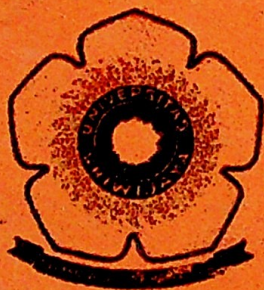


**Isolasi Amentoflavon (Biflavonoid) dari Daun
Calophyllum pulcherrimum Wall**

SKRIPSI

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains Bidang Studi Kimia**



Oleh

DEDY IRAWAN

09053130002

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS SRIWIJAYA

2009

S
579.540 7
ITA
C-071248
2009

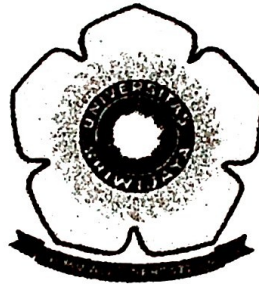
**Isolasi Amentoflavon (Biflavonoid) dari Daun
Calophyllum pulcherrimum Walp.**



SKRIPSI

Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar

Sarjana Sains Bidang Studi Kimia



Oleh

DEDY IRAWAN

09053130002

JURUSAN KIMIA

FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM

UNIVERSITAS SRIWIJAYA

2009

LEMBAR PENGESAHAN

**Isolasi Amentoflavon (Biflavonoid) dari Daun
Calophyllum pulcherrimum Wall**

SKRIPSI

**Sebagai salah satu syarat untuk memperoleh gelar
Sarjana Sains Bidang Studi Kimia**

Oleh

DEDY IRAWAN

09053130002

Mengetahui,

Ketua Jurusan Kimia



Inderalaya, Juli 2009

Pembimbing

Drs. Dasril Basir, M.S

Nip. 131629327

Untuk Keluargaku Ayah.. Ibu

dan 2 adiknya tercinta.....

KATA PENGANTAR

Assalamualaikum Wr.Wb

Sungguh tak terbayangkan, penelitian yang memakan waktu berbulan-bulan ini akhirnya selesai juga, membuat ku bertambah yakin bahwa inilah *Chemistry* itu, disinilah aku mengetahui alangkah indahny alam ini.., dunia ini.. sungguh agung ciptaan-Mu...Subhanallah.

Natural Product Chemistry..aku mulai terbiasa denganmu..mengajarkanku begitu banyak hal.. eksplorasi, penelitian, penghayatan, kejujuran..dan semua arti kehidupan

Untuk itu ingin rasanya mempersembahkan sebuah maha karya, sebuah persembahan yang seindah-indahnya untuk :

Allah SWT, yang telah memberikan kesempatan mengecap indahny *chemistry* itu, dan memberiku berjuta pengetahuan serta mampu membagikan kembali untuk dunia ini.

Rasulullah SAW, yang dengan perantaraannya mampu memberiku semangat yang tak kunjung padam untuk terus berusaha dalam hidup ini.

Untuk seluruh keluargaku Ayah, Ibu, dan adik² ku...terima kasih dukungan dan doa nya, I Luv yu so much...

Untuk pembimbingku, Dasril Basir,M.S motivasimu sungguh menggetarkan hatiku untuk terus berjuang dan berjuang..mengenalkanku arti *chemistry* yang sebenarnya, dan mendorongku untuk terus maju menantang hidup ini.

Kepada DP2M DIKTI 2009, Jurusan kimia UNSRI, kimia ITB, kimia UPI, LIPI Serpong, dan Lab. FORENSIK MABES POLRI Jakarta, terima kasih telah membantu penyelesaian penelitian ini.

Semua pihak yang telah membantu penulis selama penelitian dan penulisan skripsi ini. Semoga Allah SWT membalas semua kebaikan mereka.

Inderalaya, Juli 2009

Penulis

**Amentoflavon (Biflavonoid) Isolation from The Leaves of
Calophyllum pulcherrimum Wall**

By:

DEDY IRAWAN

09053130002

ABSTRACT

Amentoflavon (biflavonoid) had been isolated from the leaves of *Calophyllum pulcherrimum* Wall. The ethyl acetate extracts of this leaves gave yellow powder with melting point 267-268°C. The structure was identified by spectroscopic methods including 1D and 2D NMR experiments as well as mass spectrometry. The structure does not indicate active antibacterial activity against *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Shigella dysenteriae* dan *Bacillus subtilis* at concentration of 3,5 mg/mL, 4,6 mg/mL and 7 mg/mL.

Isolasi Amentoflavon (Biflavonoid) dari Daun

Calophyllum pulcherrimum Wall

OLEH :

DEDY IRAWAN

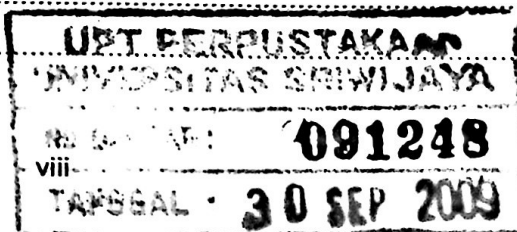
090531300002

ABSTRAK

Telah dilakukan isolasi senyawa amentoflavon (biflavonoid) dari daun *Calophyllum pulcherrimum* Wall. Ekstrak etil asetat dari daun ini memberikan serbuk berwarna kuning dengan titik leleh 267-268°C. Struktur tersebut diidentifikasi dengan metode spektroskopi 1D dan 2D NMR dan spektroskopi massa dan tidak menunjukkan pakif terhadap aktivitas antibakteri *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Shigella dysenteriae* dan *Bacillus subtilis* pada konsentrasi 3,5 mg/mL, 4,6 mg/mL, dan 7 mg/mL.

DAFTAR ISI

JUDUL.....	i
LEMBAR PENGESAHAN.....	ii
HALAMAN PERSEMBAHAN.....	iii
KATA PENGANTAR.....	iv
ABSTRACT	vi
ABSTRAK	vii
DAFTAR ISI.....	viii
DAFTAR GAMBAR.....	x
DAFTAR TABEL	xi
DAFTAR LAMPIRAN.....	xii
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1. Latar Belakang.....	1
1.2. Rumusan Masalah	3
1.3. Tujuan Penelitian.....	3
1.4. Manfaat Penelitian.....	4
BAB II	5
TINJAUAN PUSTAKA.....	5
2.1. Taksonomi tumbuhan <i>Calophyllum pulcherrimum</i> Wall	5
2.2. Manfaat dan Kegunaan <i>Calophyllum</i>	6
2.3. Kandungan kimia <i>Calophyllum</i>	7
2.4. Biflavonoid.....	13
2.5. Identifikasi Senyawa Hasil Isolasi.....	15
2.5.1. Spektrofotometer Ultraviolet.....	15
2.5.2. Spektrofotometer Inframerah.....	16
2.5.3. Spektroskopi Massa	17
2.5.4. Spektroskopi ¹ H-NMR.....	19
2.5.5. Spektroskopi ¹³ C-NMR.....	21
BAB III	23



METODOLOGI PENELITIAN	23
3.1. Waktu dan Tempat Penelitian	23
3.2. Alat dan Bahan	23
3.2.1. Peralatan	23
3.2.2. Bahan-Bahan.....	24
3.3. Persiapan Sampel.....	24
3.4. Ekstraksi daun <i>Calophyllum pulcherrimum</i>	24
3.5. Isolasi dan Pemurnian Senyawa dari Fraksi Etil Asetat	25
3.6. Uji Kemurnian dan Identifikasi Senyawa Hasil Isolasi.....	26
3.7. Uji Aktivitas Anti Bakteri.....	27
3.7.1. Persiapan Bakteri Uji	27
3.7.2. Pembuatan Medium Nutrient Agar (NA).....	27
3.7.3. Pembuatan Medium Nutrient Broth (NB).....	27
3.7.4. Peremajaan Bakteri	27
3.7.5. Pembuatan Suspensi Bakteri.....	28
3.7.6. Pengujian Aktivitas Anti Bakteri dengan Metode Difusi Agar Cakram...	28
BAB IV	29
HASIL DAN PEMBAHASAN	29
4.1. Pemisahan dan Pemurnian Senyawa Hasil Isolasi	29
4.2. Identifikasi Senyawa Hasil Isolasi.....	31
4.2.1. Identifikasi dengan Spektum UV.....	31
4.2.2. Identifikasi dengan Spektum IR.....	34
4.2.3. Identifikasi dengan Spektroskopi	36
4.2.4. Identifikasi dengan Spektum NMR.....	37
BAB V	44
KESIMPULAN DAN SARAN	44
DAFTAR PUSTAKA	45

DAFTAR GAMBAR

Gambar 1. Hasil uji KLT terhadap serbuk F _{3,1} (DD) dengan beberapa variasi eluen dengan sinar UV pada panjang gelombang 254 nm	31
Gambar 2. Spektrum UV senyawa isolasi DD (T.L.=267-268 °C, Rf= 0,52) dalam metanol.....	32
Gambar 3. Spektrum IR senyawa hasil isolasi DD (T.L.=267-268 °C, Rf= 0,52).....	34
Gambar 4. Spektroskopi massa senyawa hasil isolasi DD (T.L.=267-268 °C, Rf= 0,52) yang ditentukan secara teknik pyrolisis-GCMS.....	37
Gambar 5. Spektrum ¹³ C NMR senyawa hasil isolasi	38
Gambar 6. Spektrum ¹ H NMR senyawa hasil isolasi	39
Gambar 7. Struktur senyawa hasil isolasi (amentoflavon).....	41
Gambar 8. Uji aktivitas antibakteri dari senyawa hasil isolasi DD (T.L.=267-268 °C, Rf= 0,52).....	42

DAFTAR TABEL

Tabel 2.2. Aktivitas Biologi dari Genus <i>Calophyllum</i> (Noldin Vania, 2006)	6
Tabel 2.3. Substansi utama dari genus <i>Calophyllum</i> (Noldin Vania, 2006).....	11
Tabel 2.5.1. Interval serapan spektrum UV-tampak flavonoid	15
Tabel 2.5.2. Serapan khas beberapa gugus fungsi	17
Tabel 2.5.4. Geseran kimia perkiraan dari berbagai jenis proton.....	20
Tabel 2.5.5. Rentangan geser kimia karbon-13 dari berbagai jenis karbon flavonoid	22
Tabel 4.1.1. Pengelompokkan fraksi hasil kromatografi kolom gravitasi	29
Tabel 4.1.2. Penggabungan hasil kromatografi kolom gravitasi dari fraksi F	30
Tabel 4.1.3. KLT uji kemurnian senyawa hasil isolasi (senyawa DD).....	30
Tabel 4.2.1. Perbandingan spektrum UV senyawa DD (T.L.=267-268 °C, Rf= 0,52) dengan Amentoflavon.....	33
Tabel 4.2.2. Karakteristik gugus-gugus dari spektrum IR senyawa hasil isolasi DD (T.L.=267-268 °C, Rf= 0,52)	35
Tabel 4.2.3. Perbandingan spektrum IR senyawa DD (T.L.=267-268 °C, Rf= 0,52) dengan Amentoflavon.....	35
Tabel 4.2.4. perbandingan spektrum ¹³ C NMR dan ¹ H-NMR senyawa DD (T.L.=267- 268 °C, Rf= 0,52) dengan amentoflavon	40

DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran 1. Skema isolasi senyawa dari fraksi etil asetat daun <i>Calophyllum pulcherrimum</i>	48
Lampiran 2. Kromatogram hasil kromatografi kolom dengan lampu UV 254 nm ...	50
Lampiran 3. Spektrum ¹ H-NMR senyawa hasil isolasi DD.....	51
Lampiran 4. Spektrum DEPT 135 C-NMR senyawa hasil isolasi DD	52
Lampiran 5. Spektrum DEPT 90 C-NMR senyawa hasil isolasi DD	53
Lampiran 6. Gambar Tumbuhan <i>Calophyllum pulcherrimum</i> Wall	54

BAB I

PENDAHULUAN

1.1. Latar Belakang

Genus *Calophyllum* (*Clusiaceae/Guttiferae*) ditemukan sekitar 180-200 spesies yang berbeda tersebar diseluruh hutan tropis di dunia. Menurut investigasi kimia dari genus tersebut yang telah di isolasi dihasilkan berbagai varietas , seperti santon, kumarin, biflavonoid, kalkon, benzofuran, dan triterpen. Beberapa dari spesies ini sering digunakan sebagai obat untuk mengobati berbagai penyakit. Beberapa studi eksperimen telah dilaporkan bahwa ekstrak dari berbagai spesies genus ini berpotensi sebagai antibakteri, misalnya epikatekin dan friedelin (Pretto at al, 2004).

Tumbuhan Bintangor gasing [*Calophyllum pulcherrimum* (Wall)] berasal dari famili *Clusiaceae* yang secara etnobotani bijinya sering digunakan secara tradisional sebagai obat penyakit urus-urus dan obat rematik. Berbagai spesies *Calophyllum* yang tumbuh di hutan tropis Kalimantan dan Malaysia, ternyata mengandung berbagai macam senyawa yang dapat dimanfaatkan untuk pengobatan dan sudah sejak lama digunakan sebagai obat tradisional. Getah pohon *Calophyllum inophyllum* (nyamplung) dan *Calophyllum tallichianum* (betur terujam) banyak digunakan sebagai obat penyakit kulit, sedang biji nyamplung digunakan antara lain sebagai obat rematik dan kanker .(Badan POM, 2003).

Beberapa penggunaan tumbuhan *Calophyllum* oleh masyarakat adalah untuk mengobati wasir, di Kamboja daunnya yang sudah kering, dibakar, asapnya diisap untuk menghilangkan fertigo dan migren, minyak nyamplung biasa digunakan untuk mengobati rematik, dengan cara dibalurkan pada daerah yang sakit. Damarnya yang berasal dari kulit kayu digunakan untuk mengobat luka dan kelenjar yang membengkak (badan POM, 2003). Efek biologi yang telah dilaporkan dari batang *C.pulcherrimum* diantaranya adalah aktivitas anti sitotoksik, anti bakteri, dan anti HIV.

Melalui uji fenol tumbuhan ini menghasilkan positif mengandung gugus fenol, setelah memperlihatkan adanya perubahan warna menjadi kuning. Tumbuhan ini memiliki kandungan kimia turunan fenilpropanoid , secara literatur banyak mengandung golongan kumarin, xanton,dan terpenoid (Pretto at al, 2004).

Berdasarkan pengetahuan terbaik kami, setelah melacak beberapa journal dan literatur-literatur belum ada yang melaporkan isolasi dari daun tumbuhan ini *C. pulcherrimum* dan aktivitas antibakterinya. Empat spesies lain dari genus *Calophyllum* yaitu daun *C.venulosum* (Cao, at al 1997) , daun *C.inophylloide* (Goh, at al 2004), *C.panciflorum*, dan daun *C.calaba* (Noldin Vania, 2006) telah dilaporkan mengandung senyawa biflavonoid khususnya kelompok amentoflavon yang mana berperan aktif dalam menghambat HIV-reverse transkriptase . Pada investigasi sekarang ini , diduga adanya biflavonoid dari daun *Calophyllum pulcherrimum* dan aktivitas anti bakteri.

1.2. Rumusan Masalah

Calophyllum pulcherrimum wall adalah satu dari genus *Calophyllum* yang potensial keberadaannya di dataran rendah sumsel. Studi literatur menunjukkan bahwa belum ada laporan fitokimia terkait senyawa yang terdapat pada daun *C. pulcherrimum*.

Berdasarkan keterangan diatas, maka dilakukan eksplorasi konstituen kimia daun tumbuhan *C. pulcherrimum* Wall, khususnya fraksi etil asetat dan menguji aktivitas anti bakteri senyawa hasil isolasi tersebut.

1.3. Tujuan Penelitian

Tujuan dilakukannya penelitian ini adalah :

1. Isolasi senyawa biflavonoid dari fraksi etil asetat daun *Calophyllum pulcherrimum* Wall.
2. Identifikasi dan penentuan struktur senyawa hasil isolasi dengan menggunakan spektroskopis IR, UV, GC-MS, $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, DEPT 135° , DEPT 90° , COSY .
3. Menentukan aktivitas antibakteri senyawa hasil isolasi terhadap bakteri *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus*, *Shigella dysenteriae* dan *Bacillus subtilis*.

1.4. Manfaat Penelitian

Penelitian ini diharapkan dapat menambah informasi mengenai kandungan metabolit sekunder yang terdapat dalam fraksi etil asetat daun *C.pulcherrimum*.

DAFTAR PUSTAKA

- Anonim, http://zipcodezoo.com/Plants/C/Calophyllum_pulcherrimum/Default.asp , diakses tanggal 27 maret 2009.
- Badan POM, Potensi *Calophyllum* sebagai anti HIV, *InfoPOM*, Volume : IV Edisi 4: April 2003.
- Cao, Shu-Geng ; Keng-Yeow, Sim ; Swee-Hock, Goh, Biflavonoids of *Calophyllum venulosum*, *J. Nat. Prod.*, 1997, 60 (12), 1245-1250.
- Goh, Swee, Hock ; Jantan, Ibrahim ; Waterman, Peter, G., Neoflavonoid and Biflavonoid Constituents of *Calophyllum inophylloide*, *J. Nat. Prod.*, 1992, 55 (10), 1415-1420.
- Hanrahan, Jane, R., at al , Semisynthetic Preparation of Amentoflavone: A Negative Modulator at GABAA Receptors, *Bioorganic & Medicinal Chemistry Letters*, 2003, 13, 2281-2284.
- Marby, T.J. ; K.R., Markham ; Thomas, M.B., 1970, *The Systematic Identification of Flavonoids*, Springer-Verlag, New York-Hiedelberg-Berlin.
- Markham, K.R., 1988, *Cara Mengidentifikasi Flavonoid*, Penerbit ITB, Bandung.
- Noldin, Vania, Floriani ; Isaias, Daniela, Buffon ; Valdir, Cechinel, Filho, *Calophyllum* Genus: Chemical and Pharmacological Importance, *Chemical-Pharmaceutical Investigations Nucleus*, 2006, Vol. 29, No. 3, 549-554.
- Pretto, Juliana, B., at al., Antimicrobial Activity of Fractions and Compounds from *Calophyllum brasiliense* (Clusiaceae/Guttiferae), *Programa de Mestrado em Cie^ncias Farmace^uticas (PMCF) e Nu'cleo de Investigac,ões Qui'mico Farmace^uticas (NIQFAR) / CCS. Universidade do Vale do Itajaí' (UNIVALI)*, 2004.
- Silverstein ; Basier ; Murril, 1986, *Penyidikan Senyawa Organik*, Penerjemah Drs. Aji Hartono ; Dra. Anny Victor Purba MSc., Edisi ke empat, Erlangga, Jakarta.
- Rauha, jussi, pekka, 2001, *The search for biological activity in Finnish plant extracts containing phenolic compounds*, Academic dissertation, Faculty of Science of the University of Helsinki.

Yamaguchi, Lydia, F., et al., Biflavonoids from Brazilian pine *Araucaria angustifolia* as potential protective agents against DNA damage and lipoperoxidation, *Phytochemistry*, 2005, 66, 2238-2247.