Jurnal Kimia Andalas, ISSN 0853-8018
Volume 4, Nomor 1, Tahun 1998 (28-32)

ISOLASI DAN KARAKTERISASI 3,4,5-TRI-n - PROPIL - SEK. - PENTIL – BENZOAT DARI DAUN ASAM JAWA (*Tamarindus indica*)

Norman Ferdinal, Sanusi Ibrahim, Djaswir Darwis, Hazli Nurdin

Laboratorium Kimia Organik Sintesis, Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas, Padang, 25163

(Diterima 27 November 1997, diperbaiki 3 Desember 1997, diterima 20 Desember 1997)

INTI SARI

Telah diisolasi senyawa turunan ester dari ekstrak metanol tumbuhan *Tamarindus indica*. Senyawa ini berupa minyak berwarna kuning, yang diperoleh dari fraksi etil asetat. Pemurnian senyawa ini diperoleh dengan kromatografi kolom. Berdasarkan analisis data UV, IR, RMI ^{1}H, ^{13}C, DEPT 90 DAN DEPT 135, diduga kuat senyawa ini adalah 3,4,5-tri-n-propil-sek.-pentil-benzoat.

ABSTRACT

An ester derivative has been isolated from the methanolic extract of *Tamarindus indica*. The compound was yellow oil obtained from ethylacetat fraction. Purification of this compound was performed by column chromatography. Based on analysis of data compiled from UV, IR, ^{1}H, ^{13}C and DEPT NMR spectroscopies, the compound was strongly assumed to be 3,4,5 tri-n-propil-sec.-pentil-benzoate.

PENDAHULUAN

Ester adalah salah satu kelas senyawa organik yang sangat berguna, dapat diubah menjadi asam karboksilat, poliester, ester berlainan dan alkohol. Ester dari asam dan alkohol yang berbobot molekul rendah berbau enak. Senyawa ini mudah menguap dan berasal dari buah-buahan dan bunga-bungaan, yang mencirikan rasa dan baunya[1-2].

Salah satu tumbuhan yang mengandung ester adalah tumbuhan asam jawa (*Tamarindus indica*). Tumbuhan ini mempunyai aktifitas biologis sebagai anti jamur, anti bakteri, anti nematoda, anti malaria dan anti oksidan. Dari penelitian Gessler dan kawan-kawan, fraksi etil asetat ini mempunyai khasiat sebagai anti malaria[3-5].

Pada tulisan ini akan dikemukakan suatu kerja untuk memisahkan dan mengidentifikasi senyawa ester dari tumbuhan *Tamarindus indica*. Metoda isolasi yang digunakan adalah maserasi terhadap daun asam jawa kering. Pemurnian dilakukan dengan kromatografi kolom dengan menggunakan n-heksana dan etil asetat sebagai pengelusi. Karakterisasi dilakukan dengan spektroskopi ultra violet, infra merah dan resonansi magnit inti.

BAHAN DAN ALAT YANG DIGUNAKAN

Bahan yang digunakan adalah daun asam jawa kering, n-heksana (tekhnis), etil asetat (tekhnis), metanol (tekhnis), Amoniak pekat (Merck), silika gel (70-230 mm, BDH), plat kromatologi lapisan tipis (Merck). Peralatan yang digunakan adalah rotavapor, lampu ultra violet, spektrofotometer ultra violet, infra merah dan resonansi magnit inti.

METODA PENELITIAN

Metoda penyarian dilakukan dengan maserasi 2 kg daun kering asam jawa yang telah dihaluskan dalam metanol selama 5 hari. Ekstrak metanol dipekatkan dengan rotavapor, kemudian difraksinasi dengan menggunakan dua pelarut yang tak bercampur antara metanol / air dengan n- heksana, yang kedua dengan etil asetat. Dari pengerjaan ini didapat 3 fraksi, yaitu fraksi heksana 29,53 gram, fraksi etil asetat 34,53 gram dan fraksi metanol 98,46 gram.

Masing-masing fraksi dimonitor dengan kromatografi lapisan tipis, pereaksi NH_4OH dan lampu ultra violet. Fraksi n-heksana kebanyakan berwarna merah dari klorofil, fraksi etil asetat ada 3 noda biru dan 1 noda berwarna kuning dan fraksi metanol ada satu noda coklat memanjang dan 2 noda kuning yang salah satunya positif dengan tes sianidin.

Dari pemeriksaan diatas, dilakukan kromatografi kolom terhadap fraksi etil asetat dengan eluen n-heksana - etil asetat dengan sistim elusi kepolarannya dinaikkan. Dari rekolom gabungan fraksi ke 2 (B) dengan elusi menggunakan n-heksana didapat minyak berwarna kuning seberat 16 mg.

Identifikasi struktur dilakukan dengan spektroskopi ultra violet, infra merah, resonansi magnit inti ^{1}H, ^{13}C, Distorsionless Enhancement by Polarization Transfer (DEPT) 135 (125 MHz) dan 90 (125 MHz).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari hasil isolasi tumbuhan ini diperoleh minyak berwarna kuning dengan berat 16 mg, pengungkapan noda dengan kromatografi lapisan tipis berwarna biru dan setelah diberi amonium hidroksida berwarna biru terang.

Pengujian dilakukan dengan kromatografi lapisan tipis menggunakan absorben silika gel F 254 memberikan satu noda dengan eluen heksana, Rf 0,14; kloroform, Rf 0.56 dan heksana-etil asetat (3:7), Rf 0,67. Pengungkapan noda dilakukan dengan sinar ultra violet dan amonium hidroksida atau uap iodium.

Data spektrum ultra violet senyawa ini menunjukkan adanya serapan maksimum pada panjang gelombang 208,3, 238,4 dan 275,3 nm.

Data spektrum infra merah memperlihatkan puncak-puncak pada 2922, 1733, 1467, 1384, 1291, 1125, 1076, 741 cm^{-1}.

Spektrum ^{1}H resonansi magnetik inti memberikan pergeseran kimia pada 7,68 (1H, d, j = 3,3 Hertz) ; 7,49 (1H, d, j = 3,3 Hertz), 4,20 (1H, m) ; 1,69 (2 H, m) ;1,24 (17 H, m) ; dan 0,85 ppm (12 H, m).

Spektrum ^{13}C resonansi magnetik inti memberikan pergeseran kimia pada 167,62 ; 132,39 ; 130,76 ; 128,70 ; 114,50 ; 68,04 ; 38,63; 30,31 ; 29,67 ; 29,32 ; 28,88 ; 23,69 ; 23,24 ; 22,93 ; 22,65 ; 19,58 ; 14,06 ; 13,98 ; 10,90 ppm.

Data spektrum ultra violet menunjukkan bahwa senyawa ini mengandung inti benzen. Hal ini disebabkan adanya serapan pada 275 ; 238 dan 208 nm, karena serapan benzen terjadi pada 255, 200 dan 185 nm. Terjadinya pergeseran ke panjang gelombang yang lebih besar dibanding dengan panjang gelombang benzen, disebabkan adanya gugus penarik elektron (gugus ester) dan gugus penolak elektron (gugus propil) yang terletak pada posisi para.

Data spektrum infra merah pada puncak 1733 dan 1291 cm^{-1} menunjukan adanya puncak karbonil ester. Puncak 3000-2800 dan 1125 serta 1076 cm^{-1} menunjukkan adanya hidrokarbon jenuh. Hal ini diperkuat lagi dengan adanya puncak 1384 cm^{-1} dari tekuk C-H, CH_3 dan puncak 1467 cm^{-1} dari tekuk C-H, CH_2. Puncak pada 1467 cm^{-1} merupakan puncak berhimpitan antara tekuk C-H, CH_2 dan regang C=C cincin aromatis, yang diikuti adanya lentur C-H keluar bidang dari cincin aromatis pada 741 cm^{-1}.

Spektrum Resonansi Magnetik Inti ^{1}H memperlihatkan perbandingan H = 1 : 1: 1 : 2 : 17 : 12, yang menunjukan CH, CH, CH, CH_2, $CH_3 + (CH_2)_7 + (CH_3)_4$. Pergeseran kimia pada 7,68 dan 7,49 ppm dengan

integrasi masing-masing 1 dan adanya konstanta kopling 3,3 Hertz, merupakan penjodohan jarak jauh dan ini menunjukan adanya benzen yang tersubstitusi dengan 2 atom H dengan kedudukan atom H dibatasi 4 ikatan. Adanya pergeseran kimia pada 4,2 ppm menunjukan O-CH dari ester.

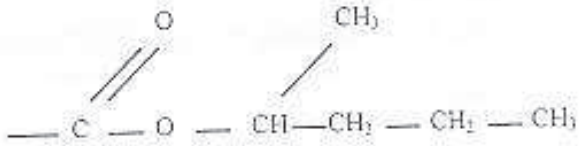
Spektrum resonansi magnetik inti ^{13}C memperlihatkan adanya 14 buah C pada pergeseran kimia antara 0 - 100 ppm, sedangkan pada pergeseran kimia dari 100 ppm - 180 ppm terlihat adanya 5 buah puncak. Puncak yang terdapat pada δ 167,619 adalah puncak dari C=O ester, dan puncak pada δ 130,766 ppm dan 128,705 ppm adalah puncak dari 2 buah C-H cincin benzen. Karena yang muncul hanya 2 puncak C kwartemer (132,39 dan 114,50 ppm), berarti 3 C kwartemernya ekvivalen dan 1 C kwarternernya adalah gugus ester. Dari data karbon 13 ini jelas jelas didapatkan jumlah atom C = 14 C ÷ 1 C (C=O) + 2C (CH benzen) + 3C kwarterner ekvivalen + 1 C kwarterner untuk gugus ester = 21 buah C.

Spektrum resonansi magnetik inti DEPT 90 menunjukan adanya 2 buah C-H dari cincin aromatis pada δ 130,766 ppm, δ 128,705 ppm, dan 1 C-H alifatis pada δ 38,629 ppm.

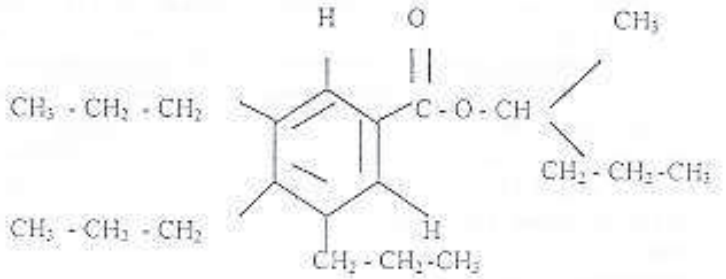
Spektrum resenansi magnetik inti DEPT 135 menunjukkan adanya 5 buah CH_3 yang puncaknya ke atas, yaitu pada δ 10,9033 ppm, δ 13,9813 ppm, δ 14,0576 ppm, δ 19,5795 ppm, dan δ 23,2387 ppm, dan 8 buah CH_2 yang puncaknya ke bawah, yaitu pada δ 22,6541 ppm, δ 22,9359 ppm, δ 25,6974 ppm, δ 28,8803 ppm, δ 29,3239 ppm, δ 29,667 ppm, δ 30,3146 ppm, dan δ 68,042 ppm.

Dari spektrum resonansi magnit inti dan spektrum infra merah diatas didapatkan jumlah atom oksigen 2 buah, atom C 21 buah yang berupa 5 CH_3 + 8 CH_2 + 3 CH + 1 C=O +4 C kwartener dan 34 buah H. Dari uraian diatas dapat dirangkum bahwa rumus molekul dari senyawa tersebut adalah $C_{21}H_{34}O_2$.

Harga konstanta kopling H cincin benzen adalah 3,31 Herzt, yang berarti H terletak pada posisi 1-3. Karena 3 buah C kwartener pada cincin benzen ekvivalen pada resonansi magnit inti ^{13}C, maka 3 C ini letaknya berdekatan, pada 3 C yang kosong dengan gugus alkil yang melekat padanya ekivalen pula, yaitu CH_2-CH_2-CH_3. Sisanya 1 C kwartener, diantara H dengan H adalah gugus ester. Perbandingan H pada spektrum resonansi magnit ^1H menunjukkan adanya 1 CH_2 dan 1CH_3 yang tidak ekivalen, maka dari sisa untuk gugus ester (2 CH_3, 2 CH_2, 1CH dan 1O-C=O), struktur yang mungkin untuk gugus ester tersebut adalah :



Dari analisa di atas, dapat disimpulkan bahwa struktur senyawa yang didapat adalah 3,4,5-tri-n-propil-sekunder-pentil-benzoat.



KESIMPULAN

3,4,5-tri-n-propil-sekunder-pentil-benzoat telah dapat diisolasi dari daun jawa (*Tamarindus indica*) secara maserasi dan pemurniannya dengan kromatografi kolom. Karakterisasinya dapat dilakukan dengan spektroskopi ultra violet, infra merah dan resonansi magnit inti.

DAFTAR PUSTAKA

1. Fessenden dan Fessenden, *Kimia Organik*, Edisi Ketiga, Penerbit Erlangga, Jakarta, 1990, hal 123.
2. Wilbraham, C.W. dan Malta, M.S. *Pengantar Kimia Organik Dan Hayati*, Penerbit ITB, Bandung, 1992, hal 148.
3. George, M., K.M. Pandalai. Investigations on plant antibiotic part IV. Further search for antibiotic substances in Indian medicinal plants. *Indian J. Med. Res.* 1949. 37: 169-181.
4. Gessler, M.C., M.H.H. Nkunyak, L.B. Mwasumbi, M. Heinrich, and M. Tanner. Screening Tanzanian medicinal plants for antimalarial activity. *Acta Tropika*. 1994. 56.1 : 65-77.
5. Singh, K.H., R.K Pathak. Effect of leaves extracts of some higher plants on spore germination of usti-lago maydes *And Unuda. Fitoterapia*. 1984. 55.5 : 318-320.
6. Tsuda, T., M. Watanabe, K. Oshima, A. Yamamoto, S. Kawakishi, and T. Osawa. Antioxidative components isolated from the seed of tamarind (*Tamarindus indica* L.). *J. Agric. Food Chem.* 1994. 42: 2671-2674.