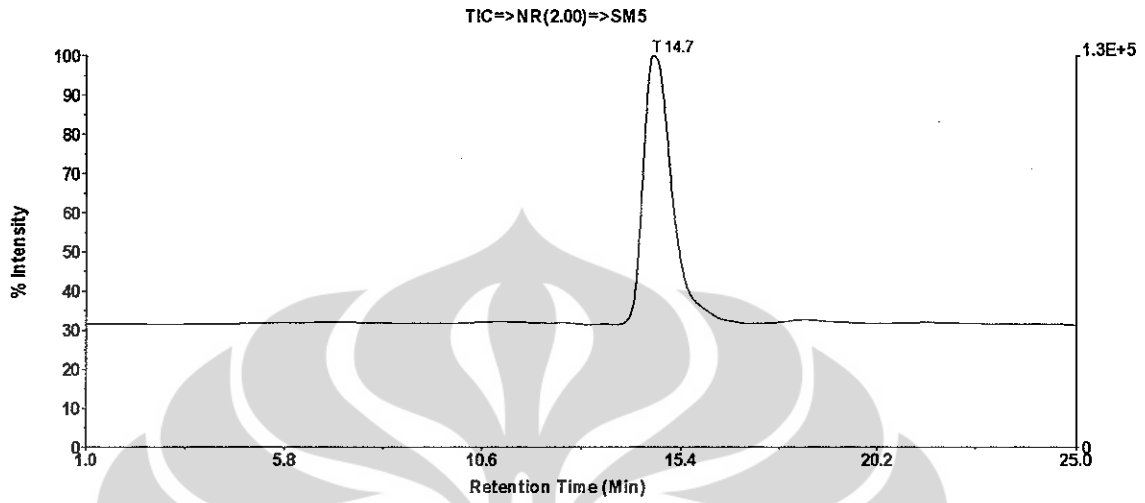
Field_strength = 11.7473579 [T] (500 [MH]
X_acq_duration = 0.10231808 [s]
X_domain       = 1H
X_offset       = 500.15991521 [MHz]
X_points      = 1.5 [ppm]
X_resolution   = 1.024
X_f1          = 9.77344376 [Hz]
X_resolution   = 10.00800641 [kHz]
X_sweep       = 150
Y_domain      = 163.76529768 [MHz]
Y_offset      = 256
Y_points      = 0
Y_prescans    = 122.83005031 [Hz]
Y_resolution   = 31.44654088 [kHz]
Y_sweep       = 18
Tri_domain    = 500.15991521 [MHz]
Tri_freq      = 5.0 [ppm]
Tri_offset    = FALSE
Clipped       = 1
Mod_return    = 1
Scans         = 10
Total_scans   = 2560

X_acq_time    = 0.10231808 [s]
X_atn         = 4 [dB]
X_pulse       = 5.34 [us]
Y_acq_time    = 8.1408 [ms]
Y_atn         = 5.2 [dB]
Y_pulse       = 14.1 [us]
Irr_atn_dec   = 23.65326 [dB]
Irr_noise     = MPFB
Tri_mode      = Off
Dante_preset  = FALSE
Decoupling    = TRUE
Grad_1        = 1 [ms]
Grad_2        = 60 [%]
Grad_3        = 1 [ms]
Grad_4        = 60 [%]
Grad_5        = 1 [ms]
Grad_6        = 30.18108652 [%]
Grad_recover  = 0.1 [ms]
  
```

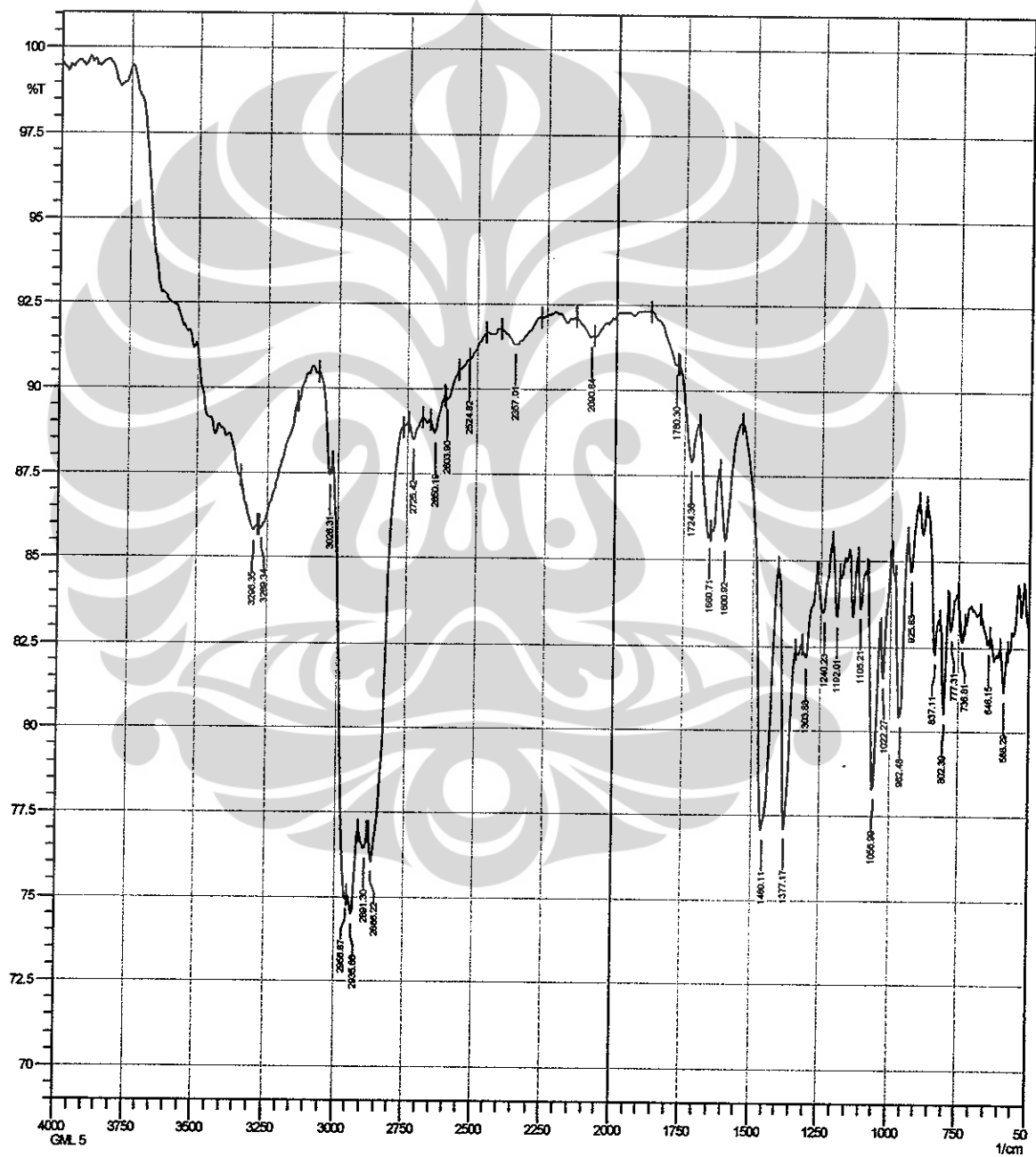
Lampiran 32. Spektrum HMBC GML-3



### Lampiran 33. Spektrum LC-MS GML-3

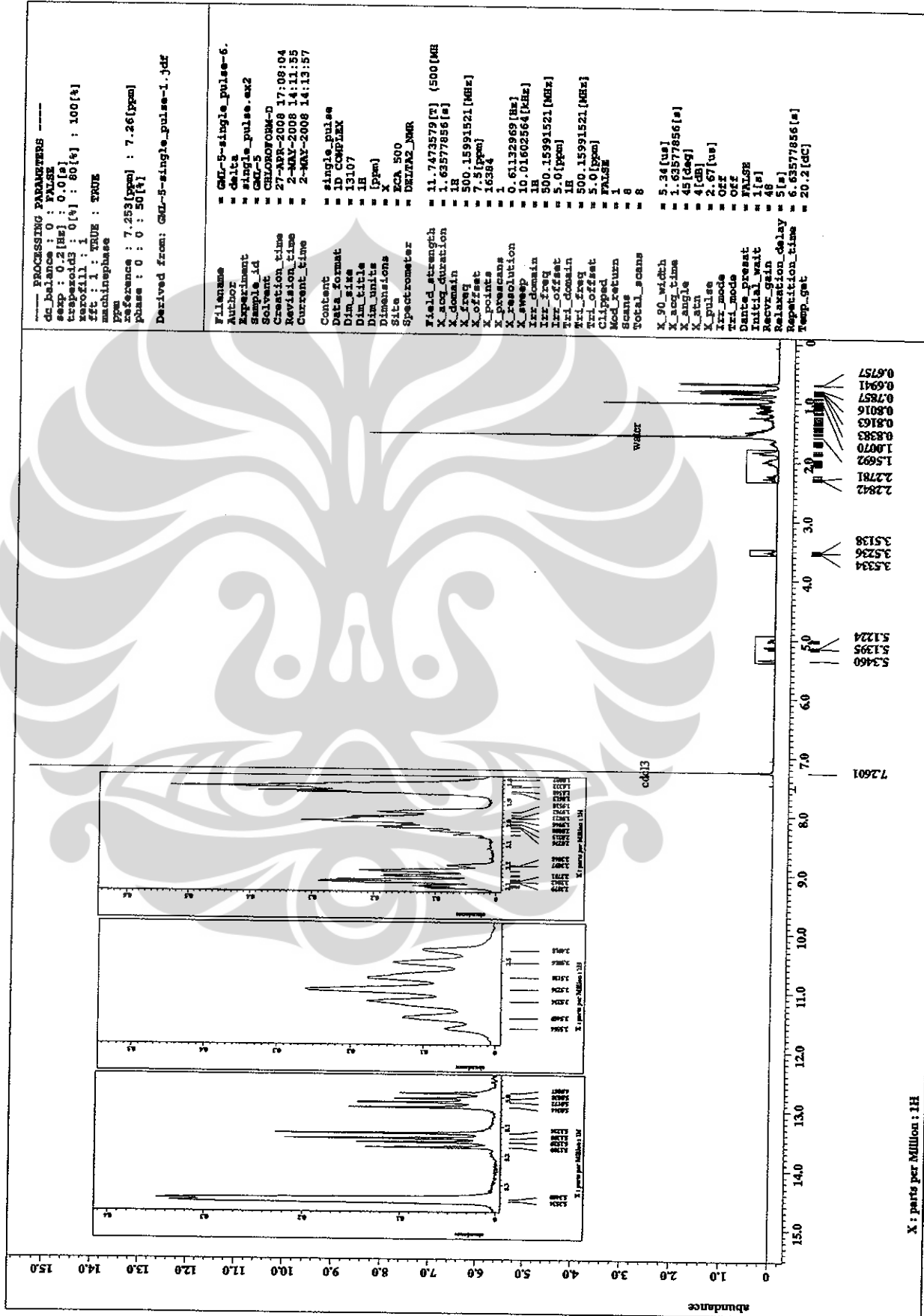


### Lampiran 34. Spektrum IR GML-5

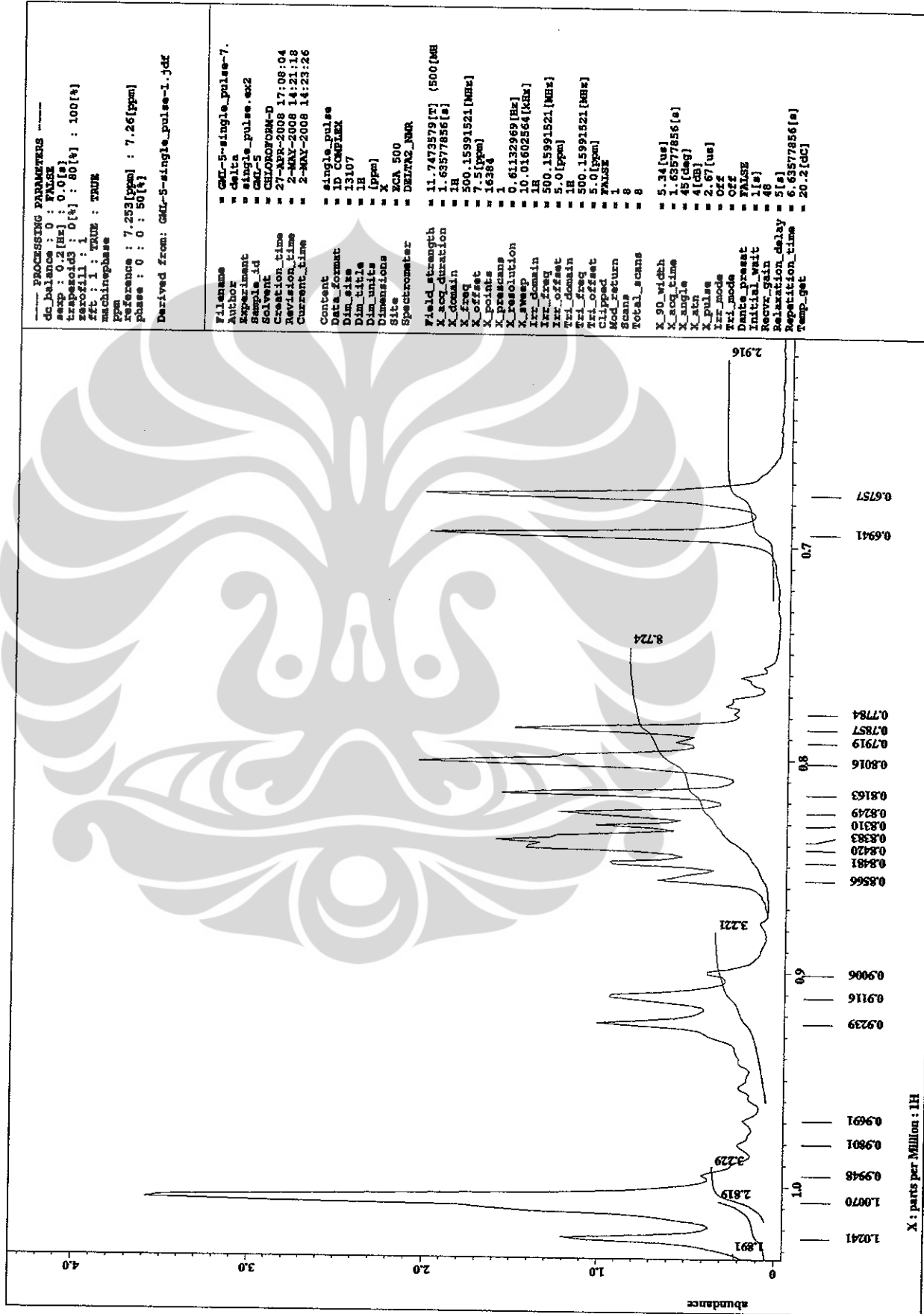




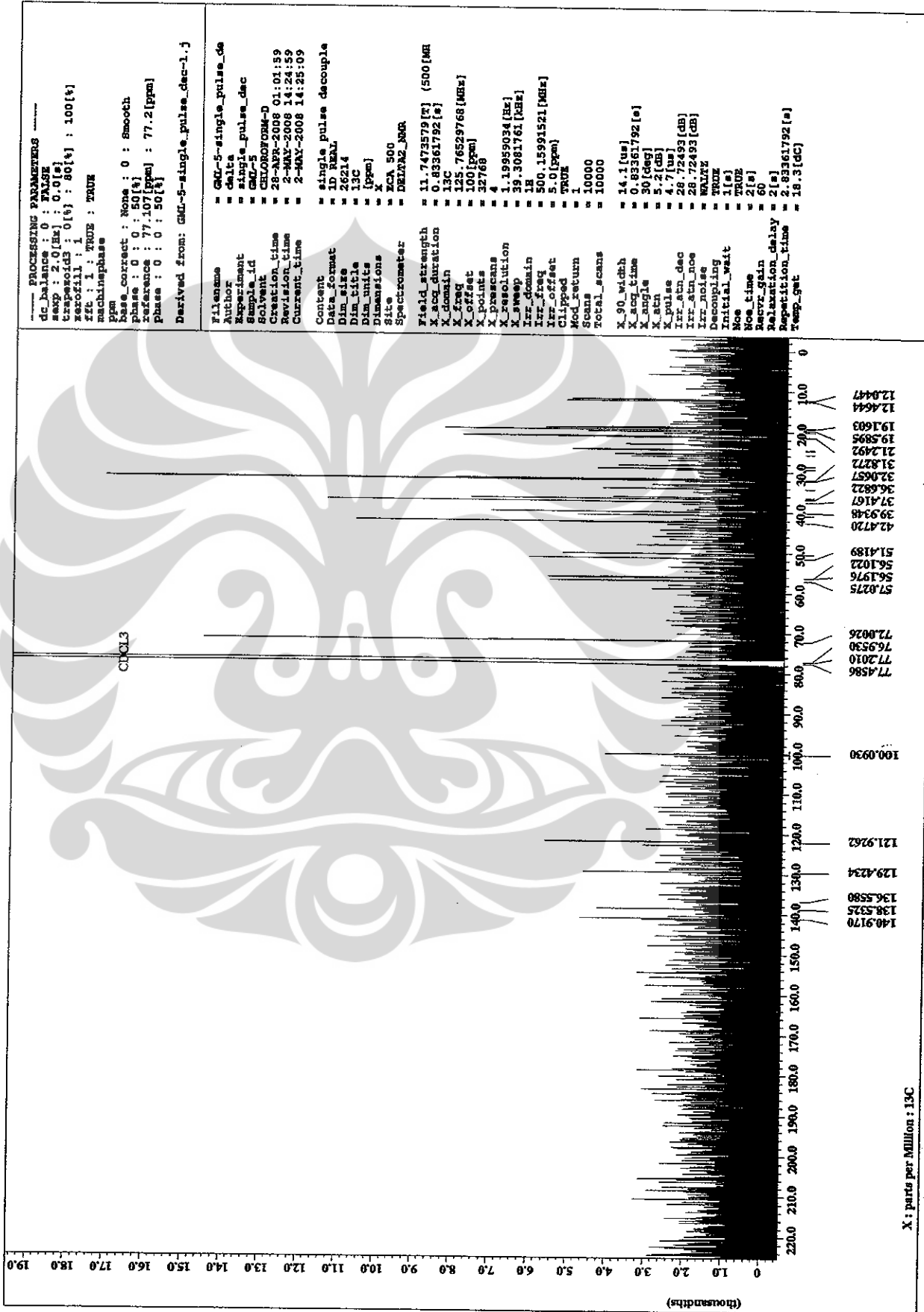
### Lampiran 35. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-5



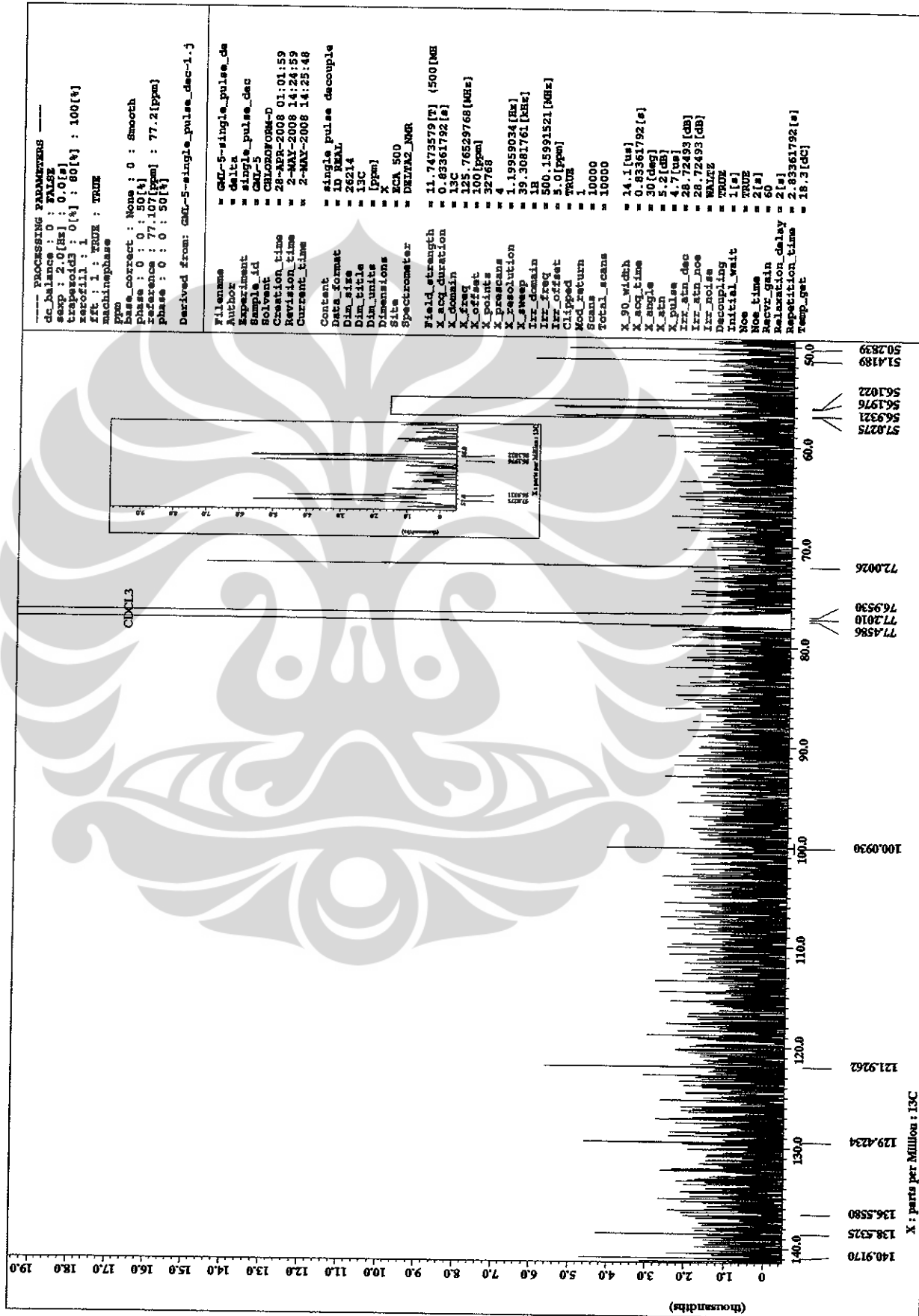
Lampiran 35. Spektrum <sup>1</sup>H-NMR GML-5 (Lanjutan)



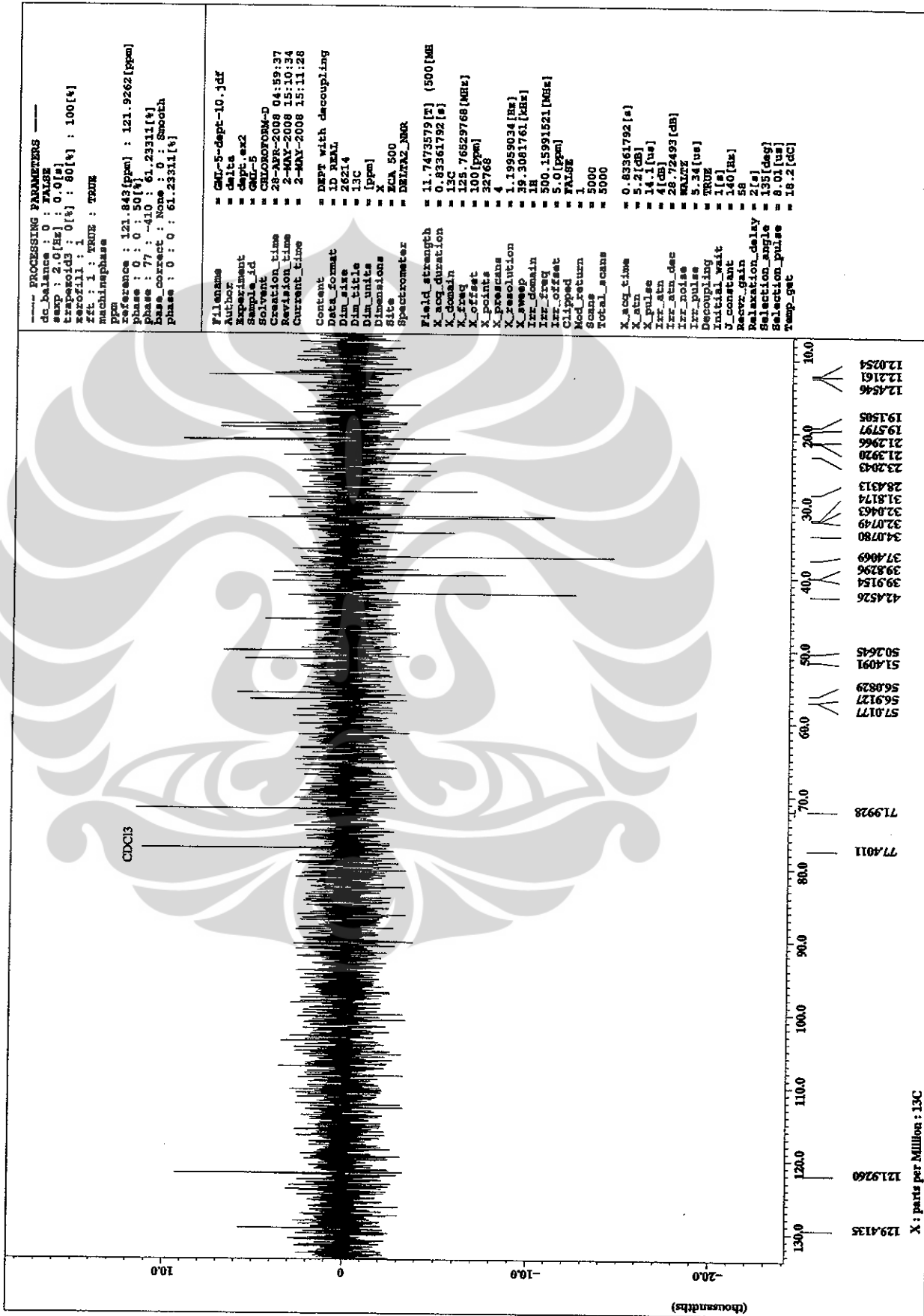
Lampiran 36. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-5



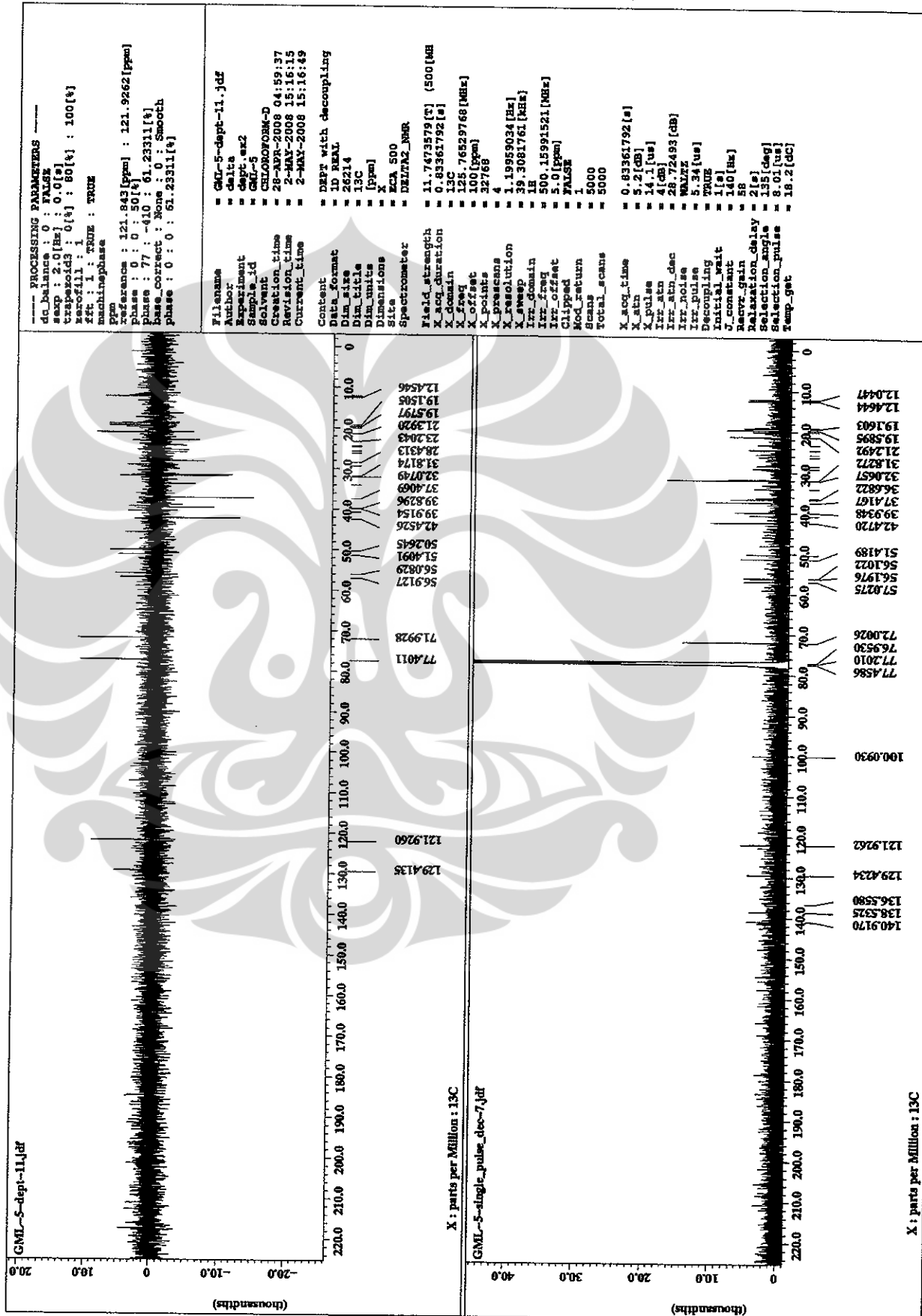
Lampiran 36. Spektrum <sup>13</sup>C-NMR GML-5 (Lanjutan)



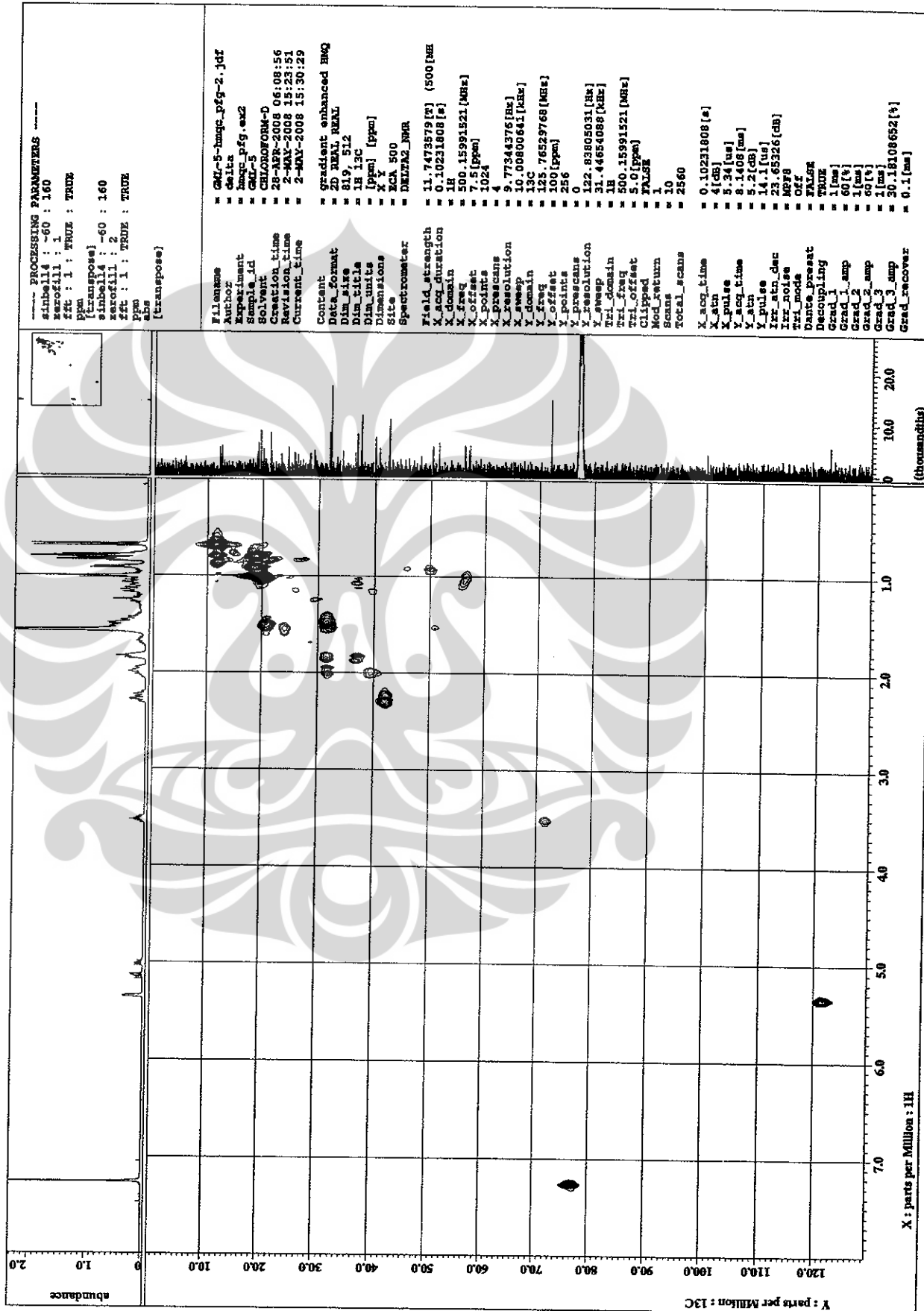
Lampiran 37. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-5



Lampiran 37. Spektrum DEPT <sup>13</sup>C-NMR GML-5 (Lanjutan)



Lampiran 38. Spektrum HMQC GML-5



Lampiran 39. Spektrum HMBC GML-5

