

KARAKTERISASI SENYAWA TRITERPENOID DARI FRAKSI DIKLOROMETANA KULIT BATANG DURIAN MERAH (*Durio dulcis* Becc.)

Maysyarah ^{1*}, Rudiyanasyah ¹, Andi Hairil Alimuddin¹

¹Program Studi Kimia, Fakultas MIPA, Universitas Tanjungpura,
Jl. Prof. Dr. H. Hadari Nawawi, Pontianak

*email: maynasution07@yahoo.co.id

ABSTRAK

Durian merah (*D. dulcis* Becc.) merupakan salah satu tumbuhan endemik Kalimantan barat. Senyawa triterpenoid telah diisolasi dari fraksi diklorometana kulit batang durian merah sebanyak 6 mg dan berbentuk amorf. Tahapan isolasi senyawa triterpenoid adalah ekstraksi, fraksinasi, kromatografi vakum cair (KVC) dan kromatografi lapis tipis (KLT). Uji fitokimia senyawa triterpenoid ditentukan dengan menggunakan pereaksi Liebermann-Bucard yang menunjukkan warna merah kecoklatan. Struktur senyawa ditentukan menggunakan proton nuclear magnetic resonance (¹H-NMR) (CDCl₃, 500 MHz). Pergeseran kimia senyawa triterpenoid (δ_H ppm): 0,69 (3H, s); 0,86 (3H, d); 0,88 (3H, d); 0,92 (3H, d); 1,02 (3H, d); 1,06 (3H, d); 1,41 (3H, d); 1,84 (3H, d); 1,97 (3H, m); 2,01 (3H, m); 2,30 (4H, m); 3,53 (2H, m); 3,67 (1H, J = 12,2 Hz, d); 3,52 (1H, s); 3,97 (1H, s) dan 5,35 (1H, J=4,95, d). Berdasarkan uji fitokimia dan data ¹H-NMR, maka isolat F₉M₁₆ yang dihasilkan merupakan senyawa triterpenoid.

Kata Kunci : durian, *Durio dulcis* Becc., triterpenoid

PENDAHULUAN

Durian merupakan tanaman yang tergolong ke dalam genus *Durio* dari famili *Malvaceae*. Durian yang telah diketahui di dunia terdiri atas 28 dan 20 spesiesnya tersebar di Indonesia. Persebaran utama spesies durian di Indonesia adalah pulau Kalimantan yang memiliki 19 spesies dan 14 diantaranya termasuk spesies endemik (Uji, 2007).

Penelitian mengenai kandungan senyawa metabolit sekunder dari tumbuhan durian masih terus dikembangkan. Diketahui baru 6 spesies durian yang telah dilakukan penelitian kandungan kimianya, diantaranya *Durio carinatus* Mast., *Durio kutejensis* (Hassk.) Becc., *Durio zibethinus* Murr., *Durio oxleyanus* Griff., *Durio affinis* Becc., dan *Durio tertudinarum* (Rudiyanasyah dan Garson, 2006; 2010;2015; Deni, 2013). Deny, (2013) telah berhasil mengisolasi senyawa triterpenoid dari kulit batang durian kura (*D. testudinarum* Becc.) yaitu senyawa pentasiklik triterpenoid yang diusulkan sebagai asam oleanolat (asam 3 β -Hidroksiolean-12-en-28-olat).

Salah satu tumbuhan durian yang merupakan tumbuhan endemik Kalimantan yaitu durian merah. Keberadaannya yang sulit dijumpai bahkan tergolong hampir punah, menjadikan tumbuhan ini masih dibudidayakan dalam skala yang relatif kecil. Padahal jenis durian ini memiliki warna yang menarik dan rasa yang sangat manis, sehingga berpotensi untuk dikembangkan di masa mendatang.

Penelitian kandungan kimia khususnya senyawa triterpenoid dari kulit batang durian merah belum pernah dilakukan. Oleh karena itu, dilakukan penelitian terhadap kulit batang durian merah (*Durio dulci* Becc.) dari fraksi diklorometana. Hasil penelitian ini diharapkan dapat memberikan informasi mengenai kandungan senyawa metabolit sekunder khususnya senyawa triterpenoid yang terdapat pada durian.

METODOLOGI PENELITIAN

Alat dan Bahan

Alat-alat yang digunakan adalah alat gelas, alat ekstraksi, alat evaporasi, alat kromatografi cair vakum, peralatan kromatografi, spektrometer NMR 500 MHz *agilent*.

Bahan tanaman berupa kulit batang durian merah (*D. dulcis* Becc.) yang berasal dari kawasan hutan Kecamatan Tumbang Titi, Kabupaten Ketapang, Kalimantan Barat. Keakuratan spesies tumbuhan berdasarkan hasil determinasi di Herbarium Bogoriense Pusat Penelitian Biologi LIPI Cibinong. Bahan-bahan yang digunakan adalah berbagai jenis pelarut organik diantaranya: diklorometana, metanol, *n*-heksana, pereaksi untuk uji fitokimia, reagen CeSO_4 5%, plat KLT silika gel 60 GF₂₅₄, dan silika gel 60-70 mesh.

Prosedur Kerja

Preparasi Sampel Kulit Batang Durian merah (*D. dulcis* Becc.)

Sampel kulit batang durian dibersihkan dari jamur dan lumut, dipotong-potong dan dikeringkan dalam ruangan. Sampel yang telah bersih kemudian diserbukkan di *Workshop of Wood* Fakultas Pertanian Universitas Tanjungpura Pontianak.

Maserasi dan Partisi

Sampel serbuk halus kulit batang durian sebanyak 1,9 kg di maserasi dengan pelarut metanol selama 3x24 jam pada suhu kamar. Filtrat dikumpulkan dan diuapkan pelarutnya menggunakan *rotary evaporator* sehingga diperoleh 70 g maserat metanol.

Maserat metanol dipartisi bertingkat menggunakan pelarut dengan tingkat kepolaran yang berbeda, yaitu menggunakan pelarut *n*-heksana dan diklorometana (DCM). Fraksi diklorometana yang diperoleh selanjutnya dipekatkan menggunakan *rotary evaporator* sehingga diperoleh 26 g fraksi diklorometana.

Uji fitokimia

Uji fitokimia dilakukan untuk golongan fenolik dan triterpenoid. Uji golongan fenolik dilakukan dengan menambahkan FeCl_3 5% (dalam metanol redestilasi) ke dalam fraksi diklorometana sehingga dihasilkan warna spesifik kuning. Uji golongan triterpenoid dilakukan dengan menambahkan pereaksi Liebermann-Burchard sehingga dihasilkan warna spesifik merah kecoklatan.

Pemisahan dan Pemurnian Senyawa

Fraksi diklorometana (26,071 g) difraksinasi dengan KVC. Sebelumnya fraksi di kromatografi lapis tipis (KLT) menggunakan eluen *n*-heksana : diklorometana (8:2), (6:4), (4:6), (2:8), diklorometana 100% yang menunjukkan terjadinya pemisahan sampel.

Sampel dielus dengan kromatografi kolom gravitasi (volume total 300 mL) dengan kombinasi pelarut bergradien menggunakan eluen *n*-heksana : diklorometana (8:2), (6:4), (4:6), (2:8), diklorometana 100% sehingga diperoleh 12 fraksi gabungan (F₁-F₁₂). Fraksi F₉ dipilih untuk dilakukan pemurnian lanjutan dengan kromatografi kolom tipis (KLT).

Fraksi F₉ (0,0320 g) difraksinasi dengan kromatografi lapis tipis preparatif (KLTP) kembali sehingga di peroleh fraksi F₉M₁₆ yang dilanjutkan ke tahap pemurnian.

Fraksi F₉M₁₆ adalah fraksi yang berbentuk amorf berwarna putih dengan pola pemisahan yang hampir murni. Fraksi F₉M₁₆ didekantasi dengan DCM 100%. Uji kemurnian dilakukan dengan KLT tiga jenis pelarut yaitu menggunakan kombinasi eluen *n*-heksana : diklorometana (2:8), *n*-heksana : etil asetat (4:6) dan etil asetat : diklorometana (1:9). Diperoleh pola pemisahan yang menunjukkan kemurnian yang cukup tinggi.

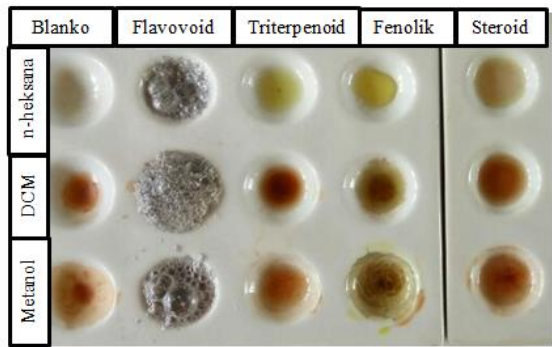
HASIL DAN PEMBAHASAN

Penentuan Golongan Senyawa

Uji golongan steroid menunjukkan negatif pada fraksi *n*-heksana, diklorometana, metanol durian merah (*D. dulcis* Becc.). Hal ini berdasarkan reaksi Liebermann-Buchard yang menyatakan bila suatu steroid direaksikan dengan asam asetat anhidrat dan setetes asam sulfat pekat akan menghasilkan warna hijau atau biru (Robinson, 1995). uji fitokimia terhadap senyawa flavonoid dilakukan dengan mereaksikan sedikit fraksi diklorometana dengan beberapa tetes HCL pekat dan logam Mg dan reaksi positif adanya senyawa golongan flavonoid ditunjukkan adanya perubahan warna menjadi hijau, kuning, jingga, merah (Harbone, 1987). Intensitas warna yang pekat menandakan banyaknya kuantitas golongan senyawa. Oleh

karena itu maka dapat diprediksi bahwa senyawa triterpenoid lebih banyak terdistribusi dalam fraksi diklorometana dibandingkan dengan senyawa golongan triterpenoid dan flavonoid.

Identifikasi golongan senyawa fenolik dilakukan dengan mereaksikan sedikit fraksi diklorometana dengan reagen FeCl₃ 5%. Reaksi positif adanya senyawa golongan fenolik ditunjukkan pada perubahan warna menjadi hijau, merah, biru, ungu atau hitam (Harbone, 1987). Identifikasi triterpenoid menggunakan uji Liebermann-Burchard memberikan perubahan warna merah pekat. Terjadinya perubahan warna dikarenakan adanya proses oksidasi pada golongan senyawa triterpenoid melalui pembentukan ikatan rangkap terkonjugasi yang menyatakan adanya cincin coklat pada fraksi (Siadi, 2012).

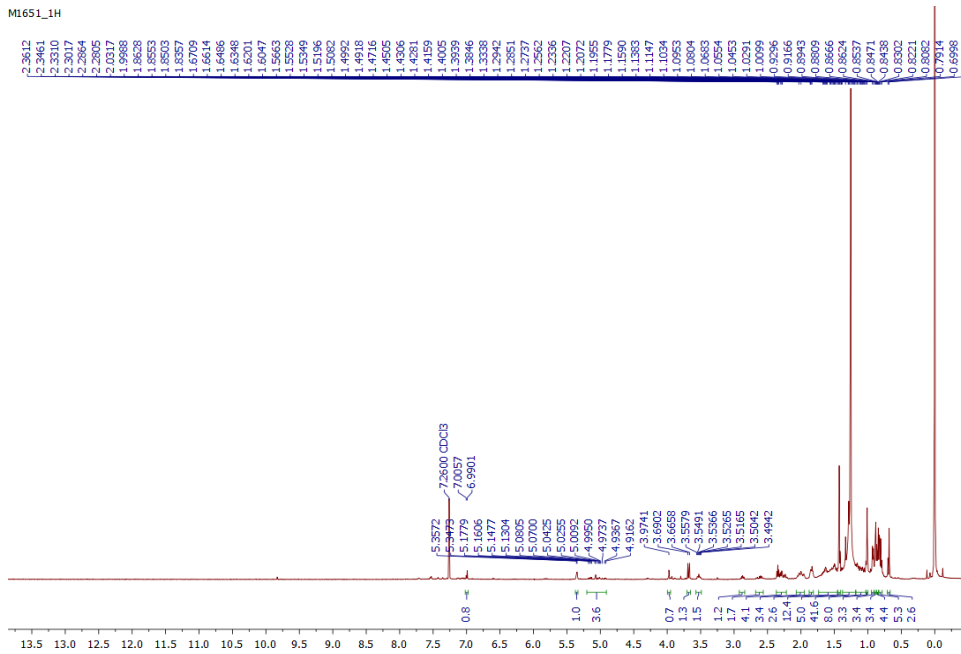


Gambar 1. Hasil uji fitokimia fraksi metanol, n-heksana, dan diklorometana

Hasil uji fitokimia juga menunjukkan intensitas warna yang lebih pekat pada golongan triterpenoid dan steroid dibandingkan golongan fenolik. Sedangkan untuk kandungan kimia golongan flavonoid negatif. Hal tersebut menandakan kuantitas senyawa golongan triterpenoid lebih besar dibandingkan senyawa golongan fenolik. Hal ini sesuai dengan penelitian yang telah dilakukan terhadap beberapa spesies tumbuhan durian yang berhasil mengisolasi senyawa triterpenoid (Rudiyansyah and Garson, 2006; Rudiyansyah *et al*, 2010).

Karakterisasi Struktur Senyawa

Senyawa metabolit sekunder dari isolat F₉M₁₆ dianalisis menggunakan spektrometer resonansi magnetik inti proton (¹H-NMR). Berikut spektrum dan Perbandingan data ¹H-NMR senyawa asam maslinat dan isolat F₉M₁₆ ditunjukkan pada Gambar 2 dan Tabel 1.



Gambar 2. Spektrum ¹H-NMR isolat F₉M₁₆

Tabel 1. Perbandingan data $^1\text{H-NMR}$ senyawa dari Isolat F_9M_{16} dengan senyawa asam maslinat (*Huang *et al*, 2009)

H	asam maslinat	Isolat F_9M_{16}	Gugus Terkait
	δ_{H} (ppm)*	δ_{H} (ppm)	
1	1,30; 2,23	2,30	CH
2	4,07	3,67	OH/
3	3,36	3,52	OH/
4	-	-	-
5	1,02	1,02	CH
6	1,41; 1,53	1,41	CH
7	1,32; 1,52	1,33	CH
8	-	-	-
9	1,82	1,86	CH
10	-	-	-
11	2,05; 2,05	2,01	CH
12	5,45	5,35	CH
13	-	-	-
14	-	-	-
15	1,22	1,22	CH
16	1,98	1,97	CH
17	-	-	-
18	3,27	3,53	CH
19	1,30; 1,80	1,86	CH
20	-	-	-
21	1,20; 1,45	1,20	CH
22	1,82; 2,04	2,01	CH
23	1,25 (s)	1,23 (s)	CH
24	1,06 (s)	1,06 (d)	CH
25	0,96 (s)	0,92 (s)	CH
26	0,95 (s)	0,88 (d)	CH
27	1,24 (s)	1,26 (s)	CH
28	-	-	-
29	0,92 (s)	0,86 (s)	CH
30	0,98 (s)	0,92 (d)	CH

Gambar 2 menunjukkan sinyal-sinyal yang terbagi menjadi 2 kelompok. Kelompok pertama merupakan sinyal-sinyal proton pada gugus karbon yang mengikat oksigen dan ditunjukkan dengan adanya puncak pada geseran kimia 3,4-4,5 ppm. Kelompok kedua menunjukkan adanya sinyal-sinyal proton yang terikat pada gugus alifatik (C-H) disepanjang geseran kimia 0,5-2,5 ppm. Adanya sinyal-sinyal proton gugus alifatik (C-H) menunjukkan bahwa senyawa tersebut merupakan ciri golongan senyawa triterpenoid. Dugaan bahwa isolat F_9M_{16} merupakan senyawa golongan triterpenoid juga diperkuat oleh hasil uji fitokimia yang menunjukkan reaksi positif pada golongan senyawa triterpenoid.

Data $^1\text{H-NMR}$ tersebut menunjukkan bahwa isolat F_9M_{16} merupakan senyawa alifatik. Hasil analisis data $^1\text{H-NMR}$ isolat F_9M_{16} pada tabel 1 menunjukkan sinyal karakteristik untuk senyawa triterpenoid. Karakteristik khas pola sinyal $^1\text{H-NMR}$ untuk senyawa triterpenoid terlihat dari sinyal-sinyal yang berhimpit pada daerah geseran kimia (δ_{H}) di bawah 2 ppm untuk proton

alifatik (CH₃, CH₂, dan CH) yang merupakan proton siklik dari kerangka dasar triterpenoid yang tidak terpisah dengan baik (Muharni dan Elfita, 2011).

Karakterisasi isolat F₉M₁₆ dari kulit batang durian merah (*D. dulcis* Becc.) dilakukan dengan melihat senyawa triterpenoid yang telah ditemukan pada jenis durian lainnya. Prediksi senyawa pada isolat F₉M₁₆ merupakan senyawa triterpenoid dengan integrasi pada setiap puncak geseran kimia berupa 3H. Hal ini menunjukkan ciri khas dari senyawa yang memiliki beberapa gugus metil. Senyawa triterpenoid durian merah diindikasikan oleh lima sinyal metil tersier daerah δ_H (ppm) 0,86-1,68 (Hossain *et al*, 2013 dan Ali *et al*, 2015).

Menurut Huang *et al* (2009), prediksi geseran kimia untuk senyawa triterpenoid golongan asam maslinat yaitu pada δ_H (ppm) 0,92-5,45. Menurut Juliani, (2016) pada δ_H (ppm) 0,95 dan 3,26 merupakan senyawa *maslinic acid*. Menurut Mann *et al*, 2012, pada geseran kimia (δ_H) 0,92 ppm menunjukkan gugus metil. Dari data tersebut diperoleh simpulan bahwa senyawa utama pada isolat kulit batang durian merah (*D. dulcis* Becc.) adalah senyawa triterpenoid yang mempunyai beberapa kemiripan dengan kelompok senyawa asam maslinat (*maslinic acid*).

SIMPULAN

Isolasi senyawa triterpenoid dari fraksi diklorometana durian merah (*D. dulcis* Becc.) menghasilkan isolat F₉M₁₆ sebanyak 6 mg, amorf, berwarna putih. Berdasarkan perbandingan pergeseran kimia proton dengan spektrum senyawa asam maslinat diprediksi bahwa isolat F₉M₁₆ merupakan golongan triterpenoid yang mirip dengan senyawa asam maslinat.

UCAPAN TERIMA KASIH

Terima kasih disampaikan kepada staf Laboratorium Kimia Institut Teknologi Bandung yang membantu pengukuran ¹H-NMR serta staf Herbarium Bogoriense Pusat Penelitian Biologi LIPI Cibinong yang telah mengidentifikasi sampel tumbuhan yang digunakan dalam penelitian ini.

DAFTAR PUSTAKA

- Deny, Rudiyanasyah, dan Ardinarsih, P., 2013, Isolasi Dan Karakterisasi Senyawa Triterpenoid dari Fraksi Kloroform Kulit Batang Durian Kura (*D. Testudinarum* Becc.), *J. Kimia Khatulistiwa*, 2:7-12.
- Ali, Asif.; Mohammed Ali.; and Mohd S. Alam., 2005, Two new Oleanane Triterpene Glicosides from the Bark of Terminalia arjuna, *Z. Naturforsch* 61b, 1282-1286
- Harbone, J.B., 1987, Metode Fitokimia: Penuntun Cara Modern Manganalisis Tumbuhan, ITB, Bandung.
- Hossain, M.A., A.S.R Khulood, H.M. Zawan, M.W. Afaf, A.R.Qasim, Study of total phenol, flavonoids contents and phytochemical screening of various leaves crude extracts of locally grown *Thymus vulgaris*, *Asian Pac J Trop Biomed*, 3 (9), pp.705-710
- Huang, Y., Asia, H. A, Isaev, M. I., 2009, Isoprenoid of *Euphorbia soraria*, *J. Chemistry of Natural Compounds*, 45 (6):921-924.
- Juliani, 2016, Identifikasi Senyawa Inhibitor α-Glukosidase dan Antioksidan dari Kumis Kucing (*Orthosiphon stamineus* Benth) dengan Pendekatan Metabolomik Berbasis FTIR dan NMR, IPB, Bogor (Tesis).
- Muharni dan Elfita, 2011, Triterpenoid β-Amirin dari kulit batang *Garcinia bancana* Miq, *Penelitian Sains*, 14:30-32.
- Nurliani, A., 2007, Penelusuran Potensi Antifertilitas Kulit Kayu Durian (*Durio Zibethinus* Murr) Melalui Skrining Fitokimia, *Sains dan Terapan Kimia*, 1:53– 58.
- Robinson, T., 1995, Kandungan Organik Tumbuhan Tinggi, (Penterjemah: Prof. Dr. Kosasih Padmawinata), Edisi keenam, Institut Teknologi Bandung, Bandung.
- Rudiyanasyah and Garson, M.J., 2006, Secondary Metabolites from the Wood Bark of Durio ziberthinus and Durio kutejensis, *J. Nat. Prod.*, 69:1218-1221
- Rudiyanasyah and Garson, M.J., 2010, Lignans and Triterpenoids from the Bark of *D. carinatus* Mast. and *D. oxleyanus* Griff., *J. Nat. Prod.*, 73: 1649-1654
- Rudiyanasyah; Panthong; Kanda. and Garson, M.J., 2015, Chemistry and Pharmacognosy of the Genus *Durio.*, *Nat. Prod. Communications*, 10:1853-1860.

- Siadi, K., 2012, Ekstrak Bungkil Biji Jarak Pagar (*Jatropha curcas*) sebagai Biopestisida yang Efektif dengan Penambahan Larutan BaCl, *Jurnal Mipa*, (2): 77-83.
- Uji, T., 2007, Keanekaragaman Jenis Buah-Buahan Asli Indonesia dan Potensinya, *Biodiversitas*,8:157-165.