

**ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TURUNAN AMIDA
EKSTRAK ETIL ASETAT BUAH ANDALIMAN
(*Zanthoxylum acanthopodium* DC.)**

SKRIPSI

diajukan untuk memenuhi sebagian persyaratan memperoleh gelar Sarjana Sains
Program Studi Kimia



Oleh:

RISTVI HUMAIRO

1802355

**PROGRAM STUDI KIMIA
DEPARTEMEN PENDIDIKAN KIMIA
FAKULTAS PENDIDIKAN MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
UNIVERSITAS PENDIDIKAN INDONESIA
BANDUNG
2022**

**ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TURUNAN AMIDA
EKSTRAK ETIL ASETAT BUAH ANDALIMAN
(*Zanthoxylum acanthopodium* DC.)**

Oleh:

Ristvi Humairo

Sebuah skripsi yang diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Sains pada Fakultas Pendidikan Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam

© Ristvi Humairo 2022

Universitas Pendidikan Indonesia

Agustus 2022

Hak cipta dilindungi undang-undang

Skripsi ini tidak boleh diperbanyak seluruhnya atau sebagian, dengan dicetak ulang, difotokopi, atau cara lainnya tanpa izin dari penulis.

LEMBAR PENGESAHAN

**ISOLASI DAN KARAKTERISASI SENYAWA TURUNAN AMIDA
EKSTRAK ETIL ASETAT BUAH ANDALIMAN**

(Zanthoxylum acanthopodium DC.)

Disetujui dan disahkan oleh pembimbing:

Pembimbing I



Dr. Iqbal Musthapa, M.Si.

NIP. 197512232001121001

Pembimbing II



Vidia Afina Nuraini, M.Sc.

NIP. 199307052020122009

Mengetahui:

Ketua Departemen Pendidikan Kimia



Dr. Hendraywan, M.Si.

NIP. 196309111989011001

ABSTRAK

Andaliman (*Zanthoxylum acanthopodium* DC.) merupakan tanaman endemik yang tumbuh di Sumatera Utara. Buah andaliman biasa digunakan sebagai salah satu bumbu masakan tradisional khas suku Batak. Tanaman andaliman dilaporkan memiliki banyak aktivitas biologis. Beberapa penelitian melaporkan bahwa tanaman dari genus *Zanthoxylum* memiliki berbagai kandungan metabolit sekunder yang termasuk golongan flavonoid, lignan, kumarin, terpen, sterol, alkaloid, dan amida. Berdasarkan hal tersebut, penelitian ini bertujuan untuk menambah data kemotaksonomi tanaman *Zanthoxylum acanthopodium* DC. asal Sumatera Utara. Ekstrak etil asetat buah andaliman dipisahkan dan dimurnikan dengan metode Kromatografi Cair Vakum (KCV) dan Kromatografi Lapis Tipis Preparatif (KLTP) hingga diperoleh senyawa berupa padatan kental berwarna coklat berbau khas sebanyak 71 mg yang diidentifikasi dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT) dengan nilai *retardation factor* (RF) sebesar 0,65. Struktur senyawa murni ditentukan berdasarkan data spektroskopi proton *Nuclear Magnetic Resonance* (¹H-NMR). Berdasarkan data dari ¹H-NMR dan dengan metode membandingkan spektrum ¹H-NMR senyawa yang telah diketahui maka diperoleh struktur serta senyawa hasil isolasi ekstrak etil asetat buah andaliman yaitu senyawa ZP-amida F.

Kata kunci: *Zanthoxylum acanthopodium* DC., etil asetat, kromatografi lapis tipis preparatif, ZP-amida F.

ABSTRACT

Andaliman (*Zanthoxylum acanthopodium* DC.) is an endemic plant that grows in North Sumatra. Andaliman fruit is commonly used as a spice in traditional Batak cuisine. Andaliman plant is reported to have many biological activities. Several studies have reported that plants of the *Zanthoxylum* genus contain various secondary metabolites, including flavonoids, lignans, coumarins, terpenes, sterols, alkaloids, and amides. Based on this, this study aims to increase the chemotaxonomic data of *Zanthoxylum acanthopodium* DC. from North Sumatra. The ethyl acetate extract of andaliman fruit was separated and purified using Vacuum Liquid Chromatography (KCV) and Preparative Thin Layer Chromatography (TLC) to obtain a compound in the form of a thick brown solid with a characteristic odor of 71 mg which was identified by Thin Layer Chromatography (TLC) with a retardation factor value. (RF) of 0.65. The structure of the pure compound was determined based on the proton spectroscopic data of Nuclear Magnetic Resonance (1H-NMR). Based on data from 1H-NMR and by comparing the 1H-NMR spectrum of known compounds, the structure and compound isolated from the andaliman fruit ethyl acetate extract, namely the compound ZP-amide F.

Keywords: *Zanthoxylum acanthopodium* DC., ethyl acetate, preparative thin layer chromatography, ZP-amide F.

DAFTAR ISI

LEMBAR PENGESAHAN	ii
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	iv
KATA PENGANTAR	v
UCAPAN TERIMA KASIH	vi
DAFTAR PUSTAKA	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xi
BAB I	1
PENDAHULUAN	1
1.1 Latar Belakang	1
1.2 Rumusan Masalah.....	3
1.3 Tujuan Penelitian	3
1.4 Luaran yang Diharapkan.....	3
1.5 Manfaat Penelitian	3
1.6 Struktur Organisasi Skripsi	3
BAB II	5
TINJAUAN PUSTAKA	5
2.1 Tinjauan Botani Tanaman <i>Zanthoxylum acanthopodium</i> DC.	5
2.2 Kandungan Senyawa Metabolit Sekunder Genus <i>Zanthoxylum</i>	7
2.2.1 Senyawa Golongan Non Aromatik.....	7
2.2.2 Senyawa Golongan Aromatis	11
2.3 Ekstraksi.....	18
2.4 Metode Pemisahan dan Pemurnian	19
2.5 <i>Nuclear Magnetic Resonance</i> (NMR)	20

BAB III	22
METODOLOGI PENELITIAN	22
3.1 Waktu dan Lokasi Penelitian	22
3.2 Alat dan Bahan.....	22
3.3 Bagan Alir Prosedur Penelitian.....	23
3.4 Tahapan Penelitian.....	23
BAB IV	26
TEMUAN DAN PEMBAHASAN	26
4.1 Ekstraksi Senyawa	26
4.2 Pemisahan dan Pemurnian Senyawa.....	27
4.3 Uji Karakterisasi NMR	31
BAB V	34
KESIMPULAN DAN SARAN	34
5.1 Kesimpulan	34
5.2 Saran	34
DAFTAR PUSTAKA	35
LAMPIRAN	41
RIWAYAT PENULIS	42

DAFTAR GAMBAR

Gambar 2. 1 Pohon andaliman (<i>Zanthoxylum acanthopodium</i> DC.)	7
Gambar 2. 2 Buah andaliman (<i>Zanthoxylum acanthopodium</i> DC.)	7
Gambar 2. 3 Senyawa amida yang diisolasi dari genus <i>Zanthoxylum</i> (Patiño & Cuca, 2012)	9
Gambar 2. 4 Senyawa terpena yang diisolasi dari genus <i>Zanthoxylum</i> (Patiño & Cuca, 2012)	10
Gambar 2. 6 Senyawa lignan yang diisolasi dari genus <i>Zanthoxylum</i> (Patiño & Cuca, 2012)	12
Gambar 2. 7 Senyawa kumarin yang diisolasi dari genus <i>Zanthoxylum</i> (Patiño & Cuca, 2012)	13
Gambar 2. 8 3,5-diacetyltambuline (Patiño & Cuca, 2012)	14
Gambar 2. 9 Senyawa alkaloid isokuinolin yang diisolasi dari genus <i>Zanthoxylum</i> (Patiño & Cuca, 2012).....	17
Gambar 2. 10 Senyawa alkaloid kuinolin yang diisolasi dari genus <i>Zanthoxylum</i> (Patiño & Cuca, 2012)	18
Gambar 4. 1 Kromatogram KLT ekstrak etil asetat buah andaliman pada pelat silika GF ₂₅₄ yang dielusi dengan n-heksana:etil asetat dan diamati di bawah sinar UV λ 254 nm.	28
Gambar 4. 2 Kromatogram KLT fraksi A-E pada pelat silika GF ₂₅₄ yang dielusi dengan n-heksana:etil asetat dan diamati di bawah sinar UV λ 254 nm.	29
Gambar 4. 3 Kromatogram KLT fraksi E.1-E.3 pada pelat silika GF ₂₅₄ yang dielusi dengan n-heksana:etil asetat dan diamati di bawah sinar UV λ 254 nm. ...	29
Gambar 4. 5 Kromatogram KLT fraksi E.1.1.1-E.1.1.2 pada pelat silika GF ₂₅₄ yang dielusi dengan n-heksana:etil asetat dan diamati di bawah sinar UV λ 254 nm.	30
Gambar 4. 8 Spektrum ¹ H-NMR isolat	32
Gambar 4. 9 Struktur senyawa isolat ZP-amida F.....	34

DAFTAR TABEL

Tabel 4. 1 Spektrum $^1\text{H-NMR}$ isolat dalam CDCl_3 , 500 MHz	33
Tabel 4. 2 Spektrum $^1\text{H-NMR}$ senyawa pembanding dalam CD_3OD , 600 MHz dan senyawa hasil isolasi (isolat) dalam CDCl_3 , 500 MHz	34

DAFTAR PUSTAKA

- Adesina, S. K. (2005). The Nigerian *Zanthoxylum*: Chemical and Biological Values. *African Journal of Traditional, Complementary and Alternative medicines*, 2, 282-301. ISSN: 0189- 6016.
- Ahmad, A., Misra, L. N., & Gupta, M. M. (1993). Hydroxyalk-(4Z)-enoic acids and volatile components from the seeds of *Zanthoxylum armatum*. *Journal of Natural Products*, 56(4), 456-460.
- Asbur, Y., & Khairunnisyah, K. (2018). Pemanfatan andaliman (*Zanthoxylum acanthopodium* DC.) sebagai tanaman penghasil minyak atsiri. *Kultivasi*, 17(1), 537-543.
- Bastos, J. K., Albuquerque, S., Silva, M. L. A. (1999). Evaluation of the Tripanocidal Activity of lignans Isolated from the Leaves of *Zanthoxylum naranjillo*. *Planta Medica*, 65, 541- 544. ISSN: 0032-0943.
- Chaaib, K. F. (2004). Investigation Phytochimique d'une Brosse à Dents Africaine *Zanthoxylum zanthoxyloides* (Lam.) Zepernick et Timler (Syn. *Fagara zanthoxyloides* L.) (Rutaceae). Thèse de doctorat. Faculté des Sciences de l'Université de Lausanne. pp. 11-44.
- Chang, R. (2005). Kimia Dasar: Konsep-konsep inti edisi ketiga jilid 2.
- Chen, I.-S., Chen, T. L., Chang, Y.-L., Teng, C.-M., Lin, W.-Y. (1999). Chemical Constituents and Biological Activities of the Fruit of *Zanthoxylum integrifoliolum*. *Journal of Natural Products*, 62, 833 -837. ISSN: 0163-3864.
- Cordell, A. G. (1981). *Introduction to Alkaloids -A Biogenetic Approach*. John Wiley & Sons. ISBN: 0471034789, New York. pp. 509-517.
- Cuca, L. E., Martinez, J. C., Monache, F. D. (1998). Constituyentes Químicos de *Zanthoxylum monophyllum*. *Revista Colombiana de Química*, 27, 17-27. ISSN: 0120-2804.
- Dachriyanus, D. (2004). Analisis struktur senyawa organik secara spektroskopi. *LPTIK Universitas Andalas*.
- Datt, G., Chauhan, J. S., & Ballabha, R. (2017). Influence of pre-sowing treatments on seed germination of various accessions of Timroo (*Zanthoxylum armatum*

- DC.) in the Garhwal Himalaya. *Journal of applied research on medicinal and aromatic plants*, 7, 89-94.
- Fessenden, R. J., & Fessenden, S. (1994). *Organic chemistry*. Belmont, CA: Brooks.
- Global Biodiversity Information Facility: Biodiversity occurrence data, In: *GBIF Data Portal*. Diakses secara daring melalui: <http://data.gbif.org/species/> (23 Agustus 2022)
- Hakim, L. (2015). Rempah dan Herba Kebun-Pekarangan Rumah Masyarakat: Keragaman Sumber Fitofarmaka dan Wisata Kesehatan-Kebugaran. *Diandra Pustaka Indonesia*. Yogyakarta.
- Heliawati, L. (2018). Kimia organik bahan alam. *Bogor: Universitas Pakuan*.
- Hostettmann, K., Hostettmann, M., & Marston, A. (1986). Preparative chromatography techniques. *Applications in Natural Product Isolation*.
- Inggita, A. (2015). *Effects of form and storage temperature on antioxidant activity and sanshool content of dried andaliman (Zanthoxylum acanthopodium dc.)* (Doctoral dissertation, Universitas Pelita Harapan).
- Jo, Y. S, Huong, D. T. L., Bae, K., Lee, M. K., Kim, Y. H. (2002). "Monoamine Oxidase Inhibitory Coumarin from *Zanthoxylum schinifolium*". *Planta Medica*. 68, 84-85. ISSN: 0032-0943.
- Kemendiknas, (2021). Rempah-Rempah Khas Indonesia yang Banyak Diekspor. Diakses secara daring via <https://www.kemendiknas.go.id/hasil-pencarian/rempah-rempah-khas-indonesia-yang-banyak-diekspor> (23 Agustus 2022)
- Kessler, H., Gehrke, M., & Griesinger, C. (1988). Two-Dimensional NMR Spectroscopy: Background and Overview of the Experiments [New Analytical Methods (36)]. *Angewandte Chemie International Edition in English*, 27(4), 490-536.
- Krane, B. D., Fagbule, M. O., Shamma, M. (1984). The Benzophenanthridine Alkaloids. *Journal of Natural Products*, 47, 1-43. ISSN: 0163-3864.
- Kristanty, R. E., & Suriawati, J. (2015). *The Indonesian Zanthoxylum acanthopodium DC.: Chemical and biological values*. *International Journal of PharmTech Research*, 8(6), 313-321.

- Ling, K.-H., Wang, Y., Poon, W.-S., Shaw, P.-S., But, P. P.-H. (2009). The Relationship of *Fagaropsis* and *Luvunga* in Rutaceae. *Taiwania*, 54, 338-342. ISSN: 0372333X.
- Maiti, M., Kumar, G. S. (2009). Biophysical Aspects and Biological Implications of the Interaction of Benzophenanthridine Alkaloids with DNA. *Biophysical Reviews and Letters*, 1, 119-129. ISSN: 1793-0480.
- Martin, P., Wilson, I. D., & Jones, G. R. (2000). Optimisation of procedures for the extraction of structural analogues of propranolol with molecular imprinted polymers for sample preparation. *Journal of chromatography A*, 889(1-2), 143-147.
- Navarrete, A., Hong. E. (1996). Anthelmintic Properties of α -Sanshool from *Zanthoxylum liebmannianum*. *Planta Medica*, 62, 250-251. ISSN: 0032-0943.
- Negi, J. S., Bisht, V. K., Bhandari, A. K., Singh, P., & Sundriyal, R. C. (2011). Chemical constituents and biological activities of the genus *Zanthoxylum*: a review. *Afr. J. Pure Appl. Chem*, 5(12), 412-416.
- Nurdiani, D. (2018). Modul pengembangan keprofesian berkelanjutan berbasis kompetensi: buku informasi melaksanakan analisis secara kromatografi konvensional mengikuti prosedur.
- Parhusip, A. J. (2006). Kajian Mekanisme Antibakteri dari Ekstrak Andaliman (*Zanthoxylum acanthopodium* DC) terhadap Bakteri Patogen. *Desertasi Pascasarjana, Sekolah Pascasarjana, Institut Pertanian Bogor*.
- Patiño, O. J., Cuca, L. E. (2010). Isoquinoline Alkaloids of *Zanthoxylum quinduense* (Rutaceae). *Biochemical Systematic and Ecology*, 38, 853-856. ISSN: 0305-1978.
- Patiño, O. J., Cuca, L. E. (2011). Monophyllidin, a New Alkaloid L-Proline Derivative from *Zanthoxylum monophyllum* (Rutaceae). *Phytochemistry Letters*, 4, 22-25. ISSN: 1874- 3900.
- Patiño, O. J., Prieto, J. A., Lozano, J. M., Lesmes, L., Cuca, L. E. (2011). Propiedades antibacterianas *in vitro* de metabolitos secundarios aislados de dos especies del género *Zanthoxylum* (Rutaceae). *Revista Cubana de Farmacia*, 45 (3). In press. ISSN: 0034-7515.

- Patiño, L. O. J., Prieto, R. J. A., & Cuca, S. L. E. (2012). *Zanthoxylum* genus as potential source of bioactive compounds. *Bioactive compounds in phytomedicine*, 10, 184-218.
- Prieto, J. A., Patiño, O. J., Delgado, W. A., Moreno, J. P., Cuca, L. E. (2011). Chemical Composition, Insecticide and Antifungal Activities of the Essential Oils of Fruits of three *Zanthoxylum* Species from Colombia. *Chilean Journal of Agricultural Research*, 71, 73-82. ISSN: 0718-5820.
- Queiroz, E. F., Hay, A.-E., Chaaib, F., Diemen, D., Diallo, D., Hostettmann, K. (2006). New and Bioactive Aromatic Compounds from *Zanthoxylum xanthoxyloides*. *Planta Medica*, 72, 746-750. ISSN: 0032-0943.
- Rahman, M. M., Islam, M. A., Khondkar, P., Gray, A. I. (2005). Alkaloids and Lignans from *Zanthoxylum budrunga* (Rutaceae). *Biochemical Systematic and Ecology*, 33, 91-96. ISSN: 0305-1978.
- Raja, R. N. L., & Hartana, A. (2017). Variasi morfologi andaliman (*Zanthoxylum acanthopodium*) di Sumatra Utara. *Floribunda*, 5(7).
- Robinson, T. (1991). *Kandungan Organik Tumbuhan Tinggi*. Alih bahasa: Padmawinata, K., Penerbit ITB, Bandung.
- Ross, S. A., Sultana, G. N. N., Burandt, C. L., ElSohly, M. A., Marais, J. P. J., Ferreira, D. (2004). Syncarpamide, a New Antiplasmodial (+)-Norepinephrine Derivative from *Zanthoxylum syncarpum*. *Journal of Natural Products*, 67, 88-90. ISSN: 0163-3864.
- Saquib, Q. N., Hui, Y.-H., Anderson, J. E., McLaughlin, J. L. (1990). Bioactive Furanocoumarins from the Berries of *Zanthoxylum americanum*. *Phytotherapy Research*, 4, 216-219. ISSN: 1099-1573.
- Saragih, D. E., & Arsita, E. V. (2019). The phytochemical content of *Zanthoxylum acanthopodium* and its potential as a medicinal plant in the regions of Toba Samosir and North Tapanuli, North Sumatra. In *Prosiding Seminar Nasional Masyarakat Biodiversitas Indonesia* (Vol. 5, No. 1, pp. 71-76).
- Sastrohamidjojo, H. (1991). *Kromatografi*, Edisi 2, Cetakan 1, Liberti, Yogyakarta.
- Seidel, V. (2008). *Initial and Bulk Extraction*. In: Sarker, S. D., Latif, Z. and Gray, A. I., editors. *Natural Products Isolation*. 2nd

- Septyaningsih, D. (2010). Isolasi dan identifikasi komponen utama ekstrak biji buah merah (*pandanus conoideus lamk.*).
- Sheen, W.-S., Tsai, I.-L., Teng, C.-M., Chen, I.-S. (1994). Nor-neolignan and Phenyl Propanoid from *Zanthoxylum ailanthoides*. *Phytochemistry*, 36, 213-215. ISSN: 0031- 9422.
- Simbolon, W. I., Kardhinata, E. H., Bangun, M. K., & Simatupang, S. (2018). Identifikasi Karakter Morfologis Andaliman (*Zanthoxylum acanthopodium DC.*) di Beberapa Kabupaten di Sumatera Utara: Identification of Morphological Characteristic of Andaliman (*Zanthoxylum acanthopodium DC.*) in Some Districts of North Sumatra. *Jurnal Online Agroekoteknologi*, 6(4), 745-756.
- Siregar, B. L. (2003). Andaliman (*Zanthoxylum acanthopodium DC.*) in North Sumatra: description and germination. *Hayati (Indonesia)*.
- Soeharsono, M. (1989). Mikro Analisis Kualitatif Campuran Ion-ion Logam dengan Metode Kromatografi Lapis Tipis. *Surabaya: Lembaga Penelitian Universitas Airlangga*.
- Suriani, C., Prasetya, E., Harsono, T., & Handayani, D. (2019). Habitat characteristics of Andaliman (*Zanthoxylumacanthopodium DC*) in North Sumatra using a GIS (Geographical Information System) approach. In *Journal of Physics: Conference Series* (Vol. 1317, No. 1, p. 012097). IOP Publishing.
- Suryadarma, M. (2014). Pengembangan Metode Analisis. *Surabaya: Airlangga Press*.
- Tensiska, M. Dan S. O. N. Yudiastuti. (2007). Pengaruh Jenis Pelarut Terhadap Aktivitas Antioksidan Ekstrak Kasar Isoflavon dari Ampas Tahu. *Laporan Penelitian*.
- Tetti, M. (2014). Ekstraksi, pemisahan senyawa, dan identifikasi senyawa aktif. *Jurnal Kesehatan*, 7(2).
- Tjahjandarie, T., Gunawan, A. N. I., Saputri, R. D., & Tanjung, M. (2019). Senyawa Alkaloid Furokuinolin dari Kulit Batang *Zanthoxylum acanthopodium DC*. *Jurnal Sains dan Kesehatan*, 2(2), 89-92.

- Tsai, I.-L., Lin, W.-Y., Teng, C.-M., Ishikawa, T., Doong, S.-L., Huang, M.-W., Chen, Y.-C., Chen, I.-S. (2000). "Coumarins and Antiplatelet Constituents from the Root Bark of *Zanthoxylum schinifolium*". *Planta Medica*, 66, 618-623. ISSN: 0032-0943.
- Waterman, P. G. (2007). The Current Status of Chemical Systematics. *Phytochemistry*, 68, 2896-2903. ISSN: 0031-9422.
- Waterman, P. G., Grundon, M. F. (1983). *Chemistry and Chemical Taxonomy of the Rutales*. Academic Press, ISBN: 0127376801 London.
- Wei, W. J., Chen, X. H., Guo, T., Liu, X. Q., Zhao, Y., Wang, L. L., ... & Wang, Z. M. (2021). A review on classification and biological activities of alkaloids from the genus *Zanthoxylum species*. *Mini reviews in medicinal chemistry*, 21(3), 336-361.
- Yang, S. Y., Tai, B. H., Song, S. B., Li, W., Yan, X. T., Sun, Y. N., ... & Kim, Y. H. (2014). NF- κ B activation and PPAR transactivational effects of a new aliphatic acid amide from pericarps of *Zanthoxylum piperitum*. *Bulletin of the Korean Chemical Society*, 35(8), 2361-2366.