BAB IV
HASIL DAN PEMBAHASAN

4.1. Hasil

4.1.1. Uji fitokimia daun *Nypa fruticans*

Pada uji fitokimia terhadap daun *Nypa fruticans* memberikan hasil yang positif terhadap fenolik, fitosterol, dan flavonoid. Uji fenolik ditandai dengan adanya endapan biru pekat setelah penambahan $FeCl_3$, uji fitosterol ditandai dengan adanya warna hijau keunguan pada plat tetes setelah penambahan asam asetat anhidrat dan H_2SO_4 pekat (Liebermann-Burchard), sedangkan untuk uji flavonoid ditandai dengan terbentuknya larutan warna merah setelah penambahan HCl pekat dan logam Mg.

4.1.2. Isolasi daun *Nypa fruticans*

Sebanyak 1.401 gram daun *Nypa fruticans* kering yang telah dihaluskan dimaserasi dengan pelarut n-heksana, hingga diperoleh ekstrak total n-heksana sebanyak 43,53 gram, ekstrak total yang diperoleh berwarna hijau tua. Residu hasil maserasi ini dikeringanginkan dan dimaserasi lagi dengan menggunakan pelarut etilasetat sehingga diperoleh ekstrak total etilasetat berwarna hijau kehitaman sebanyak 33,69 gram. Selanjutnya residu tersebut kembali dikering-anginkan dan dimaserasi dengan pelarut metanol sehingga diperoleh ekstrak total metanol berwarna cokelat kehitaman sebanyak 74,15 gram. Maserasi ini dilakukan secara berulang-ulang sampai maserat tidak berwarna lagi.

4.1.3. Pengujian ekstrak total dengan plat KLT

Masing-masing dari ekstrak total (n-heksana, etilasetat, dan metanol) dilakukan pemeriksaan dengan menggunakan kromatografi lapis tipis. Hal ini dilakukan untuk mengetahui jumlah komponen yang dikandung oleh masing-masing ekstrak dan juga untuk mencari eluen yang sesuai pada uji kromatografi lapis tipis terhadap hasil pemisahan dengan kromatografi cepat (*flash chromatography).* Hasil uji KLT dapat dilihat pada Tabel 2 dan kromatogramnya pada Lampiran 4 dan 5

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Tabel 2. Hasil uji KLT masing-masing ekstrak total

No	Fraksi	Harga Rf		
		n-heksana	Etilasetat	Metanol
1	n-heksana 100%	0,30	-	-
2	n-heksana : Etilasetat (8:2)	0,12 ; 0,26 ; 0,86	0,14 ; 0,24 ; 0,38	-
3	n-heksana : Etilasetat (6:4)	0,70 ; 0,84	0,44 ; 0,50 ; 0,62 ; 0,70	-
4	n-heksana: Etilasetat (4:6)	0,12 ; 0,56 ; 0,78	0,12 ; 0,70 ; 0,82	0,08
5	n-heksana : Etilasetat (2:8)	0,22 ; 0,64 ; 0,66	0,28 ; 0,64 ; 0,82	0,10
6	Etilasetat 100%	0,58 ; 0,80	0,24 ; 0,54	0,10
7	Etilasetat : Metanol (9:1)	0,50 ; 0,76	0,50 ; 0,64 ; 0,80	0,18
8	Etilasetat : Metanol (8:2)	0,40 ; 0,64	0,44 ; 0,56 ; 0,74 ; 0,86	0,38
9	Etilasetat : Metanol (7:3)	0,46 ; 0,80	0,66 ; 0,80 ; 0,88	0,24 ; 0,46 ; 0,60
10	Etilasetat : Metanol (6:4)	0,46 ; 0,66	0,64 ; 0,84	0,32 ; 0,50
11	Etilasetat : Metanol (5:5)	0,60 ; 0,76	0,70 ; 0,86	0,30 ; 0,64

4.1.4. Pemisahan dengan kromatografi vakum cair (VLC)

Pemisahan dengan kromatografi vakum cair menggunakan 5 gram ekstrak total n-heksana. Pengelusian dilakukan dengan berbagai eluen yang memiliki kepolaran yang meningkat dari n-heksana 100%, perbandingan n-heksana-etilasetat, sampai perbandingan etilasetat-metanol (5:5). Dari hasil pemisahan dengan kromatografi vacum cair diperoleh 11 fraksi. Pelarut yang ada diuapkan dengan *rotary evaporator* dan selanjutnya dilakukan uji KLT untuk mengetahui jumlah komponen dari masing-masing fraksi. Dengan cara yang sama juga dilakukan untuk ekstrak etilasetat dan metanol. Sehingga secara keseluruhan diperoleh sebanyak 33 fraksi.

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Tabel 3. Jumlah ekstrak yang diperoleh masing-masing fraksi

Fraksi	Jumlah ekstrak yang diperoleh (g)		
	n-heksana	Etilasetat	Metanol
1	0,18	0,06	0,04
2	0,62	0,12	0,04
3	0,44	0,22	0,04
4	0,18	0,20	0,03
5	0,07	0,30	0,03
6	0,04	0,44	0,06
7	0,06	0,31	0,06
8	0,30	0,46	0,28
9	0,24	0,39	0,59
10	0,22	0,07	1,22
11	0,13	0,05	0,31

4.1.5. Pengujian hasil kromatografi vacum cair dengan KLT

Fraksi dari masing-masing ekstrak diuji KLT dengan eluen yang berbeda-beda, fraksi dari ekstrak n-heksana diuji dangan menggunakan eluen n-heksana: etilasetat (1:1), fraksi dari ekstrak etilasetat diuji dengan menggunakan eluen n-heksana : etilasetat (1:1), sedangkan fraksi dari ekstrak metanol diuji dangan menggunakan eluen etilasetat 100%. Hasil uji KLT ini dapat dilihat pada Tabel 4 dan kromatogramnya pada Lampiran 6.

Tabel 4. Hasil uji KLT masing-masing fraksi

Fraksi	Harga Rf		
	Ekstrak n-heksana	Ekstrak Etilasetat	Ekstrak Metanol
	n-heksana:Etilasetat (1:1)	Etilasetat 100%	Etilasetat 100%
1	-	0,82	-
2	0,67	0,80	-
3	0,62	0,80	0,64
4	0,48 ; 0,63 ; 0,71 ; 0,80	0,40 ; 0,78	0,58
5	0,25 ; 0,50 ; 0,63 ; 0,69 0,75 ; 0,83	0,42 ; 0,78	0,44 ; 0,52 ; 0,62
6	0,50 ; 0,63 ; 0,75	0,28 ; 0,40 ; 0,76	0,14 ; 0,24 ; 0,32
7	0,48 ; 0,65 ; 0,75	0,28 ; 0,42 ; 0,78	0,20 ; 0,40 ; 0,60
8	0,10	0,40	0,14 ; 0,38 ; 0,58
9	-	-	0,12
10	-	-	-
11	-	-	-

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

4.1.6. Pemisahan dengan kromatografi cepat *(flash chromatography)*

Sebelum dilakukan pemisahan lebih lanjut dengan kromatografi cepat *(flash chromatography)* maka masing-masing fraksi dilakukan uji KLT (Tabel 4, Lampiran 6) dan uji antibakteri dengan menggunakan bakteri *Vibrio sp*, dari hasil uji antibaktri diperoleh beberapa fraksi yang aktif terhadap bakteri *Vibrio* sp yaitu fraksi 3 dari ekstrak n-heksana, fraksi 5, fraksi 6, dan fraksi 7 dari ekstrak etilasetat (Fitria, 2007). Berdasarkan data ini proses pemisahan dengan kromatografi cepat dilakukan.

4.1.7. Pengujian hasil kromatografi cepat dengan KLT

Sebanyak 0,23 g padatan dari fraksi ke 5 ekstrak etilasetat dilakukan pemisahan dengan kromatografi cepat dengan fase diam silika gel 60 (0,040-0,063 mesh) dan fase gerak n-heksana, etilasetat, metanol dengan sistem SGP atau "Step Gradient Polarity" yaitu dengan menggunakan pelarut yang kepolarannya ditingkatkan secara perlahan-lahan sehingga didapatkan pemisahan yang baik. Sebelum sampel dimasukkan ke dalam kolom kromatografi cepat, sampel terlebih dahulu dipreabsorbsi agar silika gel menyerap senyawa yang ada di dalam sampel secara merata sehingga proses pemisahan lebih baik.

Hasil pemisahan fraksi ke 5 ekstrak etilasetat dengan kromatografi cepat diperoleh 98 vial dan dilakukan uji KLT dengan eluen etilasetat : metanol (9:1), hasil uji KLT dapat dilihat pada Tabel 5 dan Lampiran 7. Dari hasil KLT ini diperoleh beberapa fraksi memiliki Rf yang sama sekitar 0,77 sehingga dilakukan fraksi gabungan, yaitu mulai vial 20-50. Hasil uji KLT fraksi gabungan ini berupa padatan hijau dan di KLT menghasilkan 2 noda dengan Rf 0,57 dan 0,69 dapat dilihat pada Lampiran 7. Fraksi gabungan ini tidak dapat dilakukan pemisahan lebih lanjut untuk memperoleh senyawa murni, karena jumlah sampel yang dihasilkan dari fraksi gabungan ini sangat sedikit, yaitu sekitar 0,04 gram. Sehingga untuk fraksi ke 5 dari ekstrak etilasetat tidak memperoleh senyawa murni.

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Tabel 5. Hasil uji KLT kromatografi cepat fraksi 5 ekstrak etilasetat

No Vial	Harga Rf	Keterangan	Bentuk
5	-	Noda tidak ada	-
15	0,82	1 noda	Minyak hijau muda
25	0,79	1 noda	Minyak hijau
35	0,77	1 noda	Minyak hijau
45	0,75	1 noda	Padatan hijau
55	0,65	1 noda	Minyak hijau
65	0,57	1 noda	Padatan cokelat
75	0,35 ; 0,43	2 noda	Padatan cokelat
85	-	Noda tidak ada	-
95	-	Noda tidak ada	-

Sebanyak 0,44 g padatan dari fraksi ke 6 ekstrak etilasetat dilakukan pemisahan dengan kromatografi cepat, sebelum sampel dimasukkan kedalam kolom kromatografi cepat terlebih dahulu sampel dipreadsorpsi agar proses pemisahan menjadi lebih baik, lalu dielusi secara bergradien dengan pelarut yang memiliki tingkat kepolaran berbeda, mulai dari n-heksan 100%, perbandingan n-heksan : etilasetat, sampai perbandingan etilasetat : metanol (1:1). Dari hasil pemisahan dengan kromatografi cepat diperoleh 58 vial. Hasil pemisahan ini diuji dengan plat KLT dengan eluen etilasetat : metanol (9:1). Dari 58 vial diambil interval 6 sehingga didapat 10 perwakilan untuk diuji yaitu no, vial 3, 9, 13, 21, 27, 33, 40, 46, 52, dan 58. Hasil KLT dapat dilihat pada Tabel 6 dan Lampiran 8. Pada fraksi ke 6 ekstrak etilasetat ini tidak dilakukan fraksi gabungan, karena jumlah masing-masing sampel pada tiap-tiap vial sangat sedikit sekali sehingga sulit untuk mendapatkan senyawa murninya.

Tabel 6. Hasil KLT fraksi 6 ekstrak etilasetat

No Vial	Harga Rf	Keterangan	Bentuk
3	0,62	1 noda	Minyak hijau muda
9	0,40	1 noda	Minyak hijau
13	0,40 ; 0,52	2 noda	Padatan hijau
21	0,40 ; 0,24	2 noda	Padatan hijau
27	0,12 ; 0,40	2 noda	Padatan cokelat
33	0,10 ; 0,40	2 noda	Minyak hijau
40	0,40	1 noda	Padatan cokelat
46	0,40	1 noda	Padatan cokelat
52	-	-	Padatan cokelat
59	-	-	Padatan cokelat

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Sebanyak 0,44 gram fraksi ke 3 dari ekstrak n-heksana dilakukan pemisahan dengan kromatografi cepat, sebelum sampel dimasukkan kedalam kolom kromatografi cepat terlebih dahulu sampel dipreadsorpsi agar proses pemisahan menjadi lebih baik, lalu dielusi secara bergradien dengan pelarut yang memiliki tingkat kepolaran meningkat, mulai dari n-heksan 100%, perbandingan n-heksan : etilasetat, sampai perbandingan etilasetat : metanol (1:1). Dari hasil pemisahan dengan kromatografi cepat ini diperoleh sebanyak 55 vial, pada vial no 4 terdapat amorf berwarna kuning dan diuji KLT dengan eluen n-heksana :etilasetat (6:4) menghasilan 2 noda, seperti pada Lampiran 9. Amorf berwarna kuning ini dilakukan rekristalisasi sehingga menghasilkan padatan berwarna putih, padatan putih ini dilakukan uji KLT terhadap berbagai eluen dan menghasilkan satu noda seperti pada Lampiran 11. Titik leleh dari kristal ini berkisar 58-60 ^{o}C. Dari hasil uji ini diasumsikan kristal tersebut sudah murni, dan diberi nama Nf 1.

Sebanyak 0,31 g fraksi ke 7 dari ekstrak etilasetat dilakukan pemisahan dengan kromatografi cepat. Sebelum dilakukan pengelusian terlebih dahulu sampel dipreadsorpsi agar terjadinya pemisahan yang merata, kemudian sampel dimasukkan ke dalam kolom dan dielusi secara bergradien dengan berbagai eluen yang kepolarannya meningkat, dimulai dari n-heksana 100%, perbandingan n-heksana-etilasetat, sampai perbandingan etilasetat : metanol (1:1). Dari hasil pemisahan dengan kromatografi cepat diperoleh 63 vial. Hasil pemisahan ini diuji menggunakan plat KLT dengan eluen n-heksana : etilasetat (4:6). Dari 63 vial diambil interval 6 sehingga diperoleh 10 perwakilan untuk diuji, yaitu vial no. 6, 12, 18, 24, 30, 36, 42, 48, 54, dan 60. Hasil KLT dapat dilihat pada Tabel 7 dan Lampiran 10. Sehingga pada fraksi ke 7 ekstrak etilasetat tidak memperoleh senyawa murni.

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Tabel 7. Hasil KLT fraksi 7 ekstrak etilasetat

No Vial	Harga Rf	Keterangan	Bentuk
6	0,84 ; 0,70	2 noda	Minyak hijau
12	-	-	Minyak hijau
18	-	-	Minyak cokelat
24	-	-	Minyak cokelat
30	0,70	1 noda	Padatan hijau
36	0,24 ; 0,32	2 noda	Padatan hijau
42	0,24 ; 0,32	2 noda	Padatan cokelat
48	0,12 ; 0,24 ; 0,32	3 noda	Padatan cokelat
54	0,12 ; 0,24	2 noda	Padatan cokelat
60	0,12	1 noda	Padatan cokelat

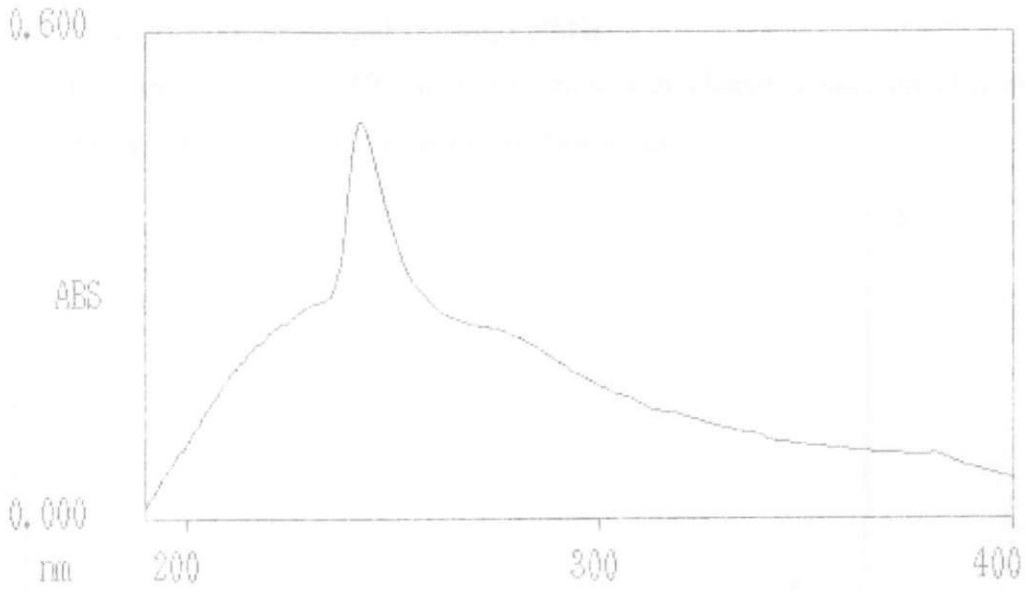
4.1.8. Penentuan titik leleh

Kristal yang diperoleh dari fraksi ke 3 ekstrak n-heksana dilakukan uji titik leleh menggunakan alat Fisher-Johns. Ini dilakukan untuk meyakinkan bahwa kristal yang diperoleh benar-benar sudah murni. Senyawa yang diperoleh berwarna putih dan meleleh pada temperatur 58-60 ^{o}C. Senyawa ini dianggap murni karena telah menghasilkan satu noda tunggal terhadap berbagai sistem eluen dan range pelelehan $\leq$ 2. Hasil uji senyawa Nf 1 dengan plat KLT menghasilkan Rf 0,4 pada eluen n-heksana : kloroform (6:4) dan Rf 0,7 pada eluen kloroform 100%, kromatogramnya pada Lampiran 11.

4.1.9. Hasil karakterisasi spektroskopi ultraviolet (UV)

Spektroskopi UV ini digunakan untuk melihat ada tidaknya ikatan rangkap yang terkonjugasi yang dikandung oleh sampel. Spektroskopi UV senyawa Nf 1 memperlihatkan adanya serapan maksimum pada 242,5 nm, serapan ini berasal dari pelarut, seperti gambar di bawah ini

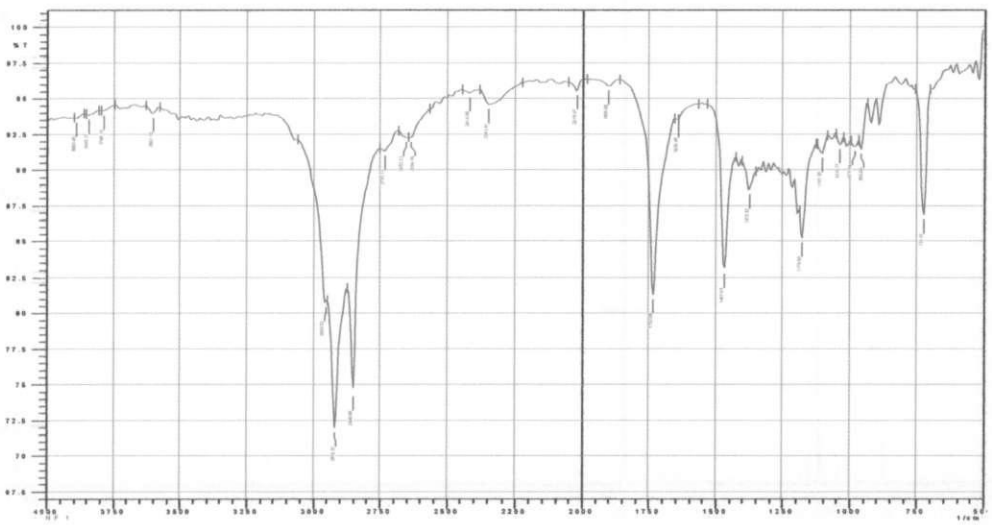
Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/



Gambar 2. Spektrum UV senyawa Nf 1

4.1.10. Hasil karakterisasi spektroskopi inframerah (IR)

Spektroskopi IR ini digunakan untuk melihat vibrasi ikatan dan gugus fungsi yang dikandung oleh sampel. Spektroskopi IR senyawa Nf 1 memperlihatkan adanya pita serapan pada bilangan gelombang 3601 cm^{-1}, bilangan gelombang 2916 cm^{-1} dan 2848 cm^{-1}, bilangan gelombang 1468 cm^{-1}, bilangan gelombang 1373 cm^{-1}, bilangan gelombang 1101 cm^{-1} dan bilangan gelombang 723 cm^{-1}, seperti gambar di bawah ini.

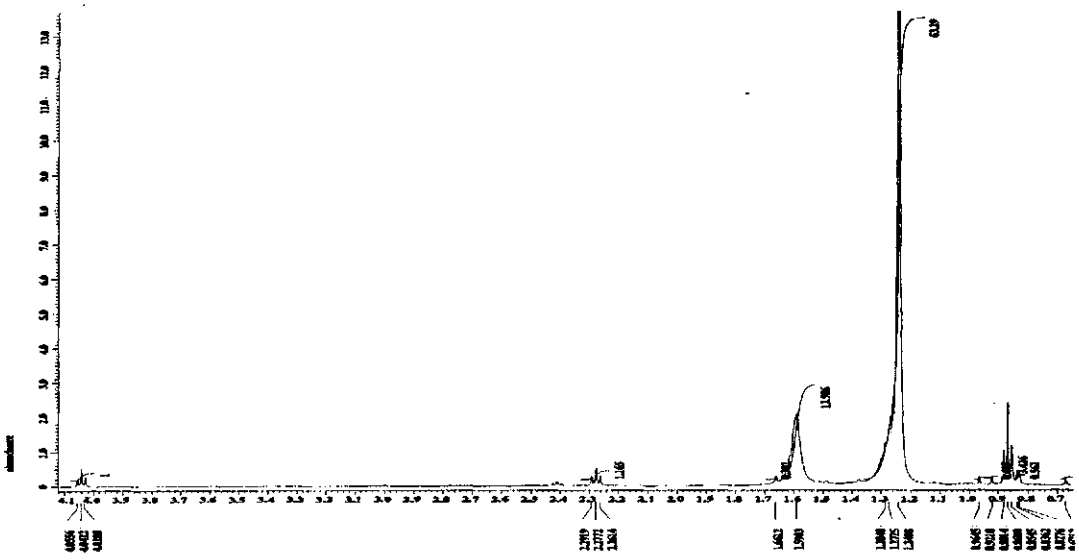


Gambar 3. Spektrum IR senyawa Nf 1

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

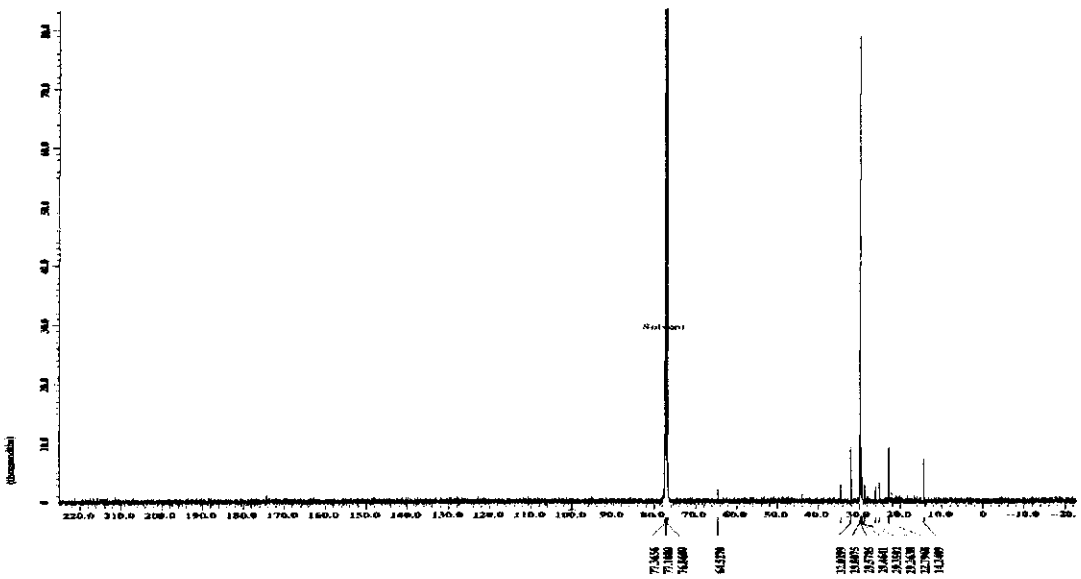
4.1.11. Hasil karakterisasi spektroskopi NMR

Dari spektrum ^{1}H-NMR dapat diinformasikan adanya sebuah sinyal metil, dan *over lapping signals,* seperti gambar di bawah ini



Gambar 4. Spektrum ^{1}H-NMR senyawa Nf 1

Dari spektrum ^{13}C-NMR dapat diinformasikan adanya 14 sinyal karbon dan 1 sinyal hidroksil yang terikat dengan pergeseran kimia 64,5 ppm, seperti gambar di bawah ini



Gambar 5. Spektrum ^{13}C-NMR senyawa Nf 1

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

4.2. Pembahasan

4.2.1. Isolasi senyawa kimia daun *Nypa fruticans*

Isolasi senyawa kimia dari daun *Nypa fruticans* dimulai dengan menghaluskan daun sampai berbentuk bubuk, ini bertujuan untuk memperbesar luas permukaan sampel agar kontak antara sampel dan pelarut semakin basar sehingga memperbesar kelarutan senyawa kimia yang ada pada sampel. Sebanyak 1.401 gram sampel kering daun *Nypa fruticans* yang telah dihaluskan dimaserasi dengan pelarut n-heksana, karena maserasi merupakan metoda isolasi yang cocok untuk bagian tumbuhan yang lunak seperti daun dan bunga. Maserasi ini dilakukan selama ± 24 jam secara berulang-ulang sampai maseratnya agak jernih, sebelum maserat disaring dilakukan ultrasonikasi selama ± 2x30 menit, ini bertujuan untuk memperbesar kelarutan senyawa kimia ke dalam pelarut. Karena gelombang ultrasonik yang dikeluarkan alat ini dapat menggetarkan sampel sehingga senyawa kimia yang ada di dalam sampel akan keluar dan larut dalam pelarut yang digunakan. Maserat yang diperoleh disaring dengan kapas, kemudian digabungkan dan pelarutnya diuapkan dengan alat *rotary evaporator*. Alat ini bekerja secara *in vacuo,* karena dalam keadaan vakum tekanan uap pelarut akan menjadi turun dan pelarut akan mendidih pada temperatur lebih rendah dari titik didihnya sehingga dapat mengurangi kerusakan senyawa termolabil yang ada dalam sampel. Ekstrak kental n-heksana yang diperoleh berwarna hijau tua sebanyak 43,53 gram. Residu hasil maserasi dikeringkan di udara terbuka, kemudian dilanjutkan maserasi dengan menggunakan pelarut etilasetat dan metanol, dengan perlakuan yang sama maka diperoleh ekstrak kental etilasetat berwarna hijau kehitaman sebanyak 33,69 gram dan ekstrak kental metanol berwarna coklat sebanyak 74,15 gram. Maserasi ini dilakukan berdasarkan perbedaan kelarutannya, senyawa yang nonpolar akan terdistribusi ke dalam pelarut yang nonpolar yaitu n-heksana, senyawa yang semipolar akan terdistribusi dalam pelarut yang semipolar yaitu etilasetat, sedangkan senyawa yang polar akan terdistribusi ke dalam pelarut polar yaitu metanol.

Sebelum dilakukan pemisahan dengan kromatografi vacum cair (VLC) terlebih dahulu dilakukan uji dengan KLT terhadap masing-masing ekstrak, ini bertujuan untuk menentukan eluen yang sesuai pada uji KLT terhadap hasil

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

pemisahan kromatografi cepat *(flash chromatography)* dan untuk melihat jumlah senyawa yang terdapat pada masing-masing ekstrak. Hasil uji KLT masing-masing ekstrak dapat dilihat pada Tabel 2 dan Lampiran 4 dan 5

Pemisahan pertama kali dilakukan dengan menggunakan kromatografi vacum cair (VLC), 5 gram ekstrak n-heksana dipreadsorpsi lalu dimasukkan kedalam kolom VLC untuk dielusi dengan berbagai eluen yang memiliki kepolaran meningkat dari n-heksana 100%, perbandingan n-heksana-etilasetat sampai etilasetat-metanol (1:1). Pemisahan yang sama juga dilakukan untuk ekstrak etilasetat dan metanol. Dari hasil pemisahan dengan kromatografi vacum cair ini masing-masing ekstrak memperoleh 11 fraksi sehingga jumlah keseluruhan adalah 33 fraksi

Sebelum dilakukan pemisahan lebih lanjut dengan kromatografi cepat *(flash chromatography)* maka masing-masing fraksi dilakukan uji KLT (Tabel 4, Lampiran 6) dan uji antibakteri dengan menggunakan bakteri *Vibrio sp*, dari hasil uji antibaktri diperoleh beberapa fraksi yang aktif terhadap bakteri *Vibrio* sp yaitu fraksi 3 dari ekstrak n-heksana, fraksi 5, fraksi 6, dan fraksi 7 dari ekstrak etilasetat (Fitria, 2007). Berdasarkan data ini proses pemisahan dengan kromatografi cepat dilakukan. Dari ke empat fraksi yang dilakukan pemisahan lebih lanjut dengan kromatografi cepat diperoleh senyawa Nf 1 pada fraksi 3 ekstrak- n-heksana. Senyawa ini berupa padatan berwarna putih dengan titik leleh sekitar 58-60 ^{o}C.

Analisis spektrum ultraviolet senyawa Nf 1 dalam pelarut kloroform memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 242,5 nm, serapan ini merupakan serapan dari pelarut yang digunakan sehingga senyawa Nf 1 tidak memiliki ikatan rangkap terkonjugasi.

Analisis spektrum inframerah pada senyawa Nf 1 memberikan informasi bahwa pita serapan pada bilangan gelombang 3601 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur O-H. Serapan pada bilangan gelombang 2916 cm^{-1} dan 2848 cm^{-1} menunjukkan adanya vibrasi ulur C-H alkana. Serapan pada panjang gelombang 1468 cm^{-1} memperlihatkan adanya vibrasi tekuk C-H dari $-CH_2-$. Serapan pada bilangan gelombang 1373 cm^{-1} memperlihatkan vibrasi tekuk C-H dari $-CH_3$. Serapan pada bilangan gelombang 1101 cm^{-1} menunjukkan vibrasi ulur C-O. Serapan pada

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

bilangan gelombang 723 cm^{-1} menunjukkan vibrasi tekuk pada senyawa rantai panjang alifatik ($\geq$ 4 gugus CH_2).

Analisis spektrum ^{1}H-NMR dalam $CDCl_3$ dengan frekuensi 500 MHz (gambar 3) memperlihatkan δ_H 0,88 ppm (t, J = 6,7 Hz, 3H), 1,27-1,28 ppm (m, 20H), 1,59-1,66 ppm (m, 2H), 2,28 (m, 2H), dan 4,04 ppm (t, J = 6,7 Hz, 2H), proton ini mengalami pengaruh *deshielding* sehingga memiliki pergeseran kimia yang lebih besar. *Deshielding* disebabkan oleh atom yang bersifat elektronegatif. Dari data IR diketahui adanya gugus OH. Jadi dapat dipastikan proton pada 4,04 ppm ini terikat pada karbon yang mengikat OH. Karena proton tersebut memiliki integrasi 2H maka dengan demikian OH adalah OH primer. Kenyataan ini dikuatkan pula dengan adanya satu gugus metil (0,88 ppm) yang merupakan ujung rantai yang lainnya.

Analisis spektrum ^{13}C-NMR (gambar 4) memperlihatkan keberadaan 14 atom karbon sesuai dengan jumlah atom karbon dari 1-tetradekanol. Adapun nilai pergeseran kimianya yaitu δ_C 14,2 ppm, 22,8 ppm, 25,1 ppm, 26,0 ppm, 28,7 ppm, 29,3 ppm, 29,4 ppm, 29,5 ppm, 29,6 ppm (*over lapping signals*), 29,8 ppm, 32,0 ppm, 34,5 ppm, dan 64,5 ppm. Pada pergeseran kimia 64,5 ppm menunjukkan karakteristik karbon ini terikat pada gugus hidroksil.

Untuk menentukan jenis atom karbon primer, sekunder, tersier, dan kuartener dapat dilihat dari spektrum DEPT 135 (Lampiran 12), karbon primer dan tersier memiliki puncak yang mengarah ke atas, karbon sekunder memiliki puncak yang mengarah ke bawah, sedangkan puncak karbon kwartener tidak muncul pada DEPT. Dari analisis DEPT senyawa Nf 1 memiliki satu karbon primer ($-CH_3$) yaitu pada C-14 (14,2) dan memiliki 13 atom sekunder ($-CH_2$).

Keterkaitan antara karbon dan proton dapat dilihat dari spektrum HMQC (Lampiran 13). Melalui spektrum ini dapat diamati senyawa Nf 1 tidak memiliki atom karbon kwartener dan atom karbon tersier. Tetapi memiliki 13 atom karbon sekunder yaitu C-4 (26,0 ppm), C-5 (28,7 ppm), C-6 (29,5 ppm), C-7 (29,6 ppm *over lapping signals* dengan C-9), C-8 (29,8 ppm), C-10 (29,4 ppm), C-11 (29,3 ppm), C-12 (32,0 ppm) dan C-13 (22,8 ppm) terikat pada proton yang sinyalnya berimpit yaitu sekitar δ_H 1,27-1,28 ppm, C-1 (64,5 ppm; δ_H 4,04 ppm),

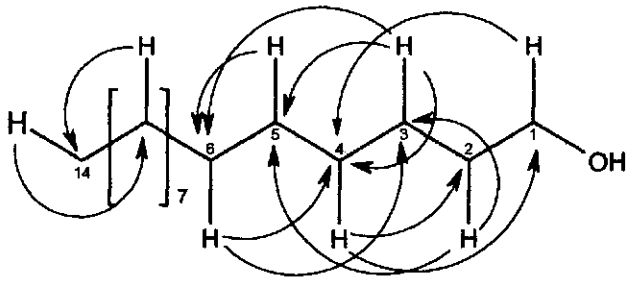
Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

C-2 (34,5 ppm; δ_H 2,28 ppm), C-3 (25,1 ppm; δ_H 1,59 ppm), Selanjutnya terdapat satu atom karbon primer yaitu C-14 (14,2 ppm; δ_H 0,88 ppm).

Tabel 8. Perbandingan data pergeseran kimia senyawa Nf 1 ^{1}H-NMR ($CDCl_3$, 125 MHz) dan ^{13}C-NMR ($CDCl_3$, 500 MHz) dengan ^{1}H-NMR ($CDCl_3$, 300 MHz) dan ^{13}C-NMR ($CDCl_3$, 75 MHz) senyawa 1-tetradekanol.

No	^{1}H-NMR Nf 1	^{1}H-NMR 1-tetradekanol (Chen *et al.*, 2006)	^{13}C-NMR Nf 1	^{13}C-NMR 1-tetradekanol (Chen *et al.*, 2006)
1	4,04 (*t*)	3,55 (*t*)	64, 5	62,8
2	2,28 (*m*)	1,78 (*m*)	34, 5	32,2
3	1,59 (*m*)	1,60 (*m*)	25, 1	25,6
4	1,28 (*m*)	1,29 (*m*)	26, 0	29,1
5	1,28 (*m*)	1,29 (*m*)	28, 7	29,3
6	1,27 (*m*)	1,26 (*m*)	29,5	29,6
7	1,27 (*m*)	1,26 (*m*)	29,6	29,6
8	1,27 (*m*)	1,26 (*m*)	29,8	29,6
9	1,27 (*m*)	1,26 (*m*)	29,6	29,6
10	1,27 (*m*)	1,26 (*m*)	29,4	29,6
11	1,27 (*m*)	1,26 (*m*)	29, 3	29,3
12	1,27 (*m*)	1,26 (*m*)	32, 0	31,8
13	1,27 (*m*)	1,26 (*m*)	22, 8	22,7
14	0,88 (*t*)	0,88 (*t*)	14, 2	14, 1

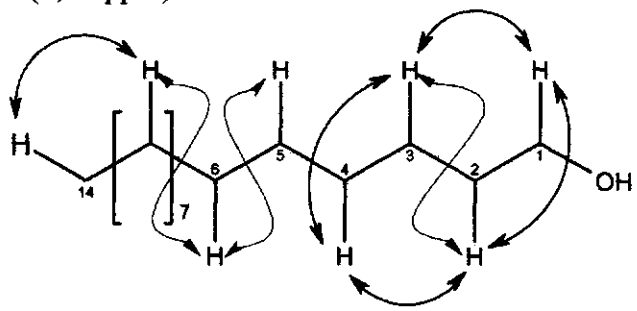
Spektrum HMBC (Lampiran 14) memperlihatkan hubungan proton dengan atom karbon tetangga dengan jarak maksimum 4 *J*. Dari sperktrum ini dapat dilihat korelasi antara H-1 (4,04) dengan C-4 (26, 0), korelasi antara H-2 (2,28) dengan C-3 (25, 1), dan C-5 (28, 7), korelasi antara H-3 (1,59) dengan C-4 (26, 0), C-5 (28, 7), dan C-6 (29,5), korelasi antara H-4 (1,28) sampai H-5 (1,28) dengan C-1 (64, 5), C-2 (34, 5), dan C-6 (29,5), korelasi antara H-6 (1,27) sampai H-13 (1,27) dengan C-3 (25, 1), C-4 (26, 0), dan C-14 (14, 2), korelasi antara H-14 (0,88) dengan C-13 (22, 8), dan C-12 (32, 0).



Gambar 6. Korelasi HMBC senyawa Nf 1

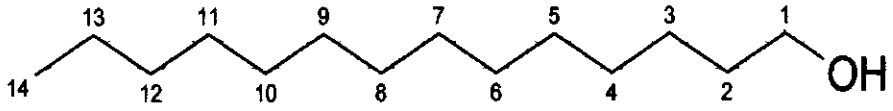
Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/

Korelasi proton dengan proton dapat dilihat dari spektrum COSY (Lampiran 15). Dari spektrum ini dapat diamati korelasi H-1 (4,04 ppm) dengan H-2 (2,28 ppm) dan H-3 (1,59 ppm), korelasi H-2 (2,28 ppm) dengan H-3 (1,59 ppm), korelasi H-4 (1,28 ppm) dan H-5 (1,28 ppm) dengan H-3 (1,59 ppm) dan H-6 (1,27 ppm), korelasi H-6 (1,27 ppm) sampai H-13 (1,27 ppm) dengan H-14 (0,88 ppm) dan H-3 (1,59 ppm).



Gambar 7. Korelasi COSY senyawa Nf 1

Dari data pergeseran kimia ^{1}H-NMR dan ^{13}C-NMR (Tabel 10), serta spektrum DEPT 135, HMQC, HMBC dan COSY, senyawa Nf 1 menyerupai 1-tetradekanol sehingga dapat diasumsikan bahwa senyawa Nf 1 adalah 1-tetradekanol.



Gambar 8. 1-tetradekanol

Pada tahun 1990 Hommel *et al.*, menggunakan senyawa 1-tetradekanol ini sebagai sumber utama karbon untuk substrat enzim. Pada tahun 2006 Kliementova *et al.*, menggunakan senyawa ini sebagai komponen utama untuk aktivitas transdermal permeasi.

Repository University Of Riau
PERPUSTAKAAN UNIVERSITAS RIAU
http://repository.unri.ac.id/