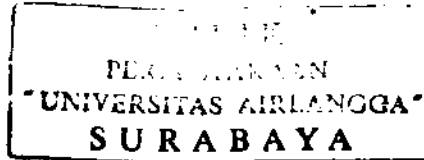


**ISOLASI DAN PENENTUAN KARAKTER
ZAT KANDUNGAN KULIT BUAH
GARCINIA MANGOSTANA L.**



**OLEH:
Drs. ACHMAD FUAD HAFID**

**FAKULTAS PASCASARJANA
UNIVERSITAS AIRLANGGA
1987**



TESIS


**DIAJUKAN UNTUK MEMENUHI PERSYARATAN
PENDIDIKAN PASCASARJANA PROGRAM GELAR
PROGRAM STUDI ILMU FARMASI .**

Oleh

Achmad Fuad Hafid

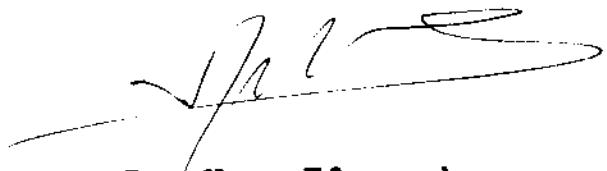
NIP. 2583102856

Disetujui oleh Pembimbing



Dr. Noor Cholies Zaini

NIP. 130355372



Dr. Noor Ifansyah

NIP. 130675597

Ketua Program Studi



Dr. Fasich

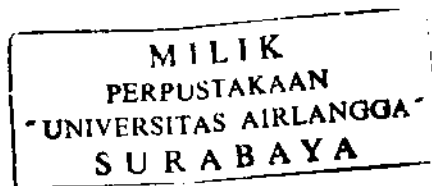
NIP. 130517155

CK
PS. 134/87
Haf

**ISOLASI DAN PENENTUAN KARAKTER ZAT KANDUNGAN
KULIT BUAH GARCINIA MANGOSTANA L.**

TESIS

**DIAJUKAN UNTUK MEMENUHI PERSYARATAN
PENDIDIKAN PASCASARJANA PROGRAM GELAR
PROGRAM STUDI ILMU FARMASI**



Oleh :

ACHMAD FUAD HAFID

**FAKULTAS PASCASARJANA
UNIVERSITAS AIRLANGGA**

1987

UCAPAN TERIMA KASIH

Segala puji bagi Allah s.w.t. yang telah melimpahkan rahmatNya, sehingga saya dapat menyelesaikan tesis sebagai persyaratan Pendidikan Pascasarjana Program Studi Ilmu Farmasi. Dalam hal ini saya menyampaikan terima kasih sebesar-besarnya kepada :

- Universitas Airlangga khususnya Fakultas Farmasi yang telah memberikan kesempatan untuk mengikuti program pendidikan Pascasarjana.
- Tim Manajemen Program Doktor (TMPD) Depdikbud Republik Indonesia yang telah memberikan beasiswa selama pendidikan.
- Jurusan Biologi Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Airlangga yang menyediakan fasilitas selama penelitian.
- Perpustakaan Universitas Airlangga dan Main Library of James Cook University yang telah menyediakan acuan-acuan yang sangat membantu selama pendidikan.
- Departement of Chemistry and Biochemistry, James Cook University of Townsville - North Queensland dan Department of Organic Chemistry of The University of New south Wales, Sydney - Australia, yang memberikan fasilitas tidak sedikit sehingga penelitian dapat terselesaikan.

- Bapak Dr. Noor Cholies Zaini dan Dr. Noor Ifansyah sebagai Pembimbing.
- Bapak Dr. Noor Cholies Zaini sebagai Ketua Jurusan Biologi Farmasi Fakultas Farmasi Universitas Airlangga, juga Bapak Prof. Dr. Sutarjadi, Dr. Gunawan Indrayanto, Drs. Wahjo Dyatmiko atas segala bantuannya.
- Prof. Jack Canon dan International Development Program (IDP) sehingga memungkinkan dilakukannya sebagian penelitian di Australia, yang selama itu banyak dibantu oleh Dr. Bruce Bowden dan Prof. David Collins.
- Semua pihak yang tidak dapat saya sebut satu persatu yang selama ini telah membantu penelitian ini.

Semoga Allah s.w.t. memberikan balasan yang sesuai dan menerima amal baik yang telah dikerjakan.

Secara khusus terima kasih saya sampaikan bagi Isteri dan anak-anak kami yang cukup berkorban selama saya terlibat dalam penelitian ini.

ABSTRAK

Telah dilakukan penelitian tentang identifikasi dan karakterisasi senyawa xanthon dalam kulit buah manggis (Garcinia mangostana L.).

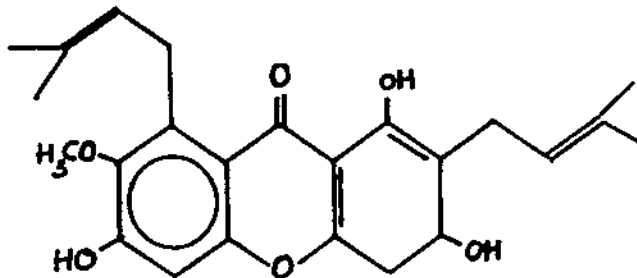
Serbuk kulit buah manggis diekstraksi secara soxhletasi dengan pelarut petroleum eter dan kloroform. Dari masing-masing pelarut didapatkan ekstrak P (Petroleum eter) dan ekstrak K (Kloroform). Berdasarkan data kromatografi lapisan tipis yang menggunakan fase diam silika-gel GF 254 dan pelarut-pelarut benzen-eter (3 : 1) dan kloroform-benzen (5 : 1) diperoleh empat bercak dari ekstrak K dan dua bercak dari ekstrak P.

Dari ekstrak K berhasil diisolasi zat K melalui kromatografi kolom menggunakan fase diam silika gel 60 (70-230 Mesh ASTM) dengan pelarut kloroform-benzen (5 : 1). Zat K tersebut mempunyai titik leleh 181,1 - 182,2° C ; Panjang gelombang maksimum sinar lembayung ultra dalam pelarut etanol 95% pada 243,8 nm ; 258,6 nm ; 317 nm ; Spektra merah infra yang menunjukkan adanya gugus-gugus -OH, C = O, -CH₃, C = C, inti aromatik, vinyl, eter, ; 1H-NMR pada 13,8 (1H,s), 6,3 (1H,s), 6,34 (1H,s), 6,29 (1H,s), 6,2 (1H,s), 5,30 (2H,m), 4,1 (2H,d), 3,76 (1H,s), 3,45 (2H,d), 1,68-1,85 (14H,d,d,d,s); ¹³C-NMR pada 182,08 , 161,63 , 160,76 , 155,88 , 154,61 , 142,77 , 137,19 ,

135,54 , 131,99 , 123,38 , 121,56 , 112,38 , 108,63 ,
 103,78 , 93,34 , 77,43 , 77,00 , 76,58 , 62,01 , 29,57 ,
 26,61 , 25,72 , 21,51 , 18,16 , 17,86 , dan pada analisa
 unsur didapatkan 69,93% C, 6,76% H; Berat molekul 412.

Berdasarkan data yang diperoleh, zat K mempunyai struktur menyerupai struktur Mangostin dan diusulkan bahwa zat K adalah senyawa xanthon dengan rumus molekul

$C_{24}H_{28}O_6$ dengan struktur molekul :



(3,4-dihidromangostin)

DAFTAR ISI

	Halaman
UCAPAN TERIMA KASIH	iii
ABSTRAK	v
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR TABEL	x
DAFTAR GAMBAR	xi
DAFTAR LAMPIRAN	xii
BAB I : PENDAHULUAN	1
BAB II : TINJAUAN PUSTAKA	5
1. Tinjauan pustaka tentang tanaman Manggis	5
1.1. Klasifikasi	5
1.2. Uraian tentang tanaman	5
1.2.1. Nama daerah	5
1.2.2. Tempat tumbuh	6
1.2.3. Sifat tanaman	6
1.2.4. Kandungan tanaman	6
1.2.5. Penggunaan tanaman	6
2. Tinjauan pustaka tentang xanthon ..	7
3. Tinjauan pustaka tentang mangostin. Khasiat mangostin	9
4. Tinjauan pustaka tentang pemeriksa- an kimiawi	9
4.1. Pemeriksaan reaksi warna	10
4.2. Pemeriksaan kromatografi	11
5. Tinjauan pustaka tentang metode pe- nelitian	14
5.1. Tinjauan tentang ekstraksi	14

	Halaman
6. Tinjauan tentang identifikasi dan karakterisasi	16
6.1. Tinjauan pustaka tentang Spektrofotometer lembayung ultra	16
6.2. Tinjauan pustaka tentang titik lebur	18
6.3. Tinjauan pustaka tentang titik lebur	21
6.4. Tinjauan umum Spektrometri massa.	21
6.4.1. Spektrum massa	22
6.5. Tinjauan umum Spektrometri resonansi magnet inti	23
¹ H-NMR (Proton NMR)	23
¹³ C-NMR (Carbon-13 NMR)	23
BAB III : BAHAN, ALAT DAN METODE	25
1. Bahan	25
1.1. Kulit buah manggis	25
1.2. Bahan kimia	25
2. Alat	25
3. Metode	26
3.1. Penyiapan bahan	26
3.2. Penyarian	26
3.3. Kromatografi lapisan tipis	27
3.4. Pemisahan secara kromatografi kolom	27
3.5. Rekrystalisasi isolat	29
3.6. Identifikasi hasil isolat	30
3.6.1. Reaksi warna	30
3.6.2. Titik lebur	30
3.6.3. Kromatografi lapisan tipis	30
3.7. Karakterisasi hasil isolasi	31
3.7.1. Spektrometri lembayung ultra ..	31
3.7.2. Spektrometri merah infra	31
3.7.3. Spektrometri resonansi magnet inti	31

	Halaman
3.7.4. Spektrometri massa	31
3.8. Analisa data	31
BAB IV : HASIL PENELITIAN	33
1. Bahan penelitian	33
2. Penyarian	34
3. Kromatografi lapisan tipis	34
4. Kromatografi kolom	34
5. Identifikasi dan karakterisasi zat K	35
5.1. Reaksi warna	35
5.2. Titik leleh	35
5.3. Spektra sinar lembayung ultra ...	36
5.4. Spektra infra merah	36
5.5. Spektra resonansi magnet proton...	36
5.6. Spektra resonansi magnet karbon-13	37
5.7. Analisa unsur	37
5.8. Spektra massa	37
BAB V : PEMBAHASAN	52
BAB VI : KESIMPULAN	60
BAB VII : SARAN	61
BAB VIII: RINGKASAN	62
KEPUSTAKAAN	64

DAFTAR TABEL

	Halaman
1. Hasil KLT ekstrak kulit buah manggis dalam petroleum eter (ekstrak P) dan dalam kloroform (ekstrak K)	38
2. Hasil KLT ekstrak P dan ekstrak K	39
3. Hasil KLT ekstrak K dan zat K	40
4. Spektra ¹ H-NMR zat K (pelarut CCl ₃)	45
5. Spektra massa zat K	51

DAFTAR GAMBAR

	Halaman
1. Skema isolasi zat K	28
2. Spektra lembayung ultra zat K/etanol	41
3. Spektra merah infra zat K	42
4. Spektra $^1\text{H-NMR}$ zat K yang diperkuat	43
5. Spektra $^1\text{H-NMR}$ zat K/ CDCl_3	44
6. Spektra $^1\text{H-NMR}$ zat K/ CDCl_3	46
7. Spektra $^1\text{H-NMR}$ zat K setelah $\text{D}_2\text{O-Exchange}$...	47
8. Spektra $^{13}\text{C-NMR}$ zat K pada 125 MHz	48
9. Spektra $^{13}\text{C-NMR}$ zat K menunjukkan adanya CH, CH ₂ , CH ₃	49
10. Spektra massa zat K	50

DAFTAR LAMPIRAN

	Halaman
1. Profil Spektra massa senyawa xanthon	67
2. Data ^{13}C -NMR mangostin	68
3. Data ^1H -NMR mangostin dan turunannya	69

BAB I

PENDAHULUAN

Penelitian tentang kandungan bahan alam hingga saat ini masih merupakan kegiatan yang menarik bagi kalangan peneliti baik di dalam maupun di luar negeri. Terlebih lagi dengan telah ditemukannya beberapa kandungan tanaman yang mempunyai arti penting bagi manusia khususnya yang berguna sebagai obat. Penelitian Friederich W. ser-tuner (1806) yang memperoleh morfin dari opium disusul 15 tahun kemudian oleh keberhasilan Pelletier dan Caven-tau mengisolasi strikhnin, brusin, kuinin, cinchonin dan kofein.

Dalam perkembangan selanjutnya dikenal ilmu Fitokimia yang merupakan salah satu dasar dalam penelitian tentang analisis kandungan tanaman. Untuk mendapatkan gambaran mengenai macam zat yang terkandung dalam suatu tanaman perlu dilakukan skrining fitokimia terlebih dahulu kemudian berdasar hasil skrining tersebut tindakan selanjutnya dalam upaya analisis kandungan yang lebih seksama dapat direncanakan dengan sebaik-baiknya.

Dengan dikenalnya Khemotaksonomi ternyata juga memberikan sumbangan yang sangat berarti dalam usaha mempelajari hubungan antara kekerabatan suatu tanaman dengan

zat yang dikandungnya sehingga hal tersebut dipandang penting dalam studi pendahuluan tentang kandungan tanaman. Melalui studi khemotaksonomi dan fitokimia yang ditunjang dengan kemajuan teknologi dalam bidang analisis kimia organik dan yang lain, menimbulkan kemajuan dan perkembangan yang nyata pada penelitian kandungan tanaman.

Disamping sebagai usaha pemanfaatan sumberdaya alam dalam artian memanfaatkan potensi tanaman yang ada, penelitian kandungan tanaman juga penting dalam upaya pemanfaatan limbah suatu tanaman. Salah satu tujuan dilakukannya penelitian kandungan tanaman adalah untuk mendapatkan informasi secara lengkap tentang zat apa saja yang terdapat dalam suatu tanaman. Data tersebut diperoleh gambaran tentang penting tidaknya tanaman tadi untuk tujuan tertentu misalnya untuk pengobatan suatu penyakit. Secara geografis dan potensial, daerah tropis merupakan tempat bertumbuhnya sebagian besar tanaman yang terdapat di dunia, sehingga penelitian tersebut layak mendapatkan perhatian sepenuhnya dari para peneliti di bidang tersebut khususnya di Indonesia.

Garcinia mangostana L. (Manggis) telah diteliti sehubungan dengan senyawa xanthon yang dikandungnya, lebih dari itu karena sebagian senyawa xanthon diketahui memiliki khasiat farmakologis yang menarik misalnya sebagai depresan susunan syaraf pusat (Shankaranarayan, 1978),

menghambat mono amin oksidase, memberikan efek tuberkulostatik (Hostettman K. & Wagner H., 1977). Garcinia mangostana L. adalah salah satu jenis tanaman yang termasuk dalam marga Garcinia, suku Guttiferae (Hegnauer R., 1965). Sedangkan hasil penelitian terhadap jenis yang lain menyimpulkan bahwa Garcinia livingstonei mengandung leuksianidin (polifenol); Garcinia veverrucosa, Garcinia cherryi mengandung saponin (Hegnauer R., 1965).

Kulit buah Manggis (Garcinia mangostana L.) secara tradisional digunakan sebagai zat warna hingga penggunaannya sebagai obat pada sakit disentri (Heyne K., 1950 ; Seno A. Sastroamidjojo, 1967 ; Sudarman M. & Harsono R., 1968). Dari hasil penelusuran pustaka diperoleh data bahwa kulit buah Manggis (Garcinia mangostana L.) mengandung antara lain lemak, polifenol, pigmen dan xanthon (Hostettmann K., 1977). Sedangkan senyawa-senyawa xanthon yang diperoleh dari tanaman suku Guttiferae sangat beragam baik struktur maupun sifat fisiknya, sehingga disebutkan bahwa senyawa-senyawa xanthon tersebut larut dalam metanol maupun petroleum eter tergantung struktur molekulnya. (Hostettmann K., 1977)

Memperhatikan kelarutan bahan yang terkandung dalam tanaman khususnya kulit buah Manggis, maka tahap pertama dilakukan fraksinasi dengan cara penyarian menggunakan lebih dari satu macam pelarut dan berbeda polaritasnya. Dengan demikian apabila telah diperoleh hasil analisa zat yang terkandung dalam masing-masing komponen maka pola

penelitian lanjutan lebih mudah dilakukan baik untuk kepentingan studi kimia maupun tentang daya guna zat terkandung di bidang pengobatan.

Adanya beberapa laporan ditemukannya senyawa-senyawa baru dalam Garcinia mangostana L. (Govindachari, 1971; Sen, 1981; Yates, 1968) memberikan harapan kemungkinan ditemukannya senyawa baru dalam kulit buah Garcinia mangostana L. yang terdapat di Indonesia. Sekalipun demikian bila tidak ditemukan senyawa baru maka studi isolasi dan penentuan karakter zat kandungan kulit buah Manggis diharapkan merupakan langkah awal dari upaya menggali kekayaan sumber daya alam yang terdapat di Indonesia.

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

1. Tinjauan pustaka tentang tanaman manggis.1.1. Klasifikasi (Lyman, 1957)

Divisio	: Spermatophyta
Sub divisio	: Angiospermae
Kelas	: Dicotyledoneae
Bangsa	: Guttiferales
Suku	: Guttiferae
Marga	: Garcinia
Jenis	: <u>Garcinia mangostana</u> Linn.

1.2. Uraian tentang tanaman.1.2.1. Nama daerah. (Heyne, 1950; Seno, 1967; Steenis, 1975)

Garcinia mangostana Linn. di beberapa daerah disebut manggistan, mangosteen - Enggano; epiko - Aceh; goesteu, mangi - Batak; manggisto, manggoes - Karo; magi - Mentawai; lakopa, malakopa - Malaisia; manggos - Minangkabau; manggih - Lampung; manggoe - Jawa; manggis - Madura; mangghis - Bali; manggista, mangoesta - Bima; bagoes-tang, manggastan - Gorontalo; kirasa, manggisi,

mangkosota - Bugis; basitang, bahoetangga, boesoetang - Ternate.

1.2.2. Tempat tumbuh.

Manggis dapat tumbuh di pekarangan dan kebun-kebun yang tanahnya tidak tandus sampai setinggi kira-kira 1500 m di atas permukaan laut.

1.2.3. Sifat tanaman.

Manggis merupakan pohon buah-buahan, daunnya agak tebal, berbentuk lonjong, batangnya lurus, tinggi sampai 25 m. Bunganya berwarna putih, buahnya bulat-bulat seperti bola kira-kira sebesar jeruk garut, berkulit merah tua atau ungu tua. Berdaging putih yang enak rasanya.

1.2.4. Kandungan tanaman.

Tanaman ini mengandung zat-zat antara lain getah; kalsium; zat besi; mangostin; vitamin B₁ dan zat samak.

1.2.5. Penggunaan tanaman.

Buahnya enak dimakan.

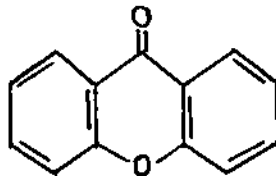
Air rebusan dinding buah untuk astrigen. Daging buahnya untuk radang amandel, disentri, dubur tersembul, tukak kelemayuh, seringkali meludah, keputihan. Dinding buahnya untuk gigi goyah dan kotor, mencret. Kulitnya untuk sariawan, nyeri urat penutup poros. Damarnya untuk sembelit, akarnya untuk tak teratur datang haid. Juga da-

pat digunakan untuk obat luar pada prolapsus anii, ulcera, gangraenosa-gangraenosa, tonsil yang membesar, tukak dalam mulut dan kerongkongan serta fluor albus.

2. Tinjauan pustaka tentang xanthon.

Xanthon mempunyai posisi penting ditinjau dari ilmu kimia bahan alam yang strukturnya sering dihubungkan dengan flavonoid (Hostettmann, 1977).

Xanthon mempunyai rumus molekul $C_{13}H_8O_2$ dengan berat molekul 196,19 dan struktur molekulnya :



Nama kimia : 9-H-xanthen-9-on ;
dibenze- α -pyron ;
difenilen keton oksid

Titik lebur : 174° C

Kelarutan : 0,55 g/100 ml. alkohol dingin,
6,71 g/100 ml. alkohol mendidih, larut
dalam air panas, eter, petroleum eter,
benzen, toluen (Merck Index, 1976)

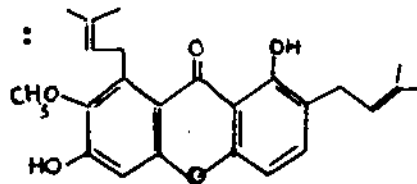
Reaksi identifikasi.

Dengan H_2SO_4 pekat membentuk larutan kuning berfluorescensi pucat. Serapan maksimum sinar lembayung ultra larutan dalam etanol pada panjang gelombang 239, 261, 287 dan 337 nm.

3. Tinjauan pustaka tentang mangostin.

Mangostin merupakan salah satu turunan xanthon yang terdapat di alam dan pertama kali ditemukan pada kulit buah Garcinia mangostana L. (Yates, 1958). Mangostin sebagai turunan xanthon mempunyai pola khusus yaitu adanya gugus hidroksi yang terikat pada C₁, C₃, C₆ dan metoksi pada C₇ serta gugus dimetil alilil pada C₂ dan C₈. Rumus molekul C₂₄H₂₆O₆ dan berat molekulnya 410,45 merupakan serbuk kristal kuning.

Struktur molekul :



2,8 bis(-3-metil-2-butenil)-7-metoksi-1,3,6 trihidroksi-9-xanthon.

Kandungan mangostin dalam kulit buah Garcinia mangostana L. sekitar 2,55%, dalam kulit batang 2,15%.

Reaksi identifikasi.

- Reaksi warna.

Dengan FeCl₃ berwarna hijau.

Dengan H₂SO₄ berwarna jingga dan larutannya berwarna kuning.

- Titik lebur.

Mangostin mempunyai titik lebur 181,6 - 182,6° C (Yates, 1958).

- Panjang gelombang.

Serapan maksimum mangostin pada sinar merah infra

dengan menggunakan pelarut CCl_4 adalah : 2,85; 2,93; 6,08 dan 6,21 u.

Sedangkan serapan maksimum pada sinar lembayung ultra dalam pelarut etanol : 243; 259; 318 dan 351 mu.

Kromatografi Lapisan Tipis. (Sen, 1981)

Kromatografi Lapisan Tipis dari derivat xantjone dideteksi dengan uap jodium; reagen Dragendorff; reagen 5% KOH dalam metanol dan Anis aldehyd.

Fase diam yang digunakan Silica gel, sedang fase Bergeraknya ada beberapa macam :

- campuran etil acetat-metanol-air = 21 : 4 : 3
- campuran benzen-eter = 3 : 1
- campuran benzen-etil asetat = 3 : 1
- campuran kloroform-metanol = 97 : 3

Khasiat mangostin. (Shankarana Rayan, 1979)

Mangostin pada binatang percobaan tikus mempunyai beberapa khasiat farmakologi antara lain, sebagai depresan susunan saraf pusat dengan karakterisasi secagai ptosis, sedasi, menghambat aktivitas motorik, memberi potensiasi pada "pentobarbital sleeping time" dan sebagai eter anaestesi. Juga mempunyai aktivitas sebagai anti inflamatori dan anti borok lambung.

4. Tinjauan pustaka tentang pemeriksaan kimiawi. (MMI, 1979)

Ada landasan pemikiran dan metoda dalam melakukan pemeriksaan kimiawi :

- a. metoda pemeriksaan dengan menggunakan zat pembanding yang murni. Dengan metoda ini kita dapat menganalisa zat kimia serupa yang terkandung dalam simplisia hasil isolasi.
- b. metoda pemeriksaan dengan menggunakan data standar sebagai pembanding. Metoda ini menjadi pilihan utama dan banyak dianjurkan untuk menyelesaikan problem jika menemui kesulitan untuk mendapatkan zat kimia murni sebagai pembanding.

Dengan metoda ini dapat dianalisa mutu atau kepastian identifikasi suatu bahan.

Berdasarkan waktu dan alat-alat yang tersedia, maka dalam penelitian ini pemeriksaan kimiawi yang dilakukan adalah :

- a. pemeriksaan reaksi warna
- b. pemeriksaan kromatografi lapisan tipis
- c. pemeriksaan panjang gelombang dengan menggunakan alat spektrofotometer lembayung ultra
- d. pemeriksaan gugus fungsi dengan menggunakan alat spektrofotometer infra merah

Dalam penelitian ini juga dilakukan pemeriksaan fisiknya yaitu titik lebur.

4.1. Pemeriksaan reaksi warna. (MMI, 1979)

Pemeriksaan reaksi warna dilakukan dengan cara menambahkan bahan kimia cair atau larutan bahan kimia kepada bahan yang diperiksa. Dengan penam-

bahan pereaksi tersebut akan terjadi perubahan warna yang jelas berbeda dengan warna semula atau perubahan fisika kimia lain yang mengikuti.

Reaksi warna dilakukan dalam usaha untuk mencapai tujuan pemastian identifikasi ataupun tujuan analisa kemurnian atau dugaan adanya zat kimia lain. Dalam Matera Medika Indonesia, pereaksi warna yang digunakan dan dapat dipakai pedoman ialah H_2SO_4 pekat; HCl pekat; $FeCl_3$ 5%; CaOH 5% dan lain-lain.

4.2. Pemeriksaan kromatografi. (Stahl, 1969)

Kromatografi adalah cara pemisahan suatu zat yang berada dalam campurannya dengan jalan penyarian berfraksi atau penyerapan atau penukaran ion pada zat padat berpori dengan menggunakan cairan atau gas yang mengalir.

Ditinjau dari cara kerjanya, kromatografi dibedakan :

- kromatografi adsorpsi
- kromatografi pertukaran ion
- kromatografi partisi
- kromatografi pertukaran elektron
- "foam & emulsion fraction chromatografi"

Jika ditinjau dari peralatan dan cara pelaksanaannya dibedakan :

- kromatografi kertas
- kromatografi kolom

- kromatografi lapisan tipis
- kromatografi gas

Dalam penelitian ini hanya dilakukan kromatografi kolom dan kromatografi lapisan tipis.

A. Kromatografi kolom

Dilakukan dengan tujuan untuk memurnikan bahan berkhasiat. Pada kromatografi ini digunakan zat penyerap misalnya aluminium oksid yang telah diaktifkan; silika gel; kieselguhr yang terkalsinasi, dalam keadaan kering atau setelah dicampur dengan sejumlah cairan, dihampatkan ke dalam tabung kaca atau tabung kwarsa dengan ukuran tertentu dan mempunyai lubang pengalir keluar dengan ukuran tertentu pula.

Pemisahan yang lebih banyak dilakukan adalah pemisahan dengan mengalirkan pelarut melalui kolom sehingga zat berkhasiat yang dikehendaki keluar dalam eluat. Cara ini disebut kromatografi mengalir. Kadar zat dalam eluat dapat ditetapkan dengan cara titrasi; spektrofotometri; kolorimetri atau pelarut dapat diuapkan hingga dapat diperoleh zat dalam keadaan hampir murni. Jika dikehendaki pemisahan beberapa zat berkhasiat sehingga didapatkan hasil yang lebih murni dapat dilakukan dengan mengalirkan selanjutnya pelarut yang sama atau

pelarut yang lain yang mempunyai daya eluasi yang lebih kuat.

B. Kromatografi Lapisan Tipis (KLT)

Digunakan KLT dengan pertimbangan peralatan yang sederhana, toleransi terhadap berbagai pereaksi, pelaksanaan yang praktis dan cepat serta hasil yang cukup bermanfaat luas.

Beberapa faktor yang berpengaruh pada KLT dan dapat disebutkan sebagai ciri suatu pelaksanaan KLT antara lain :

1. fasa diam : - bahan lapisan tipis silika gel, kiesel guhr
- tebal lapisan tipis 0,25 mm
- bahan tambahan NaOH; fluorescein
2. fase bergerak : - yaitu cairan untuk eluasi
3. sampel yang dianalisa : - cara ekstraksi
- jumlah yang diaplikasikan
4. Pelaksanaan : - kejenuhan ruang bejana kromatografi
- cara dan jarak eluasi (10; 12 dan 15 cm)
- temperatur ruangan
- penampakan noda/bercak kromatografi.

Dengan melihat faktor-faktor tersebut maka dapat dilakukan banyak jenis metoda KLT. Pemilihan metoda disesuaikan dengan tujuan analisa dan jenis bahan kandungan yang dianalisa. Untuk setiap kali KLT (kromatogram), dapat disimpulkan spesifikasi sebagai berikut :

- a. jumlah bercak
- b. warna bercak
- c. letak bercak (Rf)

Dengan tiga spesifikasi kromatogram tersebut, dapat digunakan untuk :

- a. identifikasi
- b. analisa adanya suatu bahan kimia yang lain dalam bahan yang diperiksa.

5. Tinjauan pustaka tentang metoda penelitian.

5.1. Tinjauan tentang ekstraksi (Adam, 1958)

Proses ekstraksi digunakan untuk pemisahan atau isolasi bahan/zat dari campurannya. Bentuk umum alat-alat untuk ekstraksi kontinyu/sirkulasi dari padatan dengan pelarut organik yang mudah menguap, misalnya etanol, benzen, eter, petroleum eter, disebut sokhlet ekstraktor.

Pemilihan pelarut untuk ekstraksi melibatkan pertimbangan seperti pada kristalisasi. Pelarut yang dimaksud memiliki sifat :

- a. akan melarutkan dengan cepat bahan yang dieks-

traksi

- b. akan menghemat, atau pelarut yang dipakai sedikit mungkin
- c. akan sedikit atau tidak tersari pada pemurnian
- d. akan mudah dipisahkan setelah proses ekstraksi (biasanya dengan destilasi atau penguapan)
- e. tidak bereaksi kimia dengan bahan/larutan zat.

Sedangkan untuk isolasi zat berkhasiat turunan xanthone dari kulit buah manggis dikenal beberapa macam metoda, antara lain :

1. Metode Yates (1958)

Metode ini menggunakan serbuk kulit buah Manggis (193 g) yang diekstraksi dengan benzen selama 30 jam dengan menggunakan alat sokslet ekstraktor. Ekstrak yang terjadi dipekatkan dengan menggunakan alat rotavapour sampai kurang lebih 50 ml. Endapan yang terjadi dipisahkan, sedangkan filtratnya ditambah ligroin akan menghasilkan endapan yang sama. Dari endapan tersebut, dilakukan pemurnian dengan kromatografi kolom dengan menggunakan Al_2O_3 sebagai fasa diam dan campuran benzen-eter (3 : 1) sebagai fasa Bergeraknya. Filtrat yang ditampung, kemudian diuapkan sampai kering terbentuklah mangostin. Jika perlu dilakukan rekromatografi kolom dengan cara yang sama.

2. Metode Ashis (1981)

Bahan yang digunakan 2 kg. serbuk kulit buah manggis yang diekstraksi dengan petroleum (titik didih 60 - 80° C) selama 48 jam. Ekstrak yang dihasilkan dikromatografi sebanyak 6 g dengan menggunakan silika gel (400 g) sebagai fasa diam.

Fasa bergerak yang digunakan berturut-turut campuran benzen-petroleum (1 : 4); benzen-petroleum (1 : 1); dan yang terakhir benzen.

Fraksi yang didapat dimurnikan dengan cara KLT preparatif, akan menghasilkan bermacam - macam xanthone diantaranya mangostin (2 g).

6. Tinjauan tentang identifikasi dan karakterisasi

6.1. Tinjauan pustaka tentang spektrofotometer lembayung ultra. (Dyer, 1965; Dudley, 1973; Vogel 1978)

Spektroskopi sinar tampak dan sinar lembayung ultra menyangkut penentuan kualitatif dan kuantitatif banyak zat organik dan anorganik.

Absorpsi sinar tampak atau sinar lembayung ultra oleh molekul menyebabkan perpindahan elektron ke tingkat energi yang lebih tinggi disertai pengeluaran energi rotasi dan energi vibrasi.

Spektra sinar tampak dan sinar lembayung ultra dapat dibagi dalam beberapa daerah :

- daerah lembayung ultra jauh 200 nm

- daerah lembayung ultra tengah 200 - 400 nm
- daerah sinar tampak 400 - 800 nm

Bila dua atom mengadakan ikatan kimia, elektron-elektron dari kedua atom tersebut ikut serta dalam ikatan tersebut dan membentuk orbital baru, yaitu orbital molekul. Elektron ikatan itu diasosiasikan dengan keseluruhan molekul dan bukan dengan salah satu inti atom. Dua orbital atom dari kedua atom yang berikatan membentuk satu orbital molekul mengikat dengan energi rendah dan sebuah orbital molekul anti mengikat dengan energi yang lebih tinggi.

Gugus yang dapat mengabsorpsi cahaya dalam molekul dinamakan gugus kromofor. Gugus demikian itu selalu mengandung elektron dan kadang-kadang pula elektron n, contohnya C=C, C=O, N=N, N=O, dan sebagainya.

Molekul-molekul yang hanya mengandung satu gugus khromofor dapat mengalami perubahan pada panjang gelombang. Molekul yang mengandung dua gugus kromofor atau lebih akan mengabsorpsi cahaya pada panjang gelombang yang hampir sama dengan molekul yang hanya mempunyai satu gugus khromofor tertentu, tetapi intensitas absorpsinya adalah sebanding dengan jumlah khromofor yang ada. Kombinasi tertentu dari gugus fungsi akan menghasilkan sua-

tu sistim kromoforik yang dapat menimbulkan pita-pita absorpsi yang karakteristik.

Penggunaan spektrofotometri sinar tampak dan lembayung ultra untuk analisa kualitatif adalah kurang karena pita-pita absorpsi yang diperoleh melebar dan dengan demikian kurang khusus. Walaupun demikian spektra dalam daerah ini dapat memberikan petunjuk tentang adanya atau tidak adanya gugus fungsi tertentu dalam senyawa organik.

Spektroskopi absorpsi merupakan cara yang paling berguna bagi analisa kuantitatif karena dapat digunakan bagi banyak zat, kepekaan tinggi, selektif, ketelitian tinggi dan dapat dilakukan dengan mudah dan cepat, tetapi dapat dipengaruhi oleh sifat pelarut, pH larutan, temperatur, konsentrasi elektrolit yang besar dan adanya zat pengganggu.

6.2. Tinjauan pustaka tentang spektrofotometer infra merah. (Dyer, 1965; Vogel 1978)

Spektra infra merah merupakan salah satu anggota dari suatu spektra elektromagnetic yang meliputi panjang gelombang 0,8 - 200 μ .

Daerah infra merah ini dapat dibagi menjadi :

- a. daerah infra merah dekat 0,8 - 2,5 μ
- b. daerah infra merah tengah 2,5 - 25 μ
- c. daerah infra merah jauh 25 - 200 μ

Bila sinar infra merah ($4000 - 650 \text{ cm}^{-1}$) diabsorpsi oleh molekul, energi radiasi diubah menjadi energi vibrasi dan energi rotasi. Menurut hukum kuantum mekanika, vibrasi ini tidak terjadi antrandom tetapi pada frekuensi khusus, yang ditentukan oleh masa atomnya dan kekuatan ikatan kimianya. Supaya dapat terjadi absorpsi sinar infra merah haruslah dipenuhi syarat-syarat berikut ini:

1. suatu molekul harus mengalami perubahan momen dipol selama vibrasi.
2. energi radiasi harus sama dengan perbedaan energi molekul dalam tingkat dasar dan tingkat tereksitasi.

Analisa infra merah terutama dipakai untuk :

1. Analisa kualitatif untuk menentukan senyawa atau gugus fungsi yang tak diketahui.
2. Analisa kuantitatif.
3. Pengukuran parameter molekular, misalnya jarak antar atom, sudut ikatan dan kekuatan ikatan.

Yang menjadi dasar analisa ini adalah spektrum infra merah dan kenyataan bahwa setiap zat senyawa atau gugus memberikan spektrum yang berbeda, kecuali isomer optik.

Banyak sekali informasi empiris mengenai jejalajah dimana bermacam-macam gugus fungsi dapat mengabsorpsi telah terkumpul. Biasanya informasi

ini disimpulkan dalam "charts" korelasi, sehingga dapat digunakan untuk tujuan identifikasi dengan berdasarkan spektra absorpsinya.

Banyak korelasi diketemukan dalam wilayah infra merah tengah. Wilayah ini dibagi dalam wilayah frekuensi gugus $4000 - 1300 \text{ cm}^{-1}$ dan wilayah "fingerprint" $1300 - 600 \text{ cm}^{-1}$. Dalam wilayah frekuensi gugus pita absorpsi terpenting disebabkan oleh unit vibrasi dari dua atom dalam molekul, jadi hanya oleh gugus fungsi.

Dalam wilayah $4000 - 2500 \text{ cm}^{-1}$ absorpsi disebabkan oleh vibrasi "stretching" hidrogen dengan unsur yang masanya 19 atau kurang, misalnya $-\text{OH}$, $-\text{NH}_2$, $=\text{CH}$, $=\text{CH}_2$, $-\text{CH}_3$ dan sebagainya. Bila terikat pada unsur yang lebih berat, frekuensinya akan overlap wilayah ikatan triple.

Wilayah frekuensi $2500 - 1540 \text{ cm}^{-1}$ dinamakan daerah tak jenuh. Ikatan tripel muncul pada daerah $2500 - 2000 \text{ cm}^{-1}$ misalnya $\text{C}\equiv\text{C}$, $\text{C}\equiv\text{N}$ dan sebagainya dalam daerah $2000 - 1540 \text{ cm}^{-1}$ terdapat ikatan rangkap dua seperti $\text{C}=\text{O}$, $\text{C}=\text{C}$ dan sebagainya.

Lingkar aromatik terdapat pada wilayah $1650-1540 \text{ cm}^{-1}$. Dalam wilayah "fingerprint" $1300 - 600 \text{ cm}^{-1}$ terdapat frekuensi ikatan tunggal dan vibrasi bonding dari sistim poliatomik.

Faktor-faktor yang mempengaruhi letaknya pita absorpsi adalah adanya mesomeri, bila terjadi

perubahan sifat ikatan, adanya ikatan hidrogen dan macam pelarut yang dipakai.

Bahan yang diselidiki dapat berupa bahan padat cairan atau gas. Untuk bahan padat dilakukan dengan cara :

- a. sebagai leburan
- b. dengan pembentukan pellet dari alkali halida
- c. dengan melarutkan bahan yang akan diselidiki ke dalam pelarut yang cocok.

6.3. Tinjauan pustaka tentang titik lebur

Sifat-sifat fisis suatu zat dapat dipergunakan untuk analisa kualitatif. Salah satu diantaranya ialah titik lebur.

6.4. Tinjauan umum Spektrometri massa. (Cliffort, 1976)

Pada spektrometri massa molekul dibombardir dengan elektron berenergi tertentu (6 - 14 eV), menghasilkan partikel bermuatan yang disebut radikal positif. Molekul yang kehilangan satu elektron membentuk ion molekul atau ion induk, yang mengalami pemecahan lebih lanjut menghasilkan ion pecahan dan molekul netral yang lebih kecil.

Ion-ion tersebut dipisahkan berdasarkan harga perbandingan massa/muatan (m/e), yang jumlahnya (relatif) karakteristik untuk setiap komponen atau isomernya.

Sensitifitas spektrometri massa sebagai metode analisis disebabkan oleh kemampuan alat yang dapat berfungsi sebagai "mass filter" untuk mengatasi interferensi. Selain itu juga disebabkan oleh sistim detektor yang memiliki "multiplier electron", sehingga dapat mendeteksi sampel dalam nanogram. Profil pemecahan (fragmentasi) yang karakteristik dapat memberikan informasi tentang struktur dan berat molekul senyawa yang dianalisis.

6.4.1. Spektrum massa

Kation atau radikal kation hasil pemecahan dipisahkan menurut massa dan muatannya. Harga m/e sebagai absis digambarkan terhadap intensitas relatif. Puncak dengan bilangan massa terbesar disebabkan ion molekul, biasanya merupakan berat molekul senyawa.

Kuantitas relatif fraksi ion proporsional dengan kuantitas puncak. Puncak tertinggi ditetapkan sebagai puncak dasar (base peak) dengan intensitas relatif 100 %. Sedang intensitas yang lain dinyatakan dalam persen dan diperhitungkan terhadap puncak dasar.

6.5. Tinjauan umum Spektrometri resonansi magnet inti.

Spektrometri resonansi magnet inti (NMR) pada dasarnya merupakan bentuk lain spektrometri absorpsi seperti halnya spektrometri lembayung ultra dan merah infra. Pada kondisi yang tepat sampel dapat mengabsorpsi radiasi elektromagnetik dalam daerah radio-frekuensi pada frekuensi-frekuensi yang diatur oleh karakteristik sampel. Absorpsi sebagai sebuah fungsi inti tertentu dalam suatu molekul.

Spektra NMR disusun oleh perpaduan frekuensi-frekuensi puncak absorpsi versus puncak intensitas.

$^1\text{H-NMR}$ (pmr). (Peesok, et al., 1976)

Proton NMR spektra pada umumnya didapatkan pada frekuensi 60, 80, 90 atau 100 MHz dengan medan magnet berturut-turut 14,092, 18,667, 21,000 atau 23,500 gauss. Terdapat juga Proton NMR dengan frekuensi lebih tinggi (hingga 500 MHz) yang alat ini berhubungan dengan 'superconducting, helium-cooled magnets'.

Sebagai senyawa standar biasanya digunakan senyawa TMS (Tetrametil silan) karena memberikan garis resonansi tunggal dan tajam, pada $\delta = 0$.

Interpretasi Spektra pmr .

Spektrum yang terbentuk memberikan tiga macam informasi :

1. Pergeseran kimia, mengidentifikasi tipe proton didasarkan atas lingkungan elektroniknya.
2. Pola "Spin-spin splitting", membantu mengidentifikasi proton-proton tetangga.
3. Intensitas ("peak areas"), proporsional dengan jumlah proton penyebab garis resonansi.

^{13}C -NMR (Carbon-13 nmr). (Levy, 1972)

Dalam studi sistem organik, karbon nmr mempunyai potensi lebih dibanding dengan pmr. Karbon nmr mampu mengidentifikasi resonansi individual untuk setiap karbon dalam sebuah molekul yang mempunyai berat molekul 300-500. Untuk senyawa kompleks tersebut proton nmr hanya mampu menunjukkan identitas "finger print". Keuntungan dari karbon nmr adalah dikaitkannya dengan karbon nmr dalam pengamatan langsung tulang punggung (kerangka) molekul, karbon dalam gugus fungsi yang tak berikatan dengan proton (misal : karbonil, nitril).

Observasi kerangka karbon secara langsung dengan mengamati atom-atom karbon dalam gugus fungsi yang mengandung karbon. Digunakan inti ^{13}C dalam analisa karena inti ^{12}C tidak aktif-magnetis (bilangan spin I adalah nol). Spektrometri Karbon-13 menjadi handal sejak ditemukannya instrumentasi Fourier transform yang untuk mendapatkan spektra cukup dengan sedikit sampel dan waktu singkat dibanding cara sebelumnya.

BAB III

BAHAN, ALAT DAN METODE

1. Bahan

1.1. Kulit buah Manggis

Buah Manggis (Garcinia mangostana L.) yang masak dikupas kulitnya. Buah Manggis diperoleh dari desa Talun-Blitar.

1.2. Bahan kimia

Semua bahan kimia yang digunakan adalah produksi E. Merck Darmstadt. Bahan kimia tersebut meliputi pelarut, fase diam kromatografi kolom dan penampak bercak hasil kromatografi lapisan tipis.

2. Alat

Infra red spectrophotometer Perkin Elmer tipe 735 B digunakan untuk analisa gugus fungsi. Mass spectrophotometer Jeol D - 100 digunakan untuk mengetahui berat molekul zat. Ultra violet spectrophotometer Shimadzu UV 260 untuk mengetahui panjang gelombang maksimum larutan zat. Nuclear magnetic Resonance Aspect 3000 dilengkapi dengan Bruker data system digunakan untuk analisa proton dan karbon yang terdapat dalam suatu senyawa.

Elektrothermal melting point digunakan untuk menentukan titik leleh zat.

Lempeng jadi Kieselgel 60 F 254, E. Merck digunakan untuk identifikasi secara kromatografi lapisan tipis.

3. Metode

3.1. Penyiapan bahan

Kulit buah Manggis dipotong-potong kemudian dikeringkan di bawah sinar matahari selama beberapa hari seterusnya ditumbuk hingga diperoleh serbuk dan diayak dengan pengayak tepung.

3.2. Penyarian

Serbuk kulit buah Manggis disari secara berturut-turut dengan pelarut-pelarut petroleum eter, kloroform.

250 gram serbuk dimasukkan ke dalam alat Soxhlet kemudian dituang sebanyak 800 ml petroleum eter. Penyarian dilakukan hingga larutan yang bersirkulasi nampak jernih dan tidak berwarna. Sekalipun larutan sudah nampak jernih dan tidak berwarna sirkulasi diteruskan hingga empat kali, kemudian penyarian dihentikan. Setelah filtrat baik yang dalam labu maupun yang tersisa bersama serbuk (ampas) ditampung, serbuk (ampas) dibiarkan kering selama tiga hari. Dengan cara yang sama untuk seterusnya dilakukan penyarian dengan pelarut klo-

reform.

Masing-masing filtrat diuapkan sekering mungkin dengan cara pengurangan tekanan. Selanjutnya diperoleh ekstrak P dan ekstrak K. (gambar 1)

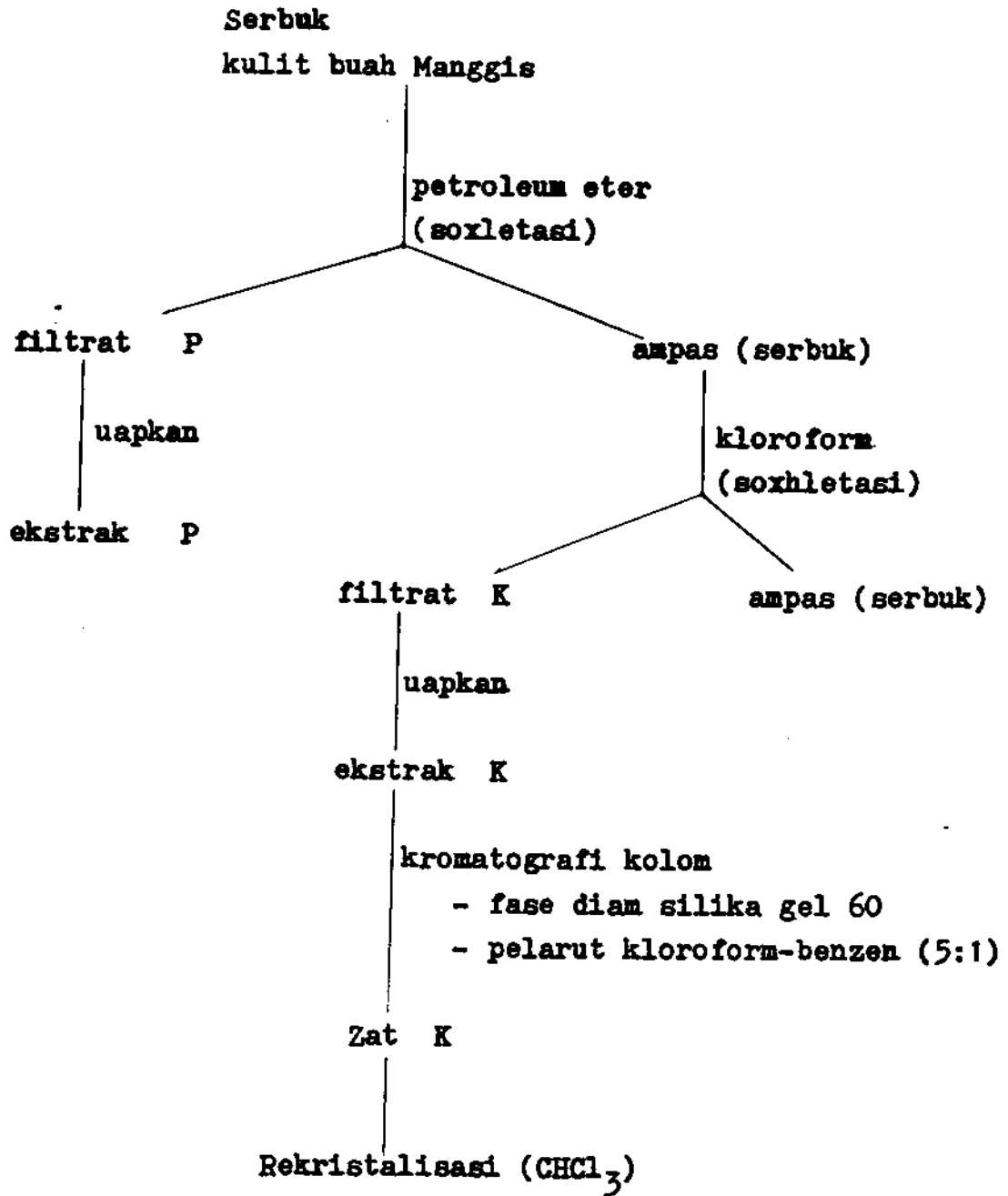
3.3. Kromatografi lapisan tipis

Kromatografi lapisan tipis menggunakan lempeng jadi Kieselgel 60 F 254 dengan penampak bercak uap Iodium. Kombinasi pelarut yang digunakan meliputi benzen-eter (3 : 1), kloroform-benzena (5 : 1) dan kloroform-metanol (97 : 3). Kromatografi lapisan tipis dilakukan naik sebelum maupun sesudah pemisahan secara kromatografi kolom.

Penggunaan sebelum proses pemisahan dimaksudkan untuk mendapatkan pelarut yang sesuai pada pemisahan, penggunaan sesudah proses pemisahan untuk identifikasi hasil pemisahan dan ada tidaknya campuran.

3.4. Pemisahan secara kromatografi kolom

Berdasar hasil kromatografi lapisan tipis maka pelarut yang digunakan adalah kloroform-benzena (5 : 1) dan fase diamnya kieselgel 60 (70 - 230 mesh ASTM) khusus untuk kromatografi kolom. Fase diam dimasukkan ke dalam kolom gelas dengan cara disuspensikan dalam pelarut (fase bergerak) kemudian dituang ke dalam kolom dan selama penu-



Gambar 1. Skema isolasi zat K.

angan aliran pelarut dalam keadaan terbuka. Setelah semua fase diam di dalam kolom, maka kolom fase diam tersebut dibiarkan selama sekitar 24 jam. Selanjutnya zat yang akan dipisahkan seberat tertentu yaitu kurang lebih 2% berat fase diam, dilarutkan dalam pelarut yang akan digunakan secukupnya kemudian dituang ke dalam kolom fase diam. Dengan kecepatan penetesannya tertentu eluat ditampung dalam tabung reaksi dalam setiap penampungan sekitar 8 ml sampai 10 ml. Eluat hasil kolom diamati dengan cara kromatografi lapisan tipis selanjutnya untuk hasil yang sama dicampur menjadi satu selanjutnya diuapkan dengan rotavapor. Hasil penguapan tersebut diamati lagi dengan cara kromatografi lapisan tipis yang untuk selanjutnya apabila diperlukan dapat dikromatografi kolom lagi.

3.5. Rekristalisasi isolat

Isolat hasil pemisahan kolom kromatografi dilarutkan dalam kloroform p.a. Kemudian disaring dan diuapkan hingga diperoleh kristal isolat.

3.6. Identifikasi hasil isolat

3.6.1. Reaksi warna

Ambil isolat secukupnya, kemudian tetesi dengan pereaksi FeCl_3 , H_2SO_4 pekat pada pa-

da papan tetes. Diamati perubahan warna yang terjadi.

3.6.2. Titik lebur

Sejumlah kecil isolat dimasukkan dalam pipa kapiler yang kemudian diletakkan dalam alat pengukur titik leleh. Dengan cara menaikkan suhu secara elektrik diamati pula suhu hingga isolat dalam kapiler mulai meleleh sampai meleleh keseluruhannya.

3.6.3. Kromatografi lapisan tipis

Larutan isolat dalam kloroform p.a. ditoltolkan pada lapisan tipis silika gel G.F. 254 dan dieluasi pada dua macam pelarut yaitu benzen-eter (3 : 1) dan kloroform-eter (5 : 1).

Hasil eluasi diamati bercaknya dengan menggunakan uap Iodium dan pereaksi Anisaldehyd - Asam Sulfat.

3.7. Karakterisasi hasil isolasi

3.7.1. Spektrometri lembayung ultra.

Larutan isolat dalam etanol 95 diukur serapannya pada daerah panjang gelombang antara 200 - 500 nm. Spektra yang terjadi direkam.

3.7.2. Spektrometri merah infra.

Isolat dibentuk pelet dengan bahan pembawa KBr kemudian dengan bantuan spektrometer merah infra dicatat spektra yang terbentuk.

3.7.3. Spektrometri resonansi magnet inti.

Larutan isolat dalam CDCl_3 diukur dan dicatat spektranya baik spektra resonansi magnet proton ($^1\text{H-NMR}$) pada 300 MHz maupun karbon-13 ($^{13}\text{C-NMR}$) pada 125 MHz.

3.7.4. Spektrometri massa.

Dengan mengukur dan mengamati spektra yang terbentuk dapat diperkirakan berat molekul isolat, sehingga hasil analisa unsur C, H, N dapat dihitung untuk memperkirakan jumlah unsur yang terkandung dalam isolat.

3.8. Analisa data

- Hasil kromatografi lapisan tipis dan titik lebur dipergunakan untuk memperkirakan kemurnian isolat.
- Data spektra merah infra dan lembayung ultra serta reaksi warna digunakan untuk memperkirakan golongan senyawa isolat.
- Data analisa unsur, spektra massa dan spektra resonansi magnet inti digunakan dalam analisa struktur molekul isolat.

- Oleh karena tidak adanya zat pembanding, maka dalam penelitian ini digunakan data senyawa tertentu yang mirip dengan isolat, yang data tersebut diambil dari pustaka (Yates, 1958; Jefferson, 1970; Govindachari, 1971).

BAB IV

HASIL PENELITIAN

1. Bahan Penelitian

Dari determinasi tanaman didapatkan hasil sebagai berikut :

- tanaman dalam bentuk pohon
- daun bagian atas hijau gelap bercahaya, bagian bawah hijau pucat suram atau kedua permukaannya hijau kuning, dengan panjang 12 - 23 cm lebar 4,5 - 10 cm
- bunganya 1 - 3 pada puncak tangkai; pedicel 1,75 - 2 cm; sepalnya 5 dimana bagian terluar warnanya kuning hijau dengan panjang \pm 2 cm, satu di dalam lebih kecil, tepinya berwarna merah; petalnya 5, lebar, tebal dan berdaging, warnanya hijau kuning dengan tepi merah atau seluruhnya hampir merah dengan panjang \pm 2,5 cm; staminodes lebih pendek dari ovarium; ovariumnya bulat panjang hampir seperti bola terdiri 4 - 8 sel (celled); stigmanya tak bertangkai dengan jumlah 4 - 8.
- buah seperti bola berwarna merah ungu, tanpa tangkai dan kulit buahnya seperti kayu
- bijinya 1 - 3 dan rasa arilusnya manis
- petiol 1,5 - 2 cm

Hasil tersebut menunjukkan sifat-sifat yang sama dengan tanaman Manggis (Garcinia mangostana L.).

2. Penyarian

Hasil penyarian dengan pelarut petroleum eter (filtrat P) dan kloroform (filtrat K) diperoleh larutan yang berwarna coklat.

Setelah dilakukan penguapan dengan cara penguapan tekanan didapatkan ekstrak P (dari filtrat P) dalam bentuk padat berlemak berwarna coklat dan ekstrak K (dari filtrat K) berbentuk serbuk berwarna kuning kecoklatan.

Berdasar berat serbuk kulit buah manggis yang disari, berat ekstrak P yang diperoleh sekitar 0,9% dan ekstrak K yang diperoleh sekitar 8%.

3. Kromatografi lapisan tipis

Hasil kromatografi lapisan tipis ekstrak P dan ekstrak K menggunakan :

lapisan tipis : Silica Gel GF 254

pelarut : benzen - eter (3 : 1)

 kloroform - benzen (5 : 1)

penampak bercak : - uap Iodium

 - Anisaldehyd-Asam sulfat

(lihat pada tabel 1 dan tabel 2)

4. Kromatografi kolom

Berdasarkan hasil kromatografi lapisan tipis maka dilakukan pemisahan secara kromatografi kolom dengan fase diam kiesel gel 60 (70 - 230 Mesh ASTM) dengan pelarut benzen-eter (3 : 1) dan kloroform-benzen (5 : 1).

Hasil kolom kromatografi ekstrak K menggunakan pelarut benzen-eter (3 : 1) tidak diperoleh fraksi dengan satu bercak (pada KLT), sekalipun dilakukan re-kromatografi kolom terhadap isolat yang diperoleh. Hasil kolom kromatografi ekstrak K (0,780 gram) dengan 35 gram fase diam dan pelarut kloroform-benzen (5 : 1) pada penampungan ke 108 s.d. 136, diperoleh fraksi dengan satu bercak (pada KLT). Fraksi yang diperoleh tersebut kemudian diuapkan dan didapatkan serbuk halus berwarna kuning (disebut zat K).

Setelah dilakukan rekristalisasi dengan kloroform p.a. zat K yang diperoleh seberat 135 mg. Untuk mengetahui posisi bercak zat K pada ekstrak K dilakukan KLT dengan hasil seperti terlihat pada tabel 3.

5. Identifikasi dan karakterisasi zat K

5.1. Reaksi warna :

Serbuk zat K ditetesi asam sulfat pekat berwarna merah jingga sedangkan larutan berwarna kuning.

Larutan zat K dalam kloroform ditetesi FeCl_3 10% pada papan tetes. Sesaat setelah kloroform menguap pada dinding tertinggal warna hijau.

5.2. Titik leleh.

Titik leleh zat K	I.	$181^{\circ} \text{ C} - 182^{\circ} \text{ C}$
	II.	$181,3^{\circ} \text{ C} - 182,5^{\circ} \text{ C}$
	III.	$181^{\circ} \text{ C} - 182^{\circ} \text{ C}$
Rata-rata	:	$181,1^{\circ} \text{ C} - 182,2^{\circ} \text{ C}$

5.3. Spektra sinar lembayung ultra.

Panjang gelombang maksimum larutan K dalam etanol 95% pada : 203,2 nm; 243,8 nm; 258,6 nm; 317,6 nm lihat gambar 2.

5.4. Spektra infra merah.

Puncak-puncak yang diperoleh dari zat K (1,5 mg) dalam KBr (250 mg) adalah :

3400[@]; 3250 ; 2980 ; 2960 ; 2930 ; 2850 ; 1640 ;
1616 ; 1590 ; 1460 ; 1390 ; 1290 ; 1245 ; 1245 ;
1230 ; 1210 ; 1196 ; 1085 ; 1060 (lihat gambar 3)
@) cm^{-1}

5.5. Spektra resonansi magnet proton (1H-NMR).

Spektra 1H-NMR zat K dalam pelarut COCl_2 seperti terlihat dalam gambar 4, 5, 6, puncak-puncak yang diperoleh pada δ 8 ; 13,8 (s), 6,83 (s), 6,34 (s) , 6,29 (s), 6,2 (s), 5,30 (m), 4,1 (d), 3,76 (s), 3,45 (d), 1,68 - 1,85 (d,d,d,s). (tabel 4).

Spektra zat K setelah dilakukan D_2O - exchange seperti terlihat pada gambar 7, memberikan puncak-puncak seperti halnya di atas kecuali 6,3 (s) dan

muncul puncak pada daerah 4,8 (s).

5.6. Spektra resonansi magnet Karbon-13 ($^{13}\text{C-NMR}$).

Spektra $^{13}\text{C-NMR}$ zat K seperti terlihat dalam gambar 8 dan 9, memberikan puncak-puncak pada :
182,08 ; 161,63 ; 160,76 ; 155,88 ; 154,61 ;
142,77 ; 137,19 ; 135,54 ; 131,99 ; 123,28 ;
121,56 ; 112,38 ; 108,63 ; 103,78 ; 101,62 ;
93,34 ; 77,43 ; 77,00 ; 76,58 ; 62,01 ;
29,57 ; 26,61 ; 25,72 ; 21,51 ; 18,16 ;
17,86.

5.7. Analisa unsur.

Dalam analisa unsur karbon (C), hidrogen (H) dan nitrogen (N) didapatkan 69,93% C dan 6,76% H.

5.8. Spektra massa.

Spektra massa zat K menunjukkan intensitas pada :
413 (22,5%), 412 (66,7%), 397 (12,7%),
369 (35,3%), 356 (41,2%), 341 (199%),
lihat tabel 5 dan gambar 10.

TABEL 1

HASIL KLT EKSTRAK KULIT BUAH MANGGIS
DALAM PETROLEUM ETHER (EKSTRAK P)
DAN DALAM KLOOROFORM (EKSTRAK K)

Penampak bercak : Anisaldehyd-Asam sulfat

Pelarut	Ekstrak			
	Ekstrak P		Ekstrak K	
	Rf	Warna	Rf	Warna
Benzen-eter (3 : 1)	6,5	ungu		
	6,1	ungu	6,1	ungu
			5,5	kuning
			4,4	ungu
			3,3	ungu
		1,4	kuning	
Kloroform- benzen (5 : 1)	6,2	ungu	5,5	ungu
	5,5	ungu	4	kuning
			3	ungu
			2,5	ungu
			1,8	kuning

TABEL 2

HASIL KLT EKSTRAK KULIT BUAH MANGGIS
DALAM PETROLEUM ETER (EKSTRAK P)
DAN DALAM KLOOROFORM (EKSTRAK K)

Penampak bercak : uap Iodium

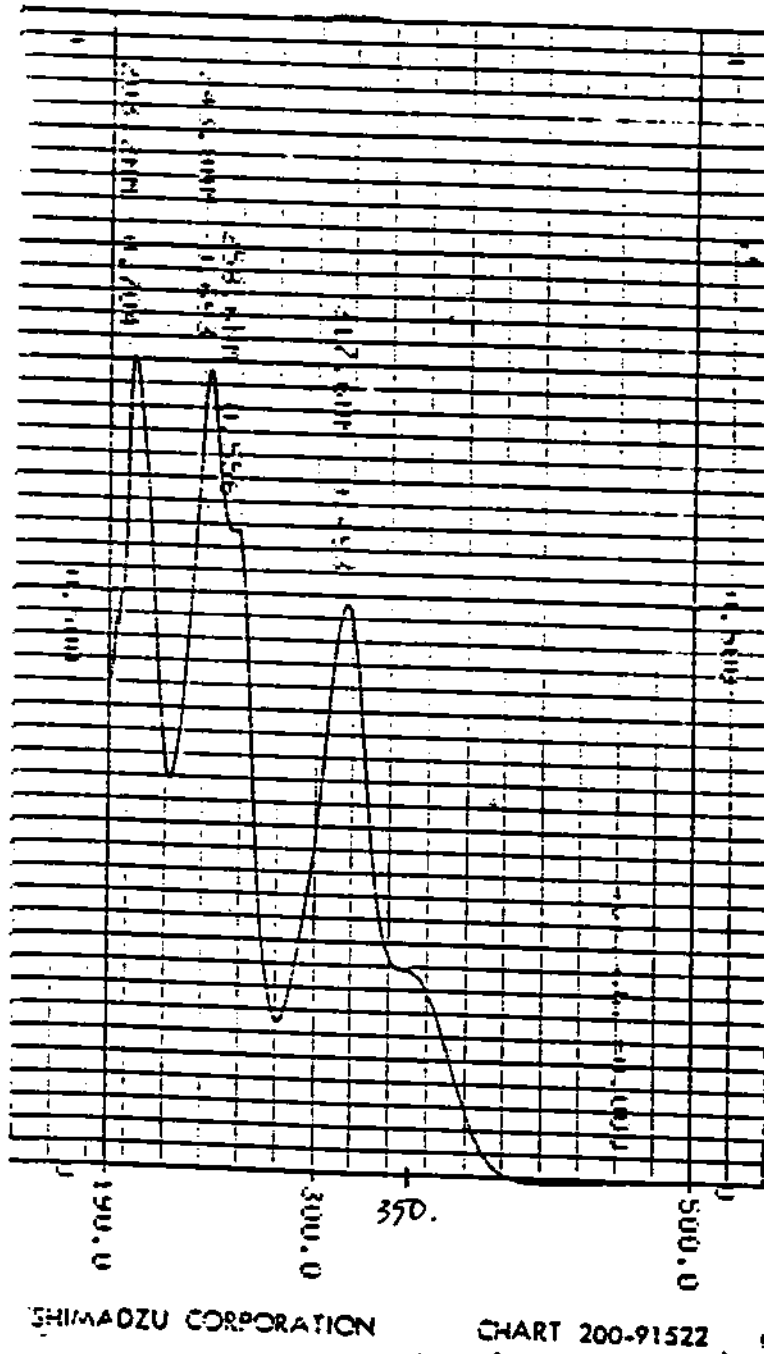
Pelarut	Ekstrak			
	Ekstrak P		Ekstrak K	
	Rf	Warna	Rf	Warna
Benzen-eter (3 : 1)	6,7	kuning coklat	6,2	kuning coklat
	6,2	kuning coklat	5,4	kuning coklat
			4,4	kuning coklat
			3,3	kuning coklat
			1,6	kuning coklat
Kloroform- benzen (5 : 1)	6,1	kuning coklat	5,2	kuning coklat
	5,2	kuning coklat	4,5	kuning coklat
			3,2	kuning coklat
			2,8	kuning coklat
			2	kuning coklat

TABEL 3

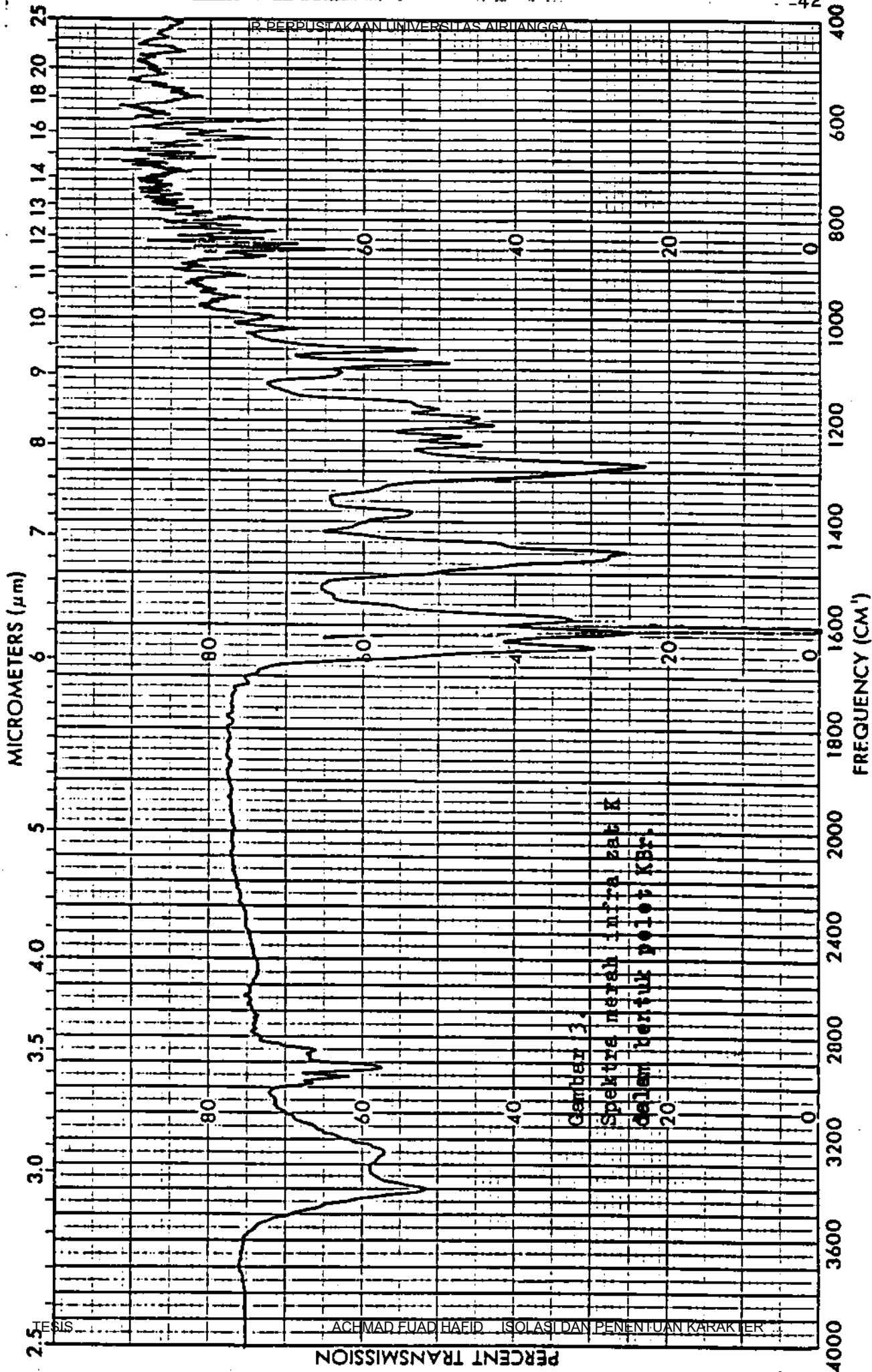
HASIL KLT EKSTRAK K DAN ZAT K
(HASIL ISOLASI DARI EKSTRAK K)

Penampak bercak : uap Iodium

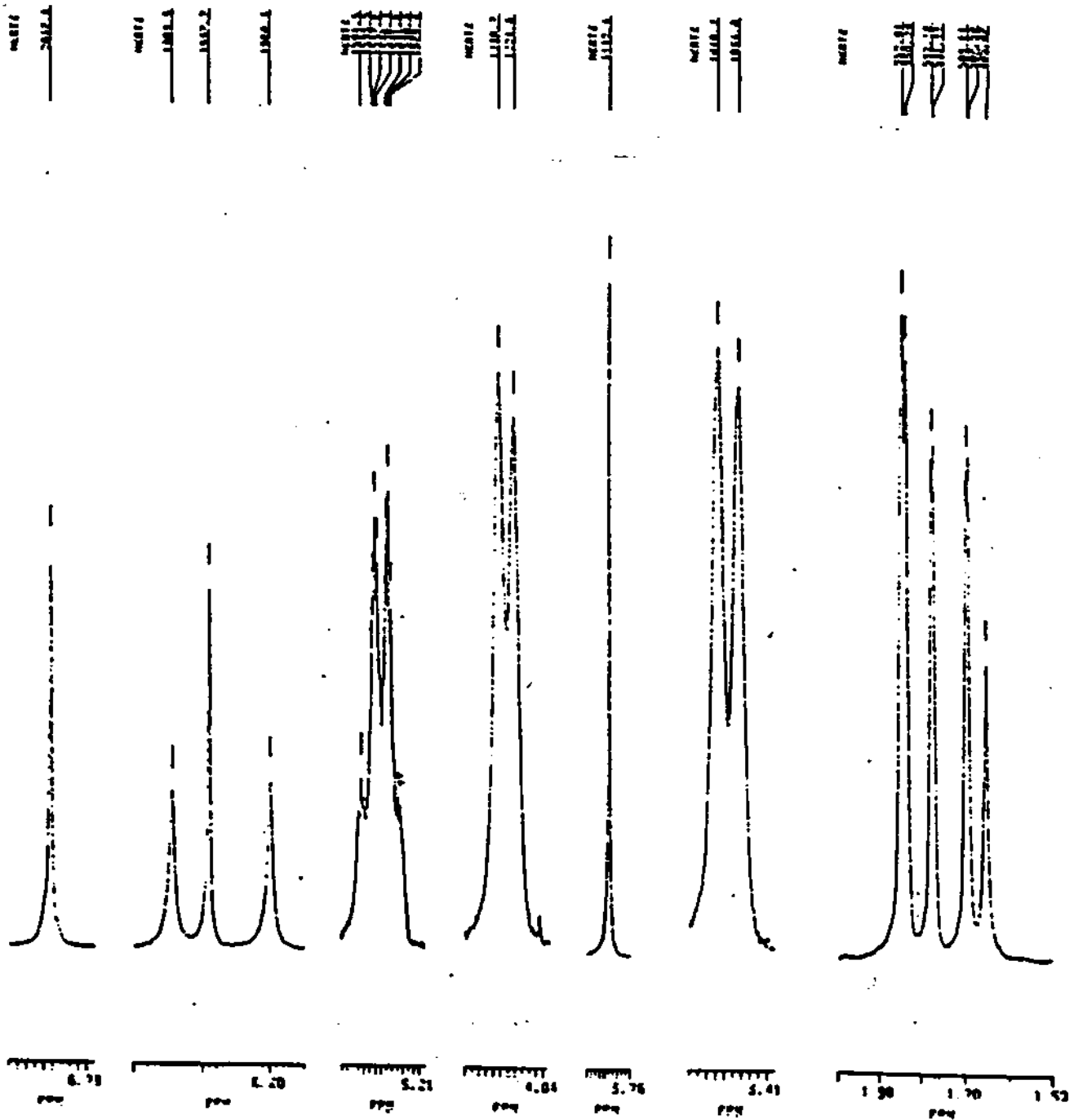
Pelarut	Ekstrak K		Zat K	
	Rf	Warna	Rf	Warna
Benzen-eter (3 : 1)	6,1	kuning coklat		
	5,5	kuning coklat		
	4,4	kuning coklat		
	3,3	kuning coklat		
	1,4	kuning coklat	1,4	kuning coklat
Kloroform- benzen (5 : 1)	5,2	kuning coklat		
	4,5	kuning coklat		
	3,2	kuning coklat		
	2,8	kuning coklat		
	2	kuning coklat	2	kuning coklat



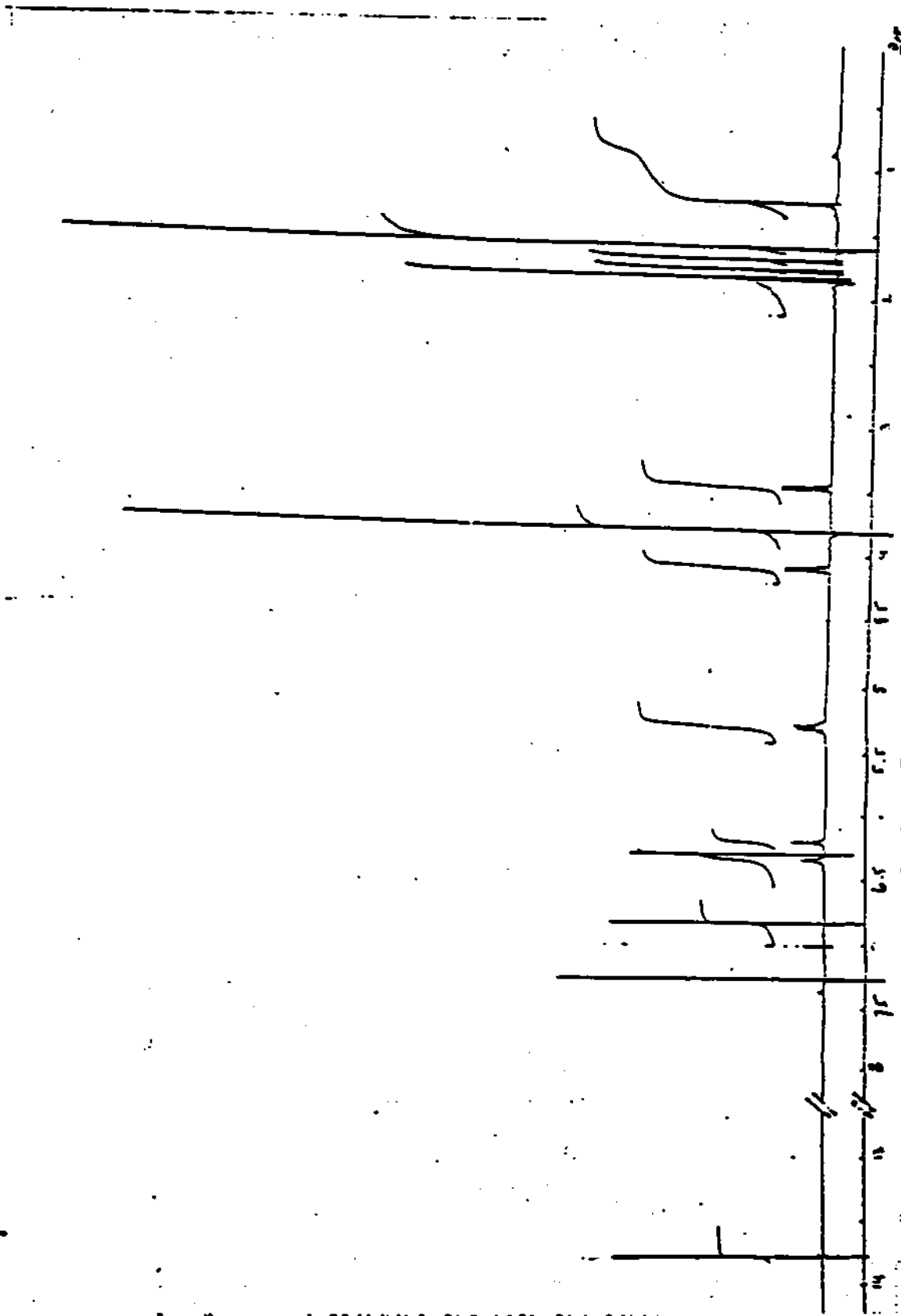
Gambar 2 . Spektre Lembayung Ultra
zat K/EtOH.



Gambar 3.
 Spektre merah infra zat K
 dalam bentuk polimer KBr.



Gambar 4. Spektra p-NMR zat K yang diperkuat pada daerah-daerah tertentu.



Gambar 5. Spektra p-NMR zat K.
(larutan dalam $CDCl_3$)

TABEL 4
SPEKTRA p-NMR ZAT K (PELARUT CHCl₃)

No.	Frekuensi	PPM	Integral	Intensitas
1.	4134.057	13.7772	1.607	116.343
2.	2208.575	7.3603	.058	4.723
3.	2178.307	7.2594	2.100	157.276
4.	2049.070	6.8287	1.769	119.357
5.	1902.417	6.3400	.994	13.712
6.	1888.767	6.2945	1.749	111.946
7.	1859.869	6.1982	.976	19.237
8.	1595.335	5.3166	.076	3.768
9.	1594.070	5.3124	.151	5.364
10.	1589.782	5.2981	.230	14.433
11.	1586.799	5.2882	.776	16.827
12.	1580.836	5.2688	.251	13.623
13.	1579.560	5.2640	.416	18.852
14.	1578.281	5.2598	.218	12.512
15.	1573.175	5.2428	.223	5.348
16.	1231.126	4.1029	1.272	25.783
17.	1224.728	4.0815	1.242	25.197
18.	1142.027	3.8059	5.664	390.331
19.	1040.320	3.4670	1.273	28.753
20.	1033.105	3.4429	1.262	28.182
21.	553.022	1.8430	3.982	117.146
22.	549.366	1.8308	3.957	114.981
23.	531.717	1.7720	4.112	99.139
24.	508.157	1.6935	2.162	95.876
25.	507.398	1.6910	1.694	92.447
26.	480.183	1.6003	8.195	417.312
27.	383.406	1.2777	.084	4.722
28.	375.302	1.2507	1.578	63.791
29.	263.139	.8769	.117	4.773

IR-PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS AIR RANGGA

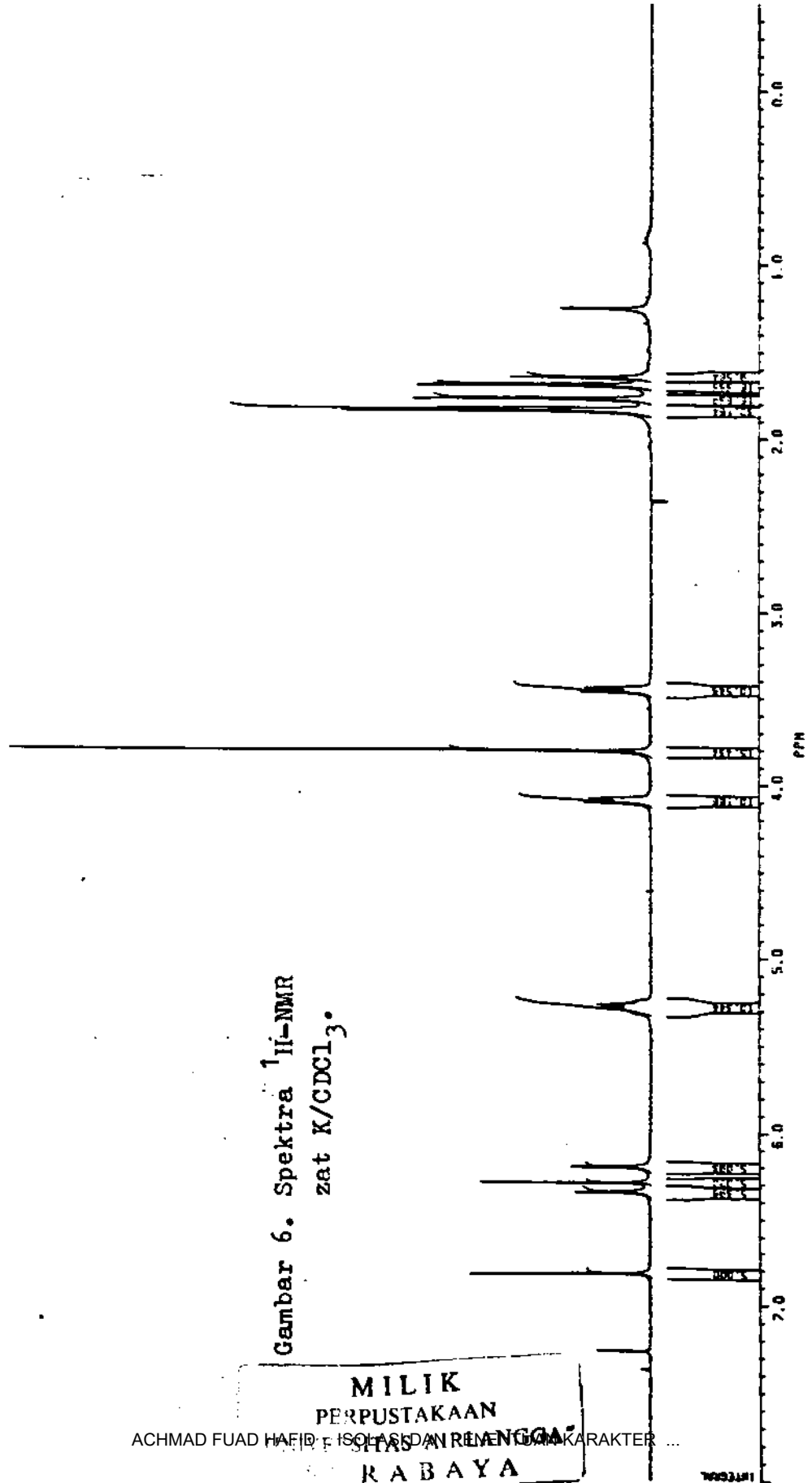
DATE 0-7-86

SF 300.150
 SY 117.370
 OI 449.270
 SI 1838.4
 TO 1538.4
 SV 2580.673
 HZ/PT .518

PW 2.0
 RD 3.566
 RO 3.182
 RG 6
 NS 52
 TE 297

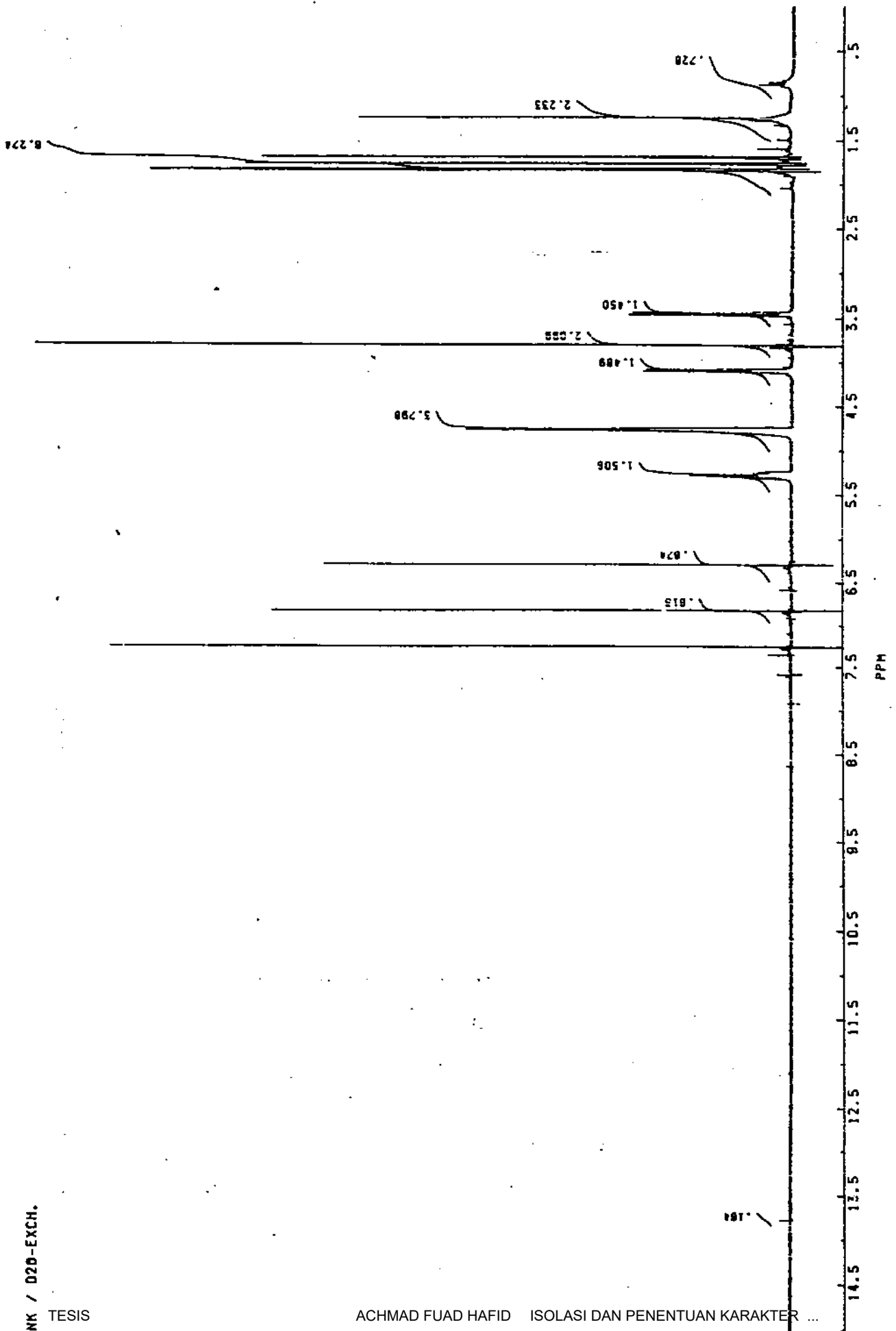
DE 241.5
 FW 3500.000
 OZ 5000.000
 DP 12L P0

LB 0.100
 CB 0.000
 CX 54.000
 CY 0.000
 FI 2401.290
 FZ -149.060
 PPM/CM 175.034
 .250

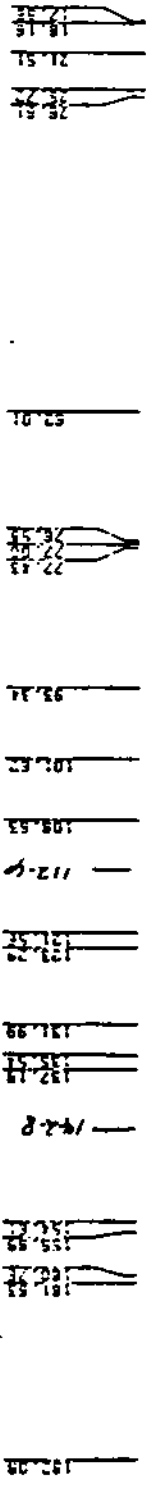


Gambar 6. Spektra ¹H-NMR zat K/CDCl₃.

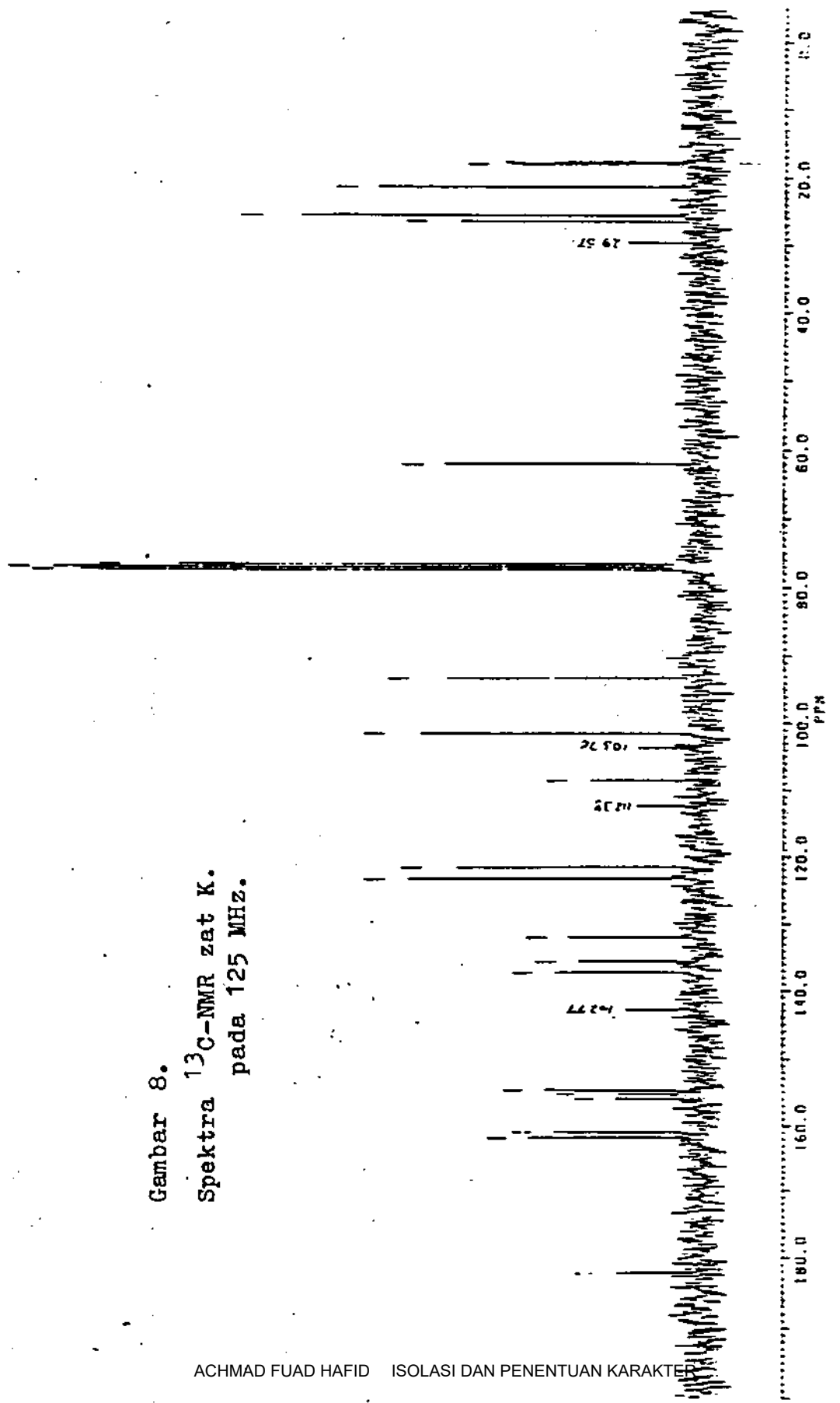
MILIK PERPUSTAKAAN RABAYA

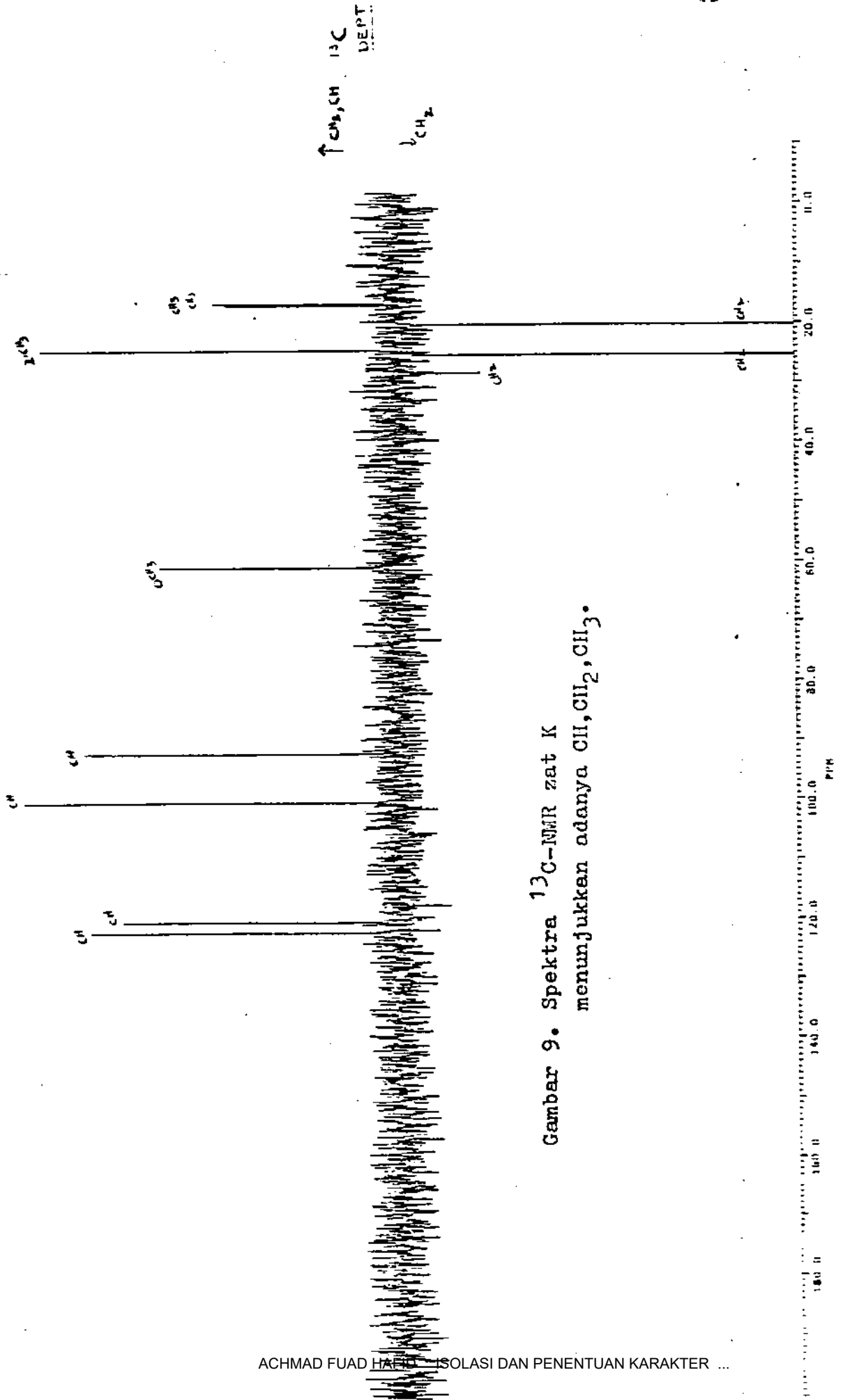


Gambar 7. Spektra p-NMR setelah dilakukan D₂O - Exchange.

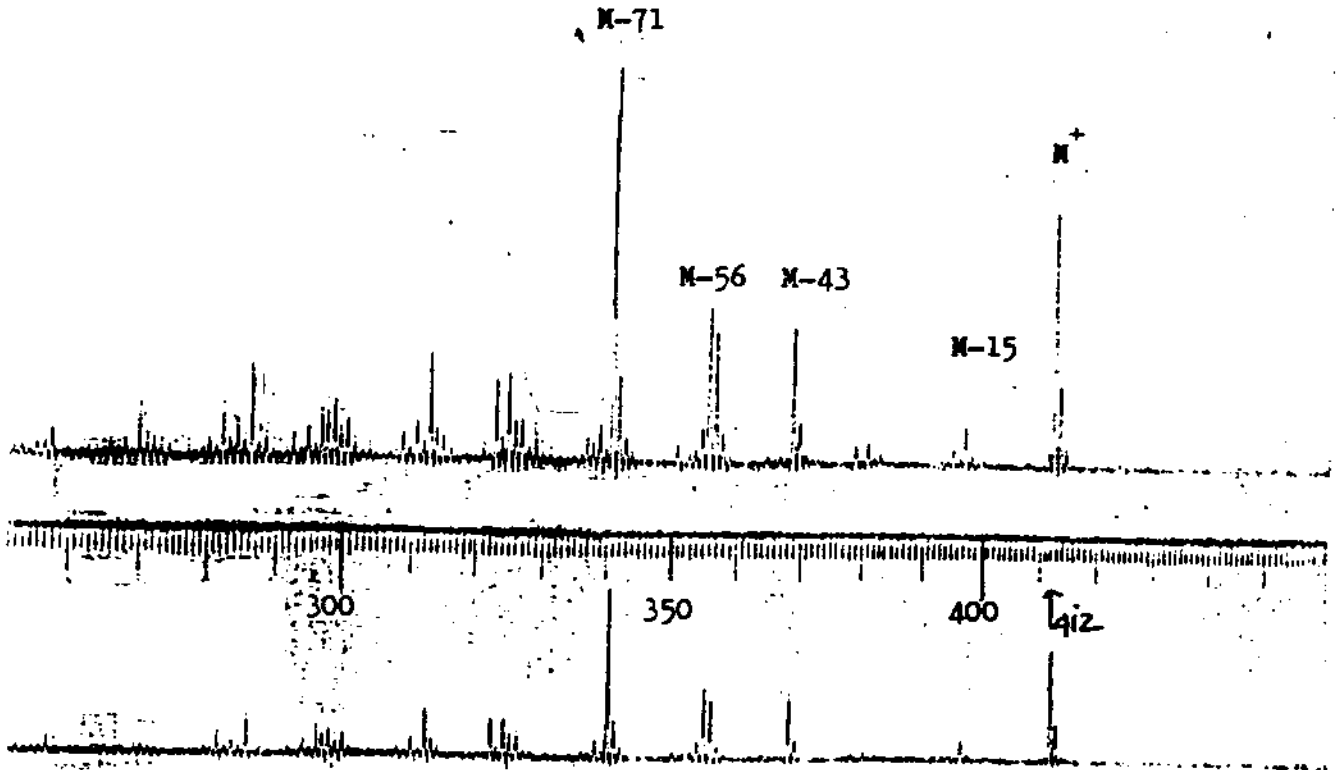


Gambar 8.
Spektra ¹³C-NMR zat K.
pada 125 MHz.





Gambar 9. Spektra ^{13}C -NMR zat K menunjukkan adanya CH, CH₂, CH₃.



Gambar 10 . Spektra Massa zat K

TABEL 5
SPEKTRA MASSA ZAT K

B.M.	% fase	m/e
282	9.8	M - 130
286	19.6	M - 126
299	13.7	M - 113
313	27.5	M - 99
323	21.6	M - 89
325	22.1	M - 87
341	100.	M - 71
342	22.1	M - 70
356	41.2	M - 56
357	35.3	M - 55
369	35.3	M - 43
397	12.7	M - 15
412	66.7	M ⁺
413	22.5	M + 1

BAB V

PEMBAHASAN

Telah dilakukan penelitian tentang identifikasi dan penentuan karakter senyawa xanthon dari kulit buah Manggis. Hasil determinasi tanaman menunjukkan bahwa tanaman yang digunakan sebagai bahan penelitian adalah Manggis (Garcinia mangostana Linn.).

• Warna ekstrak P yang coklat dan ekstrak K yang kuning serta warna bercak kuning coklat dengan pereaksi uap Iodium menimbulkan dugaan bahwa dalam kedua macam ekstrak tersebut terkandung senyawa xanthon. Setelah memperhatikan bahwa larutan kedua ekstrak tersebut dalam asam sulfat berwarna kuning dan warna larutan baik dalam pelarut petroleum eter maupun kloroform juga berwarna kuning, maka hal tersebut memperkuat dugaan bahwa dalam ekstrak P dan ekstrak K terdapat senyawa xanthon.

Ekstrak P yang telah diuapkan hingga pelarutnya habis tidak dapat terbentuk serbuk kering seperti halnya hasil penguapan ekstrak K. Hal tersebut dapat disebabkan oleh adanya lemak yang tersari oleh pelarut petroleum eter. Dengan memperhatikan hal-hal tersebut di atas maka upaya pemisahan senyawa xanthon dilakukan terhadap ekstrak K. Setelah diusahakan pemisahan dengan kromato-

grafi kolom dengan fase diam silika gel 60 dan pelarut benzen - kloroform (1 : 5) diperoleh fraksi yang berdasarkan data kromatografi lapisan tipis menggunakan fase diam silika gel GF 254 dan pelarut benzen-eter (3 : 1) dan kloroform-benzen (5 : 1) memberikan satu bercak. Selanjutnya fraksi tadi diuapkan dan dihasilkan serbuk kristal berwarna kuning yang kemudian disebut sebagai zat K. Dari pengamatan titik lelehnya yang mempunyai jarak lebur yang kecil ($181,1 - 182,2^{\circ} \text{C}$) dan hasil kromatografi lapisan tipis larutan zat K dalam kloroform dengan pelarut seperti pada pengamatan fraksi di atas memberikan satu bercak maka diduga zat K tersebut murni terhadap kromatografi.

Berdasar data spektra massa diketahui bahwa berat molekul zat K adalah 412. Hasil analisa unsur karbon (C) dan hidrogen (H) zat K adalah 69,93% karbon dan 6,76% hidrogen. Untuk berat molekul zat K sebesar 412, maka di dalamnya terkandung karbon sebanyak 24 atom dan hidrogen sebanyak 28 atom setiap satu mol zat K. Karena dalam analisa unsur tidak ditemukan unsur N (nitrogen) dan S (belerang), seperti halnya senyawa xanthon pada umumnya maka zat K selain mengandung C dan H juga mengandung unsur oksigen (O) yang berdasar selisih berat atom diperhitungkan sebanyak 6 atom O. Dengan demikian maka rumus molekul zat K adalah $\text{C}_{24}\text{H}_{28}\text{O}_6$.

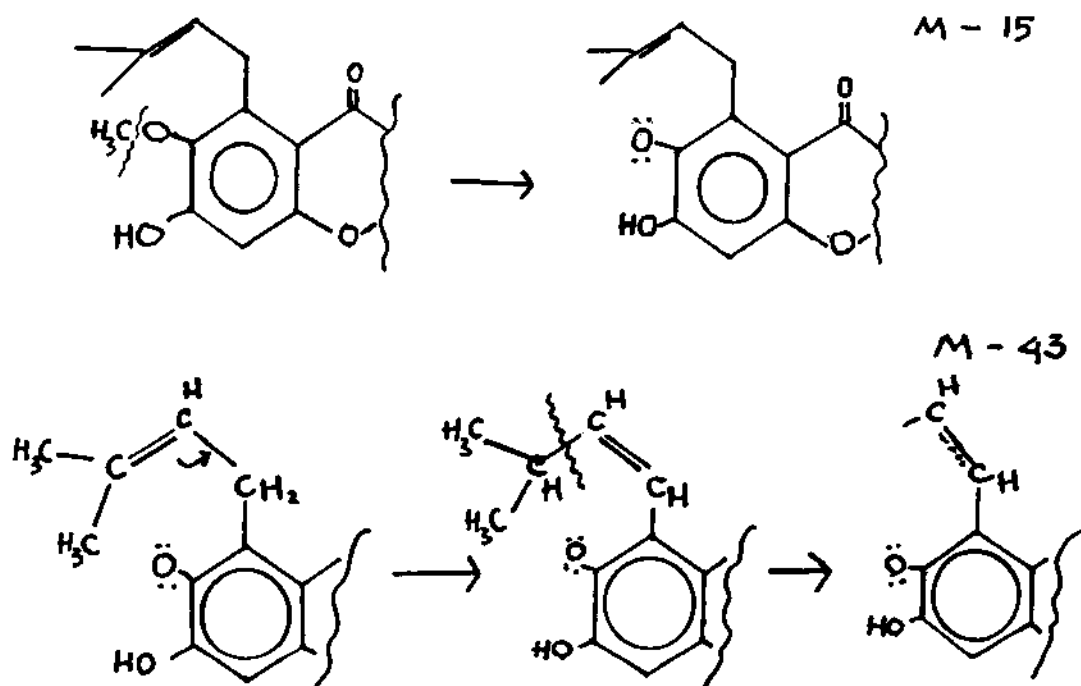
Dari beberapa senyawa xanthon yang selama ini dikenal, senyawa yang rumus molekulnya $\text{C}_{24}\text{H}_{26}\text{O}_6$ adalah ma-

ngostin dengan nama kimia 2,8-bis (3-metil-2-butenil)-7-metoksi-1,3,6-trihidroksi-9xanthon (Yates, 1958 ; Jefferson, 1970).

Identifikasi zat K memberikan data sifat fisis yang menyerupai sifat fisis mangostin seperti misalnya warna serbuk kuning, larut dalam kloroform, etanol, aseton dan titik lebur zat K 181,1-182,2^o C sedangkan mangostin 181,6-182,9^o C (Merck Index, 1976). Selanjutnya berasal dengan anggapan bahwa zat K mempunyai kemiripan struktur molekul dengan mangostin, maka analisa spektra zat K dibandingkan dengan data spektra mangostin dan atau senyawa xanthon yang lain.

Analisis profil spektra massa zat K yang hasilnya dibandingkan dengan data spektra massa senyawa xanthon tertentu dari (lihat lampiran I) dimaksudkan untuk lebih meyakinkan bahwa zat K adalah senyawa xanthon. Adanya profil spektra massa zat K yang menunjukkan M-15, M-43, M-56 dan M-71 dapat dijelaskan bahwa M-15 berarti pada proses fragmentasi terjadi pelepasan gugus -CH₃ dari -OCH₃, M-43 adalah terlepasnya -CH(CH₃)₂ dari gugus -CH₂-CH=C(CH₃)₂ yang terlebih dahulu mengadakan resonansi menjadi -CH=CH -CH(CH₃)₂, M-56 adalah terlepasnya =CH-CH(CH₃)₂, M-71 pada dasarnya adalah M(56 + 15) yang berarti terlepasnya -CH₃ dan =CH-CH(CH₃)₂. Profil spektra massa seperti tersebut di atas ternyata didapatkan pada senyawa xanthon yang pada inti (xanthon)-nya ter-

ikat gugus, $-\text{OCH}_3$ (metoksi); dan $-\text{CH}_2-\text{CH}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$ (3-metil-2-butenil). Data yang didapatkan dari spektra merah infra menunjukkan bahwa zat K selain mempunyai gugus-gugus $\text{C}=\text{O}$ pada daerah 3250 cm^{-1} (3,08 μ) dan 1640 (6,1); $\text{C}-\text{H}$ aromatik pada daerah 2980 (3,35), 2960 (3,38); eter aromatik dan vinil pada daerah 1245 (8,03), 1230 (8,13), 1210 (8,26), 1196 (8,36) juga menunjukkan kemungkinan adanya gugus metil pada daerah 2920 (3,43), 2850 (3,5); hidroksi pada daerah 3400 (2,94) dan $-\text{C}-\text{C}$, $-\text{C}=\text{C}$ pada daerah 1616 (6,19), 1590 (6,29) (Silverstein, 1981; Yamaguchi, 1970). Berdasar analisa data tersebut diatas maka disimpulkan sementara bahwa zat K adalah senyawa xanthon yang struktur molekulnya terdiri dari xanthon, metoksi, hidroksi dan 3-metil-2-butenil.



Data yang diperoleh dari spektra lembayung ultra larutan zat K dalam etanol 95% ialah serapan maksimum pada panjang gelombang 243,8 nm , 258,6 nm dan 317,6 nm menunjukkan adanya perbedaan dengan mangostin yang serapan maksimumnya pada 243 nm , 259 nm , 318 nm dan 351 nm (Yamaguchi, 1970).

Tidak adanya puncak pada 351 nm (zat K/etanol) mungkin disebabkan oleh perubahan struktur salah satu cincin aromatis (pada mangostin) menjadi diena siklis (pada zat K) yang mengakibatkan berkurangnya jumlah kromofor pada zat K dibanding mangostin. Hal tersebut mendukung kemungkinan adanya perbedaan antara mangostin dan zat K karena perbedaan jumlah hidrogen (dua buah atom) sesuai dengan hasil analisa unsur dan perbedaan berat molekul zat K (412) dan mangostin (410). Diduga bahwa salah satu ikatan rangkap C=C pada salah satu inti aromatis dalam struktur mangostin berada dalam bentuk ikatan C-C jenuh dalam struktur zat K. Untuk dapat mengetahui perbedaan struktur molekul tersebut perlu didukung data resonansi magnet inti baik zat K maupun mangostin. Data spektra resonansi magnet inti karbon-13 (lihat lampiran II) dan resonansi magnet proton mangostin dan turunannya (lihat lampiran III) dibandingkan dengan data sejenis hasil analisa zat K.

Hasil pengamatan data spektra resonansi magnet karbon-13 menunjukkan adanya kemiripan antara zat K dan mangostin kecuali adanya puncak pada daerah 29,57 ppm pada zat K.

Data ^{13}C -NMR Dept menunjukkan bahwa dalam struktur molekul zat K terdapat empat gugus $-\text{CH}$, empat gugus $-\text{CH}_3$, tiga gugus $-\text{CH}_2$ dan satu gugus $-\text{OCH}_3$ (lihat gambar 9). Sedangkan pada mangostin terdapat tiga gugus $-\text{CH}_2$. Karena jumlah atom karbon zat K dan mangostin sama maka kemungkinan yang terjadi adalah adanya perubahan sebuah gugus $-\text{CH}$ menjadi $-\text{CH}_2$ dan sebuah $\text{C}=\text{C}$ menjadi gugus $-\text{CH}$ disebabkan oleh masuknya atom hidrogen. Daerah 29,57 ppm pada ^{13}C -NMR zat K ternyata adalah atom karbon pada salah satu $-\text{CH}_2$ (pada gambar 9).

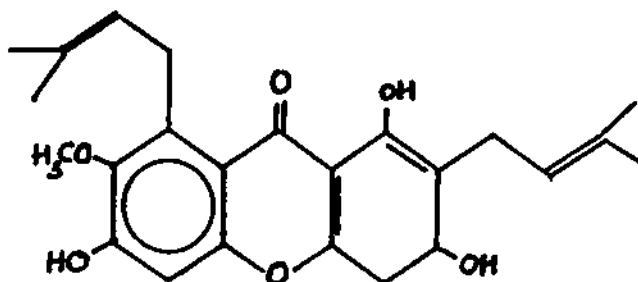
Dengan banyaknya ikatan rangkap $\text{C}=\text{C}$ dalam struktur molekul zat K maka banyak pula kemungkinan yang terjadi perbedaan struktur molekul dengan mangostin oleh adanya kelebihan dua atom hidrogen pada zat K. Kemungkinan tersebut antara lain masuknya dua atom hidrogen ke dalam rangkaian $-\text{CH}-\text{CH}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$ (dimetil allil), tetapi setelah mempelajari spektra resonansi magnet karbon dan proton tampaknya tidak terjadi hal yang demikian karena pada spektra ^1H -NMR terdapat puncak pada δ 5,30 yang menunjukkan adanya $-\underline{\text{CH}}=$ pada $-\text{CH}-\text{CH}=\text{C}(\text{CH}_3)_2$ dan pada daerah δ 1,68-1,85 muncul puncak-puncak yang menunjukkan adanya hidrogen yang terikat pada gugus : $\text{C} \begin{matrix} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{matrix}$ (dua buah). Kemungkinan masuknya hidrogen ke dalam inti xanthon tidak akan terjadi pada C_7 , C_5 dan C_1 karena pada spektra resonansi magnet proton didapatkan puncak pada 3,76 yang menunjukkan $-\text{OCH}_3$ pada C_7 , pada 6,83 menunjukkan H_5 dan

terikatnya -OH pada C_1 ditunjukkan oleh puncak pada 13,8 (gambar 5). Diduga dua atom hidrogen masing-masing sebuah atom terikat pada C_4 dan C_3 sehingga ikatan rangkap C=C berubah menjadi ikatan jenuh yang dalam hal ini ternyata puncak pada daerah 6,43 yang menunjukkan H_4 tidak didapatkan. Oleh karenanya -CH pada C_4 berubah menjadi -CH₂ dan C_3 selain mengikat -OH juga mengikat -H yang pada ¹³C-NMR Dept masing-masing ditunjukkan oleh adanya puncak pada 29,57 (C_4) dan 93,34 (C_3) (gambar 9). Selanjutnya dalam spektra ¹H-NMR, hidrogen pada gugus -OH yang terikat pada C_6 dan C_3 yang dalam mangostin muncul pada daerah 4,50 tetapi pada zat K pada daerah 6,34 dan 6,19 yang diperjelas dengan setelah dilakukannya D₂O-Exchange puncak-puncak pada 13,8, 6,34 dan 6,19 menghilang (gambar 7). Sedangkan dua buah atom hidrogen pada C_4 dalam spektra ¹H-NMR terletak pada daerah 1,68 - 1,85 bersama-sama dengan hidrogen dalam empat -CH₃ sehingga total hidrogennya sebanyak 14 (gambar 5 dan 7).

Secara keseluruhan hasil analisa data di atas tampaknya menunjang dugaan bahwa struktur molekul zat K serupa dengan mangostin dengan perbedaan pada ikatan C_3 dengan C_4 .

Dengan demikian maka hasil penelitian ini mengusulkan bahwa zat K yang diisolasi dari kulit buah manggis adalah senyawa xanthon dengan berat molekul 412, rumus molekul $C_{24}H_{28}O_6$ (69,90% C; 6,79% H; 23,31% O) dan struk-

tur molekulnya :



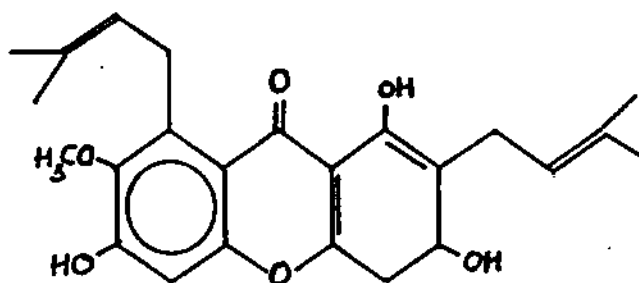
(3,4-dihidromangostin)

2,8 bis(-3-metil-2-butenil)-3,4-dihidro-7-me-
toksi-1,3,6 trihidroksi-9-xanthon.

BAB VI

KESIMPULAN

Isolat kulit buah Manggis (Garcinia mangostana L.) yang diperoleh adalah zat K yang diusulkan sebagai senyawa dengan berat molekul = 412, mengandung 69,9% C ; 6,79% H; 23,31% O, rumus molekul $C_{24}H_{28}O_6$ dan struktur molekulnya :



2,8-bis(3-metil-2-butenil)-3,4-dihidro-7-metoksi-1,3,6-trihidroksi-9-xanthon (3,4-dihidromangostin).

BAB VII

SARAN

- Dengan masih diperlukannya data lain dalam analisa isolasi kulit buah Manggis (Garcinia mangostana L.), maka penelitian lebih lanjut untuk memastikan struktur molekul zat kandungan yang lain perlu diteliti.
- Menyadari pentingnya peran Mangostin sebagai pembanding untuk analisa struktur senyawa xanthon dan tidak terdapatnya mangostin standart, maka khusus di Indonesia dibutuhkan upaya penyediaan mangostin yang didapatkan dari tanaman Garcinia mangostana L.

BAB VIII

RINGKASAN

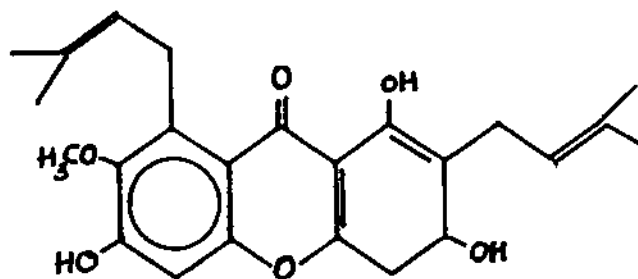
Telah dilakukan penelitian tentang identifikasi dan karakterisasi senyawa xanthon dalam kulit buah Manggis (Garcinia mangostana L.)

Serbuk kulit buah Manggis diekstraksi secara soxhletasi dengan pelarut petroleum eter dan kloroform. Dari masing-masing pelarut didapatkan filtrat P (Petroleum eter) dan filtrat K (Kloroform). Filtrat diuapkan dengan pengurangan tekanan diperoleh ekstrak P dan ekstrak K. Ekstrak P dan ekstrak K yang didapatkan berturut-turut sekitar 0.9% dan 8% berat serbuk kulit buah. Data kromatografi lapisan tipis yang menggunakan fase diam silika-gel GF 254 dan pelarut-pelarut benzen-eter (3 : 1) dan kloroform-benzen (5 : 1) menunjukkan bahwa ekstrak P memberikan dua bercak dan ekstrak K memberikan empat bercak.

Dari ekstrak K (\pm 0,78 gram) berhasil diisolasi zat K (\pm 0,135 gram) melalui kromatografi kolom menggunakan fase diam silika gel 60 (70 - 230 Mesh ASTM) dengan pelarut kloroform-benzen (5 : 1). Zat K tersebut mempunyai titik leleh 181,1 - 182,2^o C; Panjang gelombang maksimum (sinar lembayung ultra) dalam etanol 95% pada 203,2 nm ,

243,8 nm , 258,6 nm , 317,6 nm ; Spektra merah infra yang menunjukkan adanya gugus-gugus -OH, C=O, -CH₃, C=C, inti aromatik, vinyl, eter. ¹H-NMR pada 13,8 (1H,s), 6,83 (1H,s), 6,34 (1H,s), 6,29 (1H,s), 6,2 (1H,s), 5,30 (2H,m), 4,1 (2H,d), 3,76 (1H,s), 3,45 (2H,d), 1,68 - 1,85 (14H,d, d,d,s); ¹³C-NMR pada 182,08, 161,63, 160,76, 160,76, 155,88, 154,61, 142,77, 137,19, 135,54, 131,99, 123,38, 121,56, 112,38, 108,63, 103,78, 101,62, 93,34, 77,43, 77,00, 76,58, 62,01, 29,57, 26,61, 25,72, 21,51, 18,16, 17,86; Berat molekul 412 di dalamnya terkandung 69,90% C, 6,79% H dan 23,31% O.

Berdasarkan data yang diperoleh, zat K mempunyai struktur molekul menyerupai struktur Mangostin dan diusulkan bahwa zat K adalah senyawa xanthon dengan rumus molekul C₂₄H₂₈O₆ dengan struktur molekul :

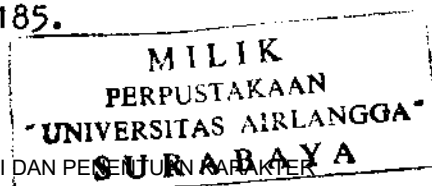


(3,4-dihidroamangostin)

KEPUSTAKAAN

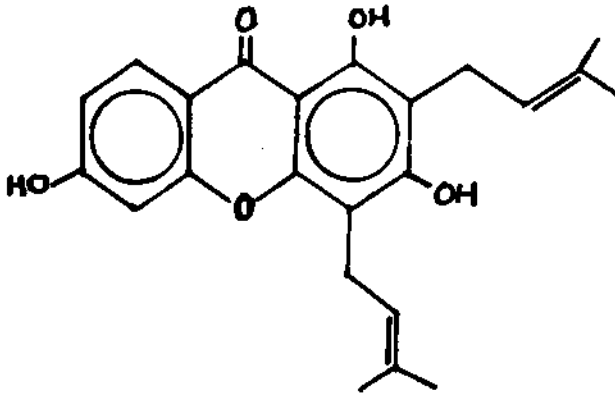
- Adam's-Johnson. 1958. Laboratory experiments in Organic chemistry, ed. IV. The Mac Millan Company. New York.
- Domon, B. and Hostettmann, K. 1985. Mass Spectrometric studies of underivatized polyphenolic glucosides. Phytochemistry, 24 (3), 575-580.
- Dyer, J.R. 1965, Application of Absorption Spectroscopy of Organic chemistry. Prantice Hall Inc. London.
- Dudley, H., Williams and Ian Fleming. 1973. Spectroscopy methods in Organic chemistry, ed. II. Mc Graw Hill book Company (UK) limited. Great Britain.
- Finnegan, R.A., Patel, J.K., Bachman, P.L. 1966. Constituents of Mammea americana L., some simple mono and dihydroxyxanthenes. Tetrahedron Letters, 49, 6087-6092.
- Govindachari, T.R., et al. 1971. Xanthenes of Garcinia mangostana Linn. Phytochemistry, 27, 3919-3926.
- Harborne, J.B. 1973. Phytochemical methods. Chapman and Hall International edition. Chapman and Hall. London.
- Haynes, L.J. and Taylor, D.R. 1966. Mangiferin, The Nuclear magnetic spectra of xanthenes, J. Chem. soc., C. 1985.
- Hegnauer, R. (ed) 1966. Chemotaxonomie der Pflanzen. Birkhauser Verlag. Basel.
- Heyne, K. 1950. De Nuttige planten van Indonesie, N.V. Uitgeverij W. van hoeve's Gravenhage. Bandung, 1089-1090.
- Hostettman, K. Wagner, H. 1977. Review xanthone glycosides. Phytochemistry, 16, 821-829.

- Jefferson, A., Quillinan, A.J., Scheinman, F., Sim, K.Y. 1970. Isolation of mangostin from Garcinia mangostana and preparation of the natural mangostin by selective demethylation. Australian J.chem., 23, 2539-2543.
- Levy, G.C., Nelson, G.L. 1972. Carbon-13 Nuclear Magnetic resonance for Organic Chemists. Wiley - Interscience. New York.
- Lyman, B. 1957. Plant Classification. D.C. Heath and Company. Boston. 110-144.
- Materia Medika Indonesia. 1976. Departemen Kesehatan Republik Indonesia.
- Pecsok, Shield, Cairns, William. 2nd Ed. 1976. Modern methods of Chemical analysis. John Wiley and Sons. New York.
- Rama Raco, A.V. 1974. A benzophenone and xanthone with unusual hydroxylation pattern from the heartwood of Garcinia pedunculata. Phytochemistry, 13, 1241-1244.
- Samhoedi, Mochammad. 1980. Elusidasi struktur - Penentuan struktur dengan pertolongan metoda spektroskopik UV, IR, H-NMR, C¹³-NMR, MS. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, Hardjono, Noegrohati, Sri. 1982. Spektroskopi Ultraviolet dan terlihat. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 1982. Spektroskopi resonansi magnet inti. Universitas Gajah Mada. Yogyakarta.
- Sastrohamidjojo, Hardjono. 1985. Spektroskopi. Liberty. Yogyakarta.
- Sen, Ashis K., et al. 1981. Minor xanthenes of Garcinia mangostana. Phytochemistry, 19, 2223-2225.
- Sen, Ashis K., et al. 1981. Minor xanthenes of Garcinia mangostana. Phytochemistry. 20, 183-185.



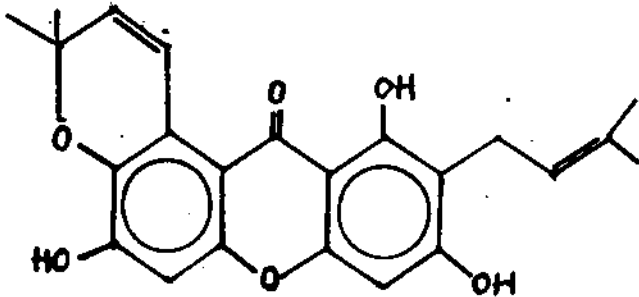
- Seno A. Sastroamidjojo. 1967. Obat Asli Indonesia khusus dari tumbuh-tumbuhan yang terdapat di Indonesia. Penerbit Dian Rakyat. Jakarta.
- Shankaranarayan, D., et al. 1979. Pharmacological profile of mangostin and its derivatives. Arch. Int. Pharmacodyn. Ther., 239 (2), 257-259.
- Silverstein, R.M., Bassler, G.C., Morrill, T.C. 1981. Spectrometric identification of Organic Compounds. Ed. IV. John Wiley & Sons, Inc. New York-London-Sydney - Singapore.
- Stahl, E. 1969. Thin Layer Chromatography laboratory handbook, ed. II. Springer-Verlag. Berlin-Heidelberg - New York.
- Steenis, V.C.G.G.J. 1975. Flora. P.T. Pradnya Paramita. Jakarta.
- Tarigan, Ponis. 1984. Spektrometri resonansi magnet proton. Penerbit Alumni. Bandung.
- The Merck Index, 9th edition. 1976. Merck & Co Inc. The United States of America.
- Vogel, A.I. 1978. A textbook of quantitative in organic analysis. Longman group Limited. New York - London.
- Weast, R.C. 1983. Handbook of Chemistry and Physics. CRC Press, Inc. Florida.
- Yamaguchi, K. 1970. Spectral data of Natural products. Elsevier Publishing company. Amsterdam-New York - London, 111.
- Yates, P. and Stout, G.H. 1958. The structure of Mangostin J. am. chem. soc., 80, 1681.
- Yates, P. and Bhat, H.B. 1968. Structure of betamangostin. Can. J. chem., 49, 3770-3773.

Garcinone A



MS m/z : $380(M)^+$, $337(M-43)^+$
 $324(M-56)^+$, $311(M-69)^+$

Garcinone B

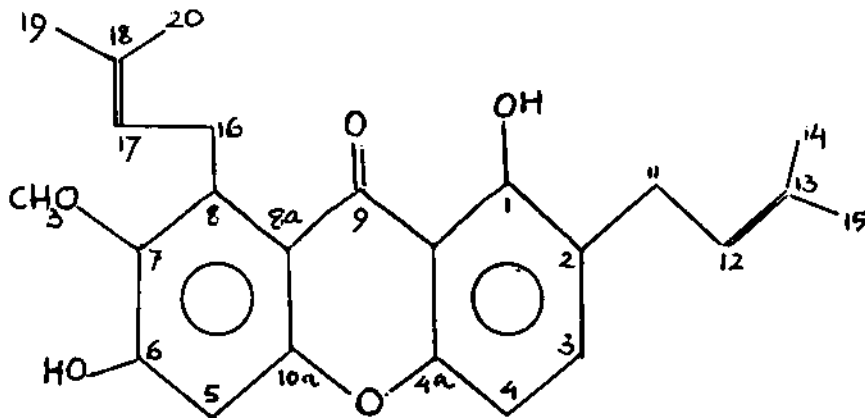


MS m/z : $394(M)^+$, $379(M-Me)^+$
 $351(M-43)^+$, $339(M-55)^+$,
 $323(M-Me-56)^+$

Lampiran I. Profil spektra massa senyawa xanthon
 (Garcinone A dan B).

Lampiran II. Data $^{13}\text{C-NMR}$ Mangostin (Sen, 1980) $^{13}\text{C-NMR}$ Mangostin.

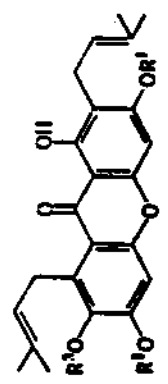
C no.	Lit.	C no.	Lit.
1	159.9	10a	154.6
2	109.7	11	21.0
3	162.3	12	122.7
4	92.3	13	130.3
4a	154.2	14	25.6
5	101.8	15	17.7
6	156.9	16	25.8
7	143.4	17	123.8
8	136.4	18	130.3
8a	110.1	19	25.6
9	181.3	20	18.1
9a	101.9	7-OMe	60.2



	S E N Y A W A							
	(1) ^a	(2) ^b	(3) ^a	(4)	(5)	(6)	(7)	(8)
OH	s 13.60	s 12.70	n.m.	s 13.25	s 13.45	s 13.22	s 13.20	s 13.62
H ₄	b 4.50	b 3.30	b 3.95	-	-	-	-	-
H ₅	s 6.43	s 6.52	s 6.45	s 6.63	s 6.23	s 6.39	s 6.33	s 6.65
OAc	s 6.83	s 6.83	s 6.87	s 7.23	s 6.65	s 7.15	s 7.27	s 7.13
	-	-	-	d 2.39	-	s 2.40	s 2.31	s 2.33
	-	-	-	-	-	-	s 2.34	s 2.40
OMe	s 3.84	s 3.74	-	-	s 3.78	s 3.78	s 3.90	s 3.77
	-	s 3.91	-	-	s 3.84	s 3.91	-	-
	-	-	-	-	s 3.90	-	-	-
ArCH ₂	d 3.40	d 3.29	d 3.38	d 3.34	d 3.33	d 3.40	d 3.33	d 3.30
-CH=	d 4.17	d 4.00	d 4.22	d 4.07	d 4.11	d 4.18	d 4.08	d 4.12
	t 5.33	t 5.20	t 5.36	t 5.14	t 5.23	t 5.28	t 5.16	t 5.19
	s 1.68	s 1.64	s 1.68	s 1.76	s 1.68	s 1.72	s 1.69	s 1.70
Me ₂ C	d 1.85	s 1.73	s 1.77	s 1.84	s 1.81	s 1.85	s 1.80	s 1.77
	-	s 1.80	s 1.86	-	s 1.84	-	-	s 1.81

^a dalam (CD₃)₂CO

^b dalam (CD₃)₂SO



	R ¹	R ²	R ¹	R ²	R ¹	R ²	R ¹	R ²
(1)	H	H	H	H	Me	Me	Me	Me
(2)	Me	H	Me	H	Me	Me	Me	Me
(3)	H	H	H	H	Me	Me	Me	Me
(4)	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac
(5)	Me	Me	Me	Me	Me	Me	Me	Me
(6)	Me	Me	Me	Me	Me	Me	Me	Me
(7)	Me	Me	Me	Me	Me	Me	Me	Me
(8)	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac	Ac

Lampiran III. Data H-NMR Mangostin dan turunannya.