Jurnal Kimia Andalas, ISSN 0853-8018
Volume 4, Nomor 1, Tahun 1998 (42-46)

ISOLASI BIS-(2-ETILHEKSIL)FTALAT DARI TUMBUHAN LITSEA ELLIPTICA

Afrizal

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

(Diterima 25 Oktober 1997, diperbaiki 25 November 1997, disetujui 24 Desember 1997)

INTI SARI

Senyawa bis-(2-etilheksil)ftalat telah diisolasi dari kulit akar tumbuhan *Litsea elliptica*. Isolasi dilakukan dengan metode maserasi dengan pelarut berturut-turut n-heksana, dan etanol. Kemudian dilakukan pemisahan komponen-komponen ekstrak etanol dengan metode fraksinasi dan preparatif kromatografi lapisan tipis, sehingga didapatkan senyawa murni berupa minyak berwarna kuning. Selanjutnya penentuan struktur dilakukan metode spektroskopi.

ABSTRACT

Bis-(2-ethylhexyl)phtalate had been isolated from the *Litsea elliptica* by maceration method using n-hexane and ethanol, respectively. The component of ethanol extract were separated by fractionation and preparative thin layer chromatography. The characterisation of structure was determined by spectroscopic method.

PENDAHULUAN

Tumbuhan mengandung bermacam-macam senyawa organik baik senyawa metabolit primer ataupun senyawa metabolit sekunder, dan masing-masingnya mempunyai aktifitas tertentu, baik terhadap manusia ataupun terhadap hewan. Tumbuhan *Litsea elliptica* merupakan salah satu famili

Lauraceae. Tumbuhan ini tersebar di daerah tropis seperti Asia, Australia dan Melanesia. Tumbuhan famili ini banyak digunakan di dalam pengobatan trasidisional.[1-3] Menurut Gottlieb[4] pada umumnya senyawa kimia yang ditemukan pada genus Litsea adalah alkaloid dan terpenoid disamping senyawa kimia lainnya seperti arilpropanoid dan senyawa nitro. Senyawa alkaloid ini banyak yang mempunyai efek fisiologis maupun farmakologis. Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi senyawa kimia dari tumbuhan *Litsea elliptica*.

BAHAN DAN ALAT YANG DIGUNAKAN

Bahan yang digunakan adalah kulit akar *Litsea elliptica*, n-heksana, metanol, etanol, benzena, dietileter, amonium hidroksida, magnesium sulfat anhidrat, natrium hidroksida, asam sitrat, plat aluminium silikagel F_{254}, dan silikagel GF_{254}. Pelarut untuk ekstraksi berkualitas teknis, sedangkan untuk analisis berkualitas pro analisis.

Peralatan yang digunakan adalah perkolator, rotarievaporator, kromatografi lapisan tipis, spektrometer UV (Shimadzu model UV-210 A), spektrometer inframerah (Shimadzu model IR-430), spektrometer massa (Hewlet Packard 5879), spektrometer ^{1}H-NMR (Brucher AM 300), dan spektrometer ^{13}C-NMR (Jeol GSK 400).

METODE PENELITIAN

Dua kg kulit akar *Litsea elliptica* yang telah dikeringkan direndam dengan n-heksana selama kurang lebih 24 jam pada suhu kamar. Filtrat dipisahkan dari kulit akarnya. Perendaman dilakukan beberapa kali, dan residu kulit akar dikeringkan pada udara terbuka. Setelah kering dimaserasi dengan etanol. Maserasi dilakukan beberapa kali dengan waktu masing-masing maserasi kurang lebih 24 jam. Setelah filtrat dipisahkan, diuapkan etanolnya sehingga diperoleh cairan kental berwarna coklat dengan berat 88 g. Cairan kental ini ditambah asam sitrat 3 % sampai larutan mencapai pH 3 - 4, dan kemudian disaring. Penambahan asam sitrat dan penyaringan dilakukan beberapa kali. Kepada filtrat ditambahkan 150 mL eter dan dibasakan dengan amonium hidroksida hingga pH 8 - 9. Lapisan eter dipisahkan dari lapisan basa. Kemudian lapisan eter dicuci dengan air hingga netral, dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, dan kemudian diuapkan eternya dengan rotary evaporator, didapatkan residu seberat 4,08 g. Terhadap residu ditambah 100 mL eter dan setetes demi setetes natrium hidroksida 3 % sambil dikocok dan kemudian lapisan basanya dipisahkan. Lapisan eter dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, eternya diuapkan dan didapatkan suatu cairan

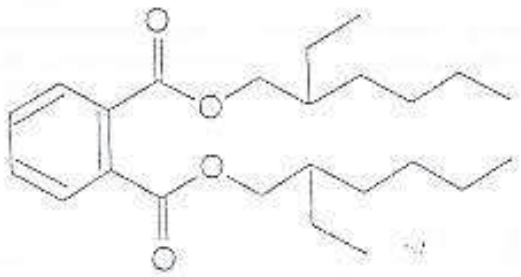
kental berwarna coklat seberat 2,07 g. Cairan kental ini dipisahkan komponen-komponennya dengan metode preparatif kromatografi lapisan tipis dengan eluen n-heksana : benzena = 1 : 1. Komponen pada plat dimonitor dengan lampu ultraviolet, komponen tersebut dikerok dan dilarutkan dengan metanol. Larutan metanol dikeringkan dengan magnesium sulfat anhidrat, metanolnya diuapkan dan diperoleh suatu senyawa berupa minyak berwarna kuning seberat 400 mg. Kemudian terhadap senyawa ini dilakukan analisis spektroskopi.

HASIL DAN DISKUSI

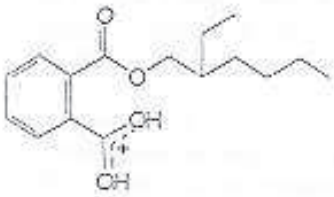
Dari percobaan yang dilakukan diperoleh suatu senyawa berwujud cair seperti minyak dengan berat 410 mg dan harga Rf 0,82 ($CHCl_3$), 0,57 ($CHCl_3$: n-heksana = 2 : 3) dan 0,22 (n-heksana : benzena = 1 : 1)

Hasil analisis spektroskopi ultraviolet memberikan spektrum dengan 2 puncak serapan pada λ_{maks} 240.8 dan 274,9 nm, yang menyatakan adanya sistim kromofor seperti benzoil. Spektrum inframerah memberikan serapan pada frekuensi 3070 cm^{-1} yang merupakan regang C-H dari C=C-H atau Ar-H yang diperkuat oleh adanya serapan pada frekuensi 1675 - 1500 cm^{-1} (regang C=C aromatis) dan 1000 - 650 cm^{-1} (lentur C=C-H atau Ar-H). Adanya serapan pada frekuensi 2970 - 2850 cm^{-1} menunjukkan regang C-H dari CH_3 atau $-CH_2-$. Regang C-H dari CH_3 atau $-CH_2-$ ini didukung dengan adanya serapan pada frekuensi 1475 - 1300 cm^{-1} (lentur C-H). Spektrum tidak memberikan regang C-H dari aldehida, karena tidak ada serapan pada frekuensi 2720 cm^{-1}. Serapan pada frekuensi 1715 cm^{-1} adalah merupakan regang C=O dari ester tak lingkar. Hal ini didukung oleh serapan pada frekuensi 1300 - 1000 cm^{-1} (regang C-O dari suatu ester). [1,5]. Hasil analisis spektroskopi resonansi magnit inti proton menunjukkan 6 kelompok proton dengan perbandingan 6 : 6 : 13 : 1 : 7 : 5 yang berarti mempunyai 38 proton. Harga pergeseran kimianya adalah pada δ 7,71 dan 7,54 ppm merupakan resonansi proton aromatik, δ 4,22 ppm merupakan resonansi proton dari $-CH_2O$ dan δ 1,68; 1,38; 0,91 ppm yaitu resonansi proton metil dari sistim $-CH_2-CH_3$. Harga δ 1,68 ppm tersebut menunjukkan suatu kelompok proton yang mempunyai 5 proton tetangga yang setara dan ini diperkirakan proton dari $-CH_2-CH_2-CH_3$. Harga δ 1,38 ppm menunjukkan lebih dari satu kelompok proton metil yang mempunyai lebih dari satu proton tetangga yang mempunyai harga pergeseran kimia yang hampir sama. Harga δ 0,91 ppm merupakan satu kelompok proton yang mempunyai 3 proton tetangga, dimana satu proton tetangga itu terikat pada atom C tersier dan dua lainnya terikat pada atom C sekunder. Sistim proton tersebut adalah $-CH-CH_2-CH_2$.

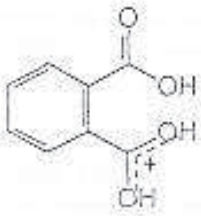
Spektrum resonansi magnit inti C-13 menunjukkan 12 kelompok atom karbon tak setara, dan dari jumlah tersebut terdapat 5 kelompok atom karbon sekunder tak setara. Harga pergeseran kimianya adalah pada δ 167,77 ppm merupakan resonansi atom karbon dari C(O)-O, δ 132,440; 130,689; 128,794 ppm merupakan resonansi atom karbon tersier (-C=C-H), δ 66,153; 30,343; 28,914; 23,737; 22,966 ppm adalah resonansi dari atom karbon sekunder ($-CH_2-$), δ 14,053; 10,959 ppm adalah resonansi dari atom karbon primer ($-CH_3$) dan δ 38,718 ppm adalah resonansi atom karbon kuarterner (=C-). Berdasarkan data spektrum resonansi magnit inti C-13 ini diketahui bahwa perbandingan C(O)-O : C-H (=C-H) : $-CH_2-$: $-CH_3$ = 1 : 3 : 5 : 2 : 1. Dari data ini menunjukkan bahwa perbandingan C : H : O = 12 : 19 : 2. Dari spektrum ^{1}H- NMR senyawa ini mepunyai 38 proton, maka dengan demikian senyawa ini mempunyai rumus molekul $C_{24}H_{38}O_4$. Berdasarkan data di atas senyawa ini adalah bis-(2-etilheksil)ftalat dengan struktur sebagai berikut :



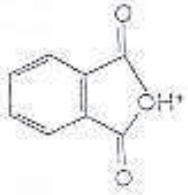
Hal ini didukung oleh spektrum massanya yang mempunyai ion fragmen pada m/z 279. Menurut Tou[5] spektrum massa dari bis-(2-etilheksil)ftalat tidak memberikan puncak ion molekul. Ion fragmen pada m/z itu disebabkan oleh terfragmentasinya salah satu rantai samping $-CH_2-CH(C_2H_5)-(CH_2)-CH_3$ yang diikuti oleh perpindahan atom hidrogen. Ion fragmen lainnya adalah pada m/z 167 yang menunjukkan fragmentasi gugus alkil kedua $-CH_2-CH(C_2H_5)-(CH_2)_3-CH_3$ yang diikuti oleh perpindahan atom hidrogen. Ion fragmen pada 149 (100 %) merupakan bentuk anhidrida ftalat yang terprotonasi. Ion-ion fragmen tersebut dapat digambarkan sebagai berikut :



m/z 279



m/z 167



m/z 149

Ion fragmen lainnya adalah :

CH_3-$(CH_2)_3$-$CH(C_2H_5)$-CH_2^+ m/z 113 $C_5H_{11}^+$ m/z 71 $C_2H_5^+$ m/z 57

Senyawa yang ditemukan ini sejenis dengan senyawa yang telah ditemukan oleh Manandhar[6], yakni senyawa bis-(2-n-propilpentil)ftalat yang ditemukan pada tumbuhan *Cryptocarya amygdalina*, juga merupakan salah satu famili Lauraceae.

DAFTAR PUSTAKA

1. Heyne, K., *Tumbuhan Berguna Indonesia*, Cetakan ke I, Yayasan Sarana Warna Jaya, Jilid II, Jakarta, 1987, hal.795 - 831.
2. Kostermans, A.J.G.H., Commun. Forest. Res. Inst. Indonesia,. No. 57, *Reinwardtia*, 4, 1957, 193 - 256.
3. Kostermans, A.J.G.H., *Reinwardtia*, 8, 1970, 92 - 93.
4. Gottlieb, O.R., Review Article Chemosystematics of The Lauraceae, *Phytochemistry*, 11, 1537 – 1570 (1972).
5. Manandhar, M.D. , A. Shoeb, R.S. Kapil, S.P. Popli, *Indian J. Chem., Chemical Abstract*, vol. 92, 169113z (1980).
6. Tou, J.C. (1970), *Analyt. Chem.*, 42, 1381.