

Penggunaan Spektrofotometri Inframerah dan Nuclear Magnetic Resonance Terhadap Penentuan Struktur Senyawa Metabolit Sekunder



Yuniar Fathil Ilmi*, Vriezka Mierza

^a Program Studi Farmasi, Fakultas Ilmu Kesehatan, Universitas Singaperbangsa Karawang, 41361, Indonesia.

* Corresponding Author: 2110631210015@student.unsika.ac.id

ABSTRACT

Spektroskopi Inframerah (IR) dan *Nuclear Magnetic Resonance* (NMR) adalah dua teknik analisis yang digunakan secara luas dalam penentuan struktur metabolit sekunder. Metabolit sekunder merupakan senyawa organik dengan aplikasi farmasi yang signifikan, namun hanya sebagian kecil yang telah dikarakterisasi secara mendalam. Tinjauan ini bertujuan untuk mengeksplorasi prinsip kerja, metode interpretasi data, serta keunggulan dan keterbatasan teknik IR dan NMR dalam karakterisasi struktur metabolit sekunder. Metode yang digunakan adalah studi literatur sistematis dengan menganalisis artikel dalam rentang waktu 2013-2023, meliputi penerapan spektroskopi IR dan NMR secara individual maupun kombinasi keduanya. Hasil menunjukkan bahwa IR efektif dalam identifikasi gugus fungsi melalui analisis spektrum absorpsi inframerah, seperti pada analisis saponin dalam daun Leunca, namun terbatas untuk struktur kompleks. Sedangkan NMR memberikan detail struktur molekul, seperti konektivitas atom dan stereokimia. Kombinasi kedua teknik ini meningkatkan efisiensi dan akurasi analisis dengan memanfaatkan keunggulan masing-masing, seperti pada karakterisasi α -Mangostin, yang menghasilkan analisis struktur lebih mendalam dan memvalidasi struktur senyawa dengan akurasi tinggi. Kesimpulannya, kombinasi IR dan NMR merupakan pendekatan strategis untuk mengatasi keterbatasan karakterisasi metabolit sekunder yang mendalam, memberikan panduan praktis bagi penelitian lanjutan, serta berpotensi diterapkan dalam pengembangan obat berbasis senyawa bioaktif.

This is an open-access article under the [CC-BY-SA](#) license.



Article History

Received 2024-12-16

Revised 2025-01-05

Accepted 2025-01-10

Publish 2025-05-30

Keywords

Infrared spectroscopy,
NMR spectroscopy,
Secondary
metabolites,
Spectral analysis,
Structural elucidation

1. Pendahuluan

Metabolit sekunder adalah senyawa organik yang dihasilkan oleh organisme hidup dan memainkan peran penting dalam berbagai proses biologis, seperti perlindungan terhadap predator, komunikasi antarorganisme, serta aplikasi dalam bidang farmasi dan industri [1]. Penentuan struktur senyawa ini merupakan langkah penting untuk memahami fungsinya secara biokimia, mendukung inovasi di bidang bioteknologi, dan mengembangkan obat-obatan baru. Senyawa ini memiliki potensi besar sebagai agen terapeutik dengan aplikasi yang beragam, mulai dari antimikroba hingga antikanker. Namun demikian, hingga saat ini, hanya sekitar 10% dari metabolit sekunder yang telah dikarakterisasi secara mendalam, sehingga masih banyak peluang untuk eksplorasi lebih lanjut dalam penelitian dan pengembangan [2].

Spektroskopi IR dan NMR adalah dua teknik yang umum digunakan dalam karakterisasi struktur senyawa. Spektroskopi IR digunakan untuk mengidentifikasi gugus fungsi berdasarkan pola penyerapan cahaya inframerah oleh molekul [3]. Sementara itu, spektroskopi NMR memberikan informasi rinci tentang lingkungan molekular dan konektivitas atom dalam

senyawa [4]. Kombinasi kedua teknik ini memberikan pendekatan yang lebih komprehensif untuk menentukan struktur senyawa metabolit sekunder yang kompleks.

Meskipun penggunaan spektroskopi IR dan NMR telah banyak dilaporkan dalam literatur, masih terdapat kekurangan pembahasan yang sistematis mengenai keunggulan kombinasi kedua teknik ini. Terutama, bagaimana integrasi IR dan NMR dapat meningkatkan efisiensi dan akurasi dalam karakterisasi struktur metabolit sekunder [2]. Selain itu, belum ada tinjauan komprehensif yang mengeksplorasi penerapan praktis kombinasi IR dan NMR dalam berbagai studi metabolit sekunder.

Oleh karena itu, tinjauan ini bertujuan untuk mengeksplorasi secara komprehensif prinsip kerja spektroskopi IR dan NMR, termasuk tujuan dan fungsinya dalam karakterisasi struktur metabolit sekunder, metode interpretasi data dari kedua teknik, dengan penekanan pada perbandingan kelebihan dan keterbatasannya. Selain itu, tinjauan ini menilai bagaimana kombinasi IR dan NMR dapat diterapkan secara praktis untuk meningkatkan efisiensi dan akurasi dalam identifikasi struktur senyawa yang kompleks. Tinjauan ini diharapkan dapat memberikan panduan praktis bagi peneliti dalam memanfaatkan integrasi IR dan NMR untuk analisis struktural metabolit sekunder.

2. Metodologi

Penelitian ini merupakan studi literatur sistematis dengan pendekatan kualitatif yang mengkaji penggunaan spektroskopi IR dan NMR dalam penentuan struktur senyawa metabolit sekunder. Pencarian literatur dilakukan pada database elektronik PubMed, Google Scholar, ResearchGate, dan Science Direct dengan menggunakan kata kunci: "*Infrared Spectroscopy*", "*Nuclear Magnetic Resonance*", "*Secondary Metabolites*", "*Characterization of Natural Products*", dan "*FTIR NMR combination*". Kriteria inklusi meliputi artikel yang diterbitkan dalam rentang waktu 2013-2023, berbahasa Inggris atau Indonesia, serta membahas penggunaan teknik IR dan NMR dalam karakterisasi struktur senyawa metabolit sekunder, baik yang berbasis tumbuhan maupun organisme lainnya.

Sebanyak 20 artikel yang memenuhi kriteria kemudian dianalisis menggunakan metode *content analysis* untuk mengidentifikasi aplikasi, keunggulan, serta keterbatasan penggunaan spektroskopi IR dan NMR dalam identifikasi struktur metabolit sekunder. Proses analisis data dilakukan melalui tiga tahap, yaitu mengorganisasi dan mengkategorikan temuan berdasarkan teknik yang digunakan (IR, NMR, atau kombinasi keduanya), mengidentifikasi efektivitas dan aplikasi kedua teknik dalam karakterisasi struktur senyawa metabolit sekunder, serta mensintesis temuan untuk menghasilkan perspektif komprehensif tentang potensi kedua teknik ini dalam penentuan metabolit sekunder.

Keabsahan data dijamin melalui triangulasi sumber dengan membandingkan temuan dari berbagai artikel dan peer review untuk memastikan objektivitas interpretasi. Data disajikan secara deskriptif naratif dengan dukungan tabel untuk memvisualisasikan perbandingan antara aplikasi spektroskopi IR dan NMR pada berbagai jenis senyawa metabolit sekunder.

3. Hasil dan Diskusi

3.1. Spektroskopi Inframerah (IR)

Penelitian ini merupakan studi literatur sistematis dengan pendekatan kualitatif yang mengkaji penggunaan spektroskopi IR dan NMR dalam penentuan struktur senyawa metabolit sekunder. Pencarian literatur dilakukan pada database elektronik PubMed, Google Scholar, ResearchGate, dan Science Direct dengan menggunakan kata kunci: "*Infrared Spectroscopy*", "*Nuclear Magnetic Resonance*", "*Secondary Metabolites*", "*Characterization of Natural Products*", dan "*FTIR NMR combination*". Kriteria inklusi meliputi artikel yang diterbitkan dalam rentang waktu 2013-2023, berbahasa Inggris atau Indonesia, serta membahas penggunaan teknik IR dan NMR dalam karakterisasi struktur senyawa metabolit sekunder, baik yang berbasis tumbuhan maupun organisme lainnya.

Sebanyak 20 artikel yang memenuhi kriteria kemudian dianalisis menggunakan metode *content analysis* untuk mengidentifikasi aplikasi, keunggulan, serta keterbatasan penggunaan

spektroskopi IR dan NMR dalam identifikasi struktur metabolit sekunder. Proses analisis data dilakukan melalui tiga tahap, yaitu mengorganisasi dan mengkategorikan temuan berdasarkan teknik yang digunakan (IR, NMR, atau kombinasi keduanya), mengidentifikasi efektivitas dan aplikasi kedua teknik dalam karakterisasi struktur senyawa metabolit sekunder, serta mensintesis temuan untuk menghasilkan perspektif komprehensif tentang potensi kedua teknik ini dalam penentuan metabolit sekunder.

Keabsahan data dijamin melalui triangulasi sumber dengan membandingkan temuan dari berbagai artikel dan peer review untuk memastikan objektivitas interpretasi. Data disajikan secara deskriptif naratif dengan dukungan tabel untuk memvisualisasikan perbandingan antara aplikasi spektroskopi IR dan NMR pada berbagai jenis senyawa metabolit sekunder.

Tabel 1. Interpretasi Pita Penyerapan IR untuk Gugus Fungsional Umum dalam Metabolit Sekunder [5], [7]

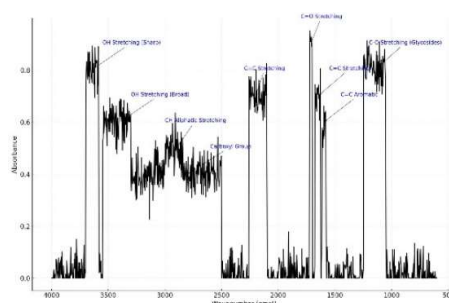
Gugus Fungsi	Panjang gelombang (cm ⁻¹)	Jenis getaran	Contoh Metabolit Sekunder
Hidroksil (OH)	3700–3584	Peregangan OH Tajam	Flavonoid
Hidroksil (OH)	3550–3200	Peregangan OH Luas	Polifenol
Karboksil (COOH)	3300–2500	Peregangan OH Luas	Asam fenolik
Karbonil (C=O)	1725–1700	C=O Peregangan	Flavonoid
Alkena (C=CH)	3100–3000	Peregangan CH	Terpen
Alkena (C=C)	1678–1626	C=C Peregangan	Terpen
Alkana (CH)	3000–2840	Peregangan CH	Steroid
Alkuna (C≡C)	2260–2100	Peregangan C≡C	Alkaloid
Metil / Metilen	2935–2915 / 2865–2845	Peregangan CH	Terpen
Eter/Alkohol (CO)	1250–1050	Asimetris/Simetris Peregangan CO	Glikosida Flavonoid
Cincin Aromatik	1615–1580 / 1510–1450	C=C Peregangan	Senyawa Fenolik
Senyawa Nitrogen	3400–3380 / 3345–3325	Peregangan NH	Alkaloid

Tabel ini menunjukkan bahwa setiap gugus fungsi memiliki pita penyerapan karakteristik yang dapat digunakan untuk identifikasi struktural senyawa. Jumlah pita penyerapan pada spektrum IR berfungsi sebagai indikator awal kompleksitas struktur molekul, di mana spektrum dengan lebih dari lima pita penyerapan sering menunjukkan keberadaan molekul kompleks, seperti flavonoid atau alkaloid [6].

Proses interpretasi dimulai dengan eksplorasi area spektral, yang meliputi wilayah ikatan tunggal (2500–4000 cm⁻¹), ikatan rangkap tiga (2000–2500 cm⁻¹), ikatan ganda (1500–2000 cm⁻¹), dan wilayah sidik jari (600–1500 cm⁻¹). Di area ikatan tunggal, pita penyerapan dalam kisaran 3700–3584 cm⁻¹ menunjukkan peregangan OH yang tajam yang mewakili gugus hidroksil bebas dalam flavonoid, sedangkan pita pada 3550–3200 cm⁻¹ menunjukkan karakteristik regangan OH lebar dalam polifenol dengan interaksi ikatan hidrogen. Gugus karboksil pada asam fenolik ditandai dengan pita penyerapan pada 3300–2500 cm⁻¹, dan peregangan CH alifatik pada steroid terlihat pada 3000–2840 cm⁻¹ rentang. Wilayah ikatan rangkap tiga mengungkapkan peregangan C≡C dalam alkaloid dalam kisaran 2260–2100 cm⁻¹, sedangkan daerah ikatan rangkap menunjukkan peregangan C=O pada flavonoid pada 1725–1700 cm⁻¹ dan C=C peregangan terpenoid dalam kisaran 1678–1626 cm⁻¹ [6].

Wilayah sidik jari memberikan informasi struktural yang lebih mendalam, dengan pita penyerapan pada 1615–1580 cm⁻¹ mewakili peregangan C=C dalam cincin aromatik senyawa fenolik, serta pita pada 1250–1050 cm⁻¹ menunjukkan peregangan CO dalam glikosida flavonoid. Sebagai ilustrasi, gambar 1 menyajikan spektrum IR yang menggambarkan pita-pita serapan utama. Setiap pita mewakili karakteristik gugus fungsi tertentu, seperti regangan OH, regangan C≡C, dan regangan C=O, sesuai dengan wilayah spektral yang diidentifikasi dalam interpretasi data. Pada tahap akhir interpretasi, spektrum yang dihasilkan dibandingkan dengan pustaka spektrum referensi. Proses ini memungkinkan identifikasi struktur metabolit sekunder dengan

lebih tepat dan mendetail, sehingga memberikan informasi yang lebih lengkap mengenai karakteristik senyawa tersebut [6].



Gambar 1. Spektrum IR

FTIR memiliki keunggulan utama dalam menganalisis sampel, terutama dari matriks alami, karena mampu mendeteksi berbagai ikatan dan gugus fungsional dalam molekul. Namun, teknik ini memiliki keterbatasan dalam memberikan detail hubungan antar atom dalam molekul, hanya fokus pada getaran ikatan kimia. Pada senyawa dengan struktur kompleks atau spektrum mirip, interpretasi data dapat sulit, sehingga sering memerlukan konfirmasi dari teknik lain, seperti spektroskopi NMR, untuk mendapatkan gambaran struktur molekul yang lebih lengkap. [5].

3.2. Spektroskopi Nuclear Magnetic Resonance (NMR)

Spektroskopi NMR adalah teknik analitik yang memanfaatkan interaksi inti atom dengan medan magnet eksternal untuk menyelidiki lingkungan kimia dan ikatan molekul. Ketika inti atom tereksitasi oleh gelombang radio pada frekuensi tertentu, mereka menghasilkan sinyal resonansi yang memberikan informasi terperinci mengenai struktur molekul, interaksi inti dengan elektron sekitar, serta interaksi antara inti lainnya [8].

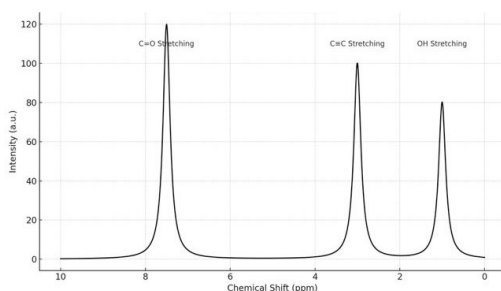
Tujuan utama penggunaan spektroskopi NMR adalah untuk mengidentifikasi struktur senyawa yang tidak diketahui, terutama dalam analisis senyawa metabolit sekunder [4]. Terdapat dua teknik utama dalam spektroskopi NMR, yaitu ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR, yang memberikan informasi struktural yang saling melengkapi. ^1H -NMR mengidentifikasi jenis dan lingkungan proton melalui analisis pergeseran kimia, sementara ^{13}C -NMR memberikan informasi mengenai berbagai jenis karbon dalam struktur molekul berdasarkan pergeseran kimia yang terdeteksi [8].

Spektroskopi NMR menggunakan medan magnet kuat (6–24 T), dengan sampel ditempatkan di dalam magnet yang dikelilingi oleh kumparan superkonduktor. Gelombang radio pada frekuensi tertentu diterapkan untuk merangsang inti atom, yang kemudian menghasilkan sinyal resonansi yang direkam oleh detektor dan diproses menjadi spektrum. Hasil analisis ini memungkinkan identifikasi komposisi kimia dan konfigurasi senyawa yang dianalisis [8]. Tabel berikut merangkum karakteristik pergeseran kimia untuk berbagai jenis proton yang ditemukan dalam metabolit sekunder.

Tabel 2. Karakterisasi Pergeseran Kimia ^1H -NMR dalam Metabolit Sekunder [9]

Jenis Proton	Pergeseran Kimia (ppm)	Karakteristik Spektral	Contoh Metabolit Sekunder
Proton aromatik	6.0–8.5	Multilet / singlet, intensitas sedang-tinggi	Flavonoid, kumarin
Proton Olefinik (C=CH)	4.5–6.5	Doublet/triplet	Terpenoid, karotenoid
Proton Aldehida (CHO)	9.0–10.0	Singlet tajam	Aldehida aromatik
Proton Hidroksil (OH)	1.0–5.5	Singlet/singlet lebar	Fenol, asam karboksilat
Proton Asam Karboksilat	10.5–12.0	Singlet lebar	Asam lemak aromatik
Amide Proton (NH)	5.0–8.5	Singlet lebar	Alkaloid, peptida
Proton Metoksi (OCH ₃)	3.3–4.0	Singlet tajam	Alkaloid, flavonoid
Metil Proton (CH ₃)	0.7–1.3	Triplet	Terpenoid, alkaloid
Proton Metana (CH)	1.5–2.5	Multilet	Terpenoid
Proton Vinil (C=C-H)	5.0–6.0	Doublet	Isoprenoid, steroid

Dalam interpretasi spektrum ^1H -NMR suatu senyawa, langkah-langkah berikut dapat diterapkan untuk mengidentifikasi struktur molekul. Pertama, identifikasi jumlah sinyal yang muncul pada spektrum, yang mencerminkan jumlah lingkungan kimia hidrogen yang berbeda dalam molekul. Sebagai contoh, pada gambar 2 terdapat tiga puncak utama yang menunjukkan tiga lingkungan kimia hidrogen yang berbeda. Selanjutnya, analisis multiplisitas sinyal dilakukan dengan memperhatikan pola puncak yang muncul. Puncak pertama, yang mewakili gugus CH_3 , menunjukkan triplet, yang mengindikasikan satu proton dengan dua tetangga proton. Puncak kedua, yang mewakili gugus CH_2 , menunjukkan singlet lebar, yang sesuai dengan dua proton yang tidak terhubung dengan proton tetangga. Puncak ketiga, mewakili gugus OH , juga muncul sebagai singlet, yang menunjukkan satu proton tanpa tetangga. Setelah itu, evaluasi integrasi sinyal dilakukan untuk menentukan jumlah relatif proton yang berkontribusi pada masing-masing puncak. Intensitas relatif puncak CH_3 lebih tinggi, yang menunjukkan adanya tiga proton, puncak CH_2 memiliki intensitas yang lebih rendah, mencerminkan dua proton, sementara puncak OH memiliki intensitas terendah, mencerminkan satu proton. Terakhir, analisis pergeseran kimia (δ) dilakukan untuk mengidentifikasi jenis proton berdasarkan pergeseran kimia yang terukur. Puncak CH_3 pada sekitar 0,9 ppm sesuai dengan proton alkil, puncak CH_2 pada sekitar 4 ppm menunjukkan proton yang terhubung ke atom oksigen, dan puncak OH pada sekitar 5,5 ppm menunjukkan proton hidroksi. Dengan menggabungkan semua data ini, struktur senyawa dapat diidentifikasi mengandung gugus metil (CH_3), metilen (CH_2) yang terhubung ke atom oksigen, serta gugus hidroksi (OH) [10].



Gambar 2. Spektrum ^1H NMR

Spektrum ^{13}C -NMR memiliki karakteristik unik jika dibandingkan dengan ^1H -NMR. Perbedaan utama terletak pada intensitas sinyal yang lebih rendah, yang disebabkan oleh kelimpahan alami isotop ^{13}C yang hanya sekitar 1,1% [11]. Selain itu, kopling spin-spin antara atom karbon sangat jarang, yang menyebabkan spektrum ^{13}C -NMR cenderung lebih sederhana [12]. Untuk menyederhanakan interpretasi, decoupling proton sering diterapkan untuk menghilangkan kopling karbon-hidrogen, menghasilkan spektrum ^{13}C -NMR singlet-simple. Hal ini membuat proses menganalisis dan menafsirkan spektrum lebih mudah [13]. Tabel berikut mencantumkan pergeseran kimia ^{13}C -NMR untuk berbagai jenis karbon yang dapat ditemukan dalam metabolit sekunder.

Tabel 3. Karakterisasi Pergeseran Kimia ^{13}C -NMR dalam Metabolit Sekunder [9]

Jenis Karbon	Pergeseran Kimia (ppm)	Karakteristik Spektral	Contoh Metabolit Sekunder
Senyawa Aromatik	140-110	Puncak tajam, sering kali berlipat ganda	Flavonoid, polifenol, kumarin
Asam Karboksilat, Ester, Amida	190-160	Puncak tajam (luas untuk asam karboksilat)	Asam lemak kompleks, alkaloid
Nitril ($\text{C}\equiv\text{N}$)	120-110	Sinyal tajam	Glukosinolat (misalnya, sinigrin)
Olefin ($\text{C}=\text{C}$)	140-110	Puncak tajam atau multiplet	Terpenoid, sterol, karotenoid
Karbon Anomerik (OCO)	110-90	Puncak tajam	Polisakarida sekunder
Karbonil $\text{C}=\text{O}$	220-190	Puncak tajam	Aldehida, turunan keton
Uretan (NC(O)O)	160-140	Puncak sedang	Turunan uretan
Karbon Alfatik (C-H)	50-10	Puncak tajam	Steroid, saponin

Perangkat NMR modern dilengkapi dengan teknik canggih, seperti 2D-NMR, yang memungkinkan analisis mendalam tentang interaksi antar-atom. Teknik-teknik ini termasuk metode seperti COSY (*Correlation Spectroscopy*), HSQC (*Heteronuclear Single Quantum Coherence*), dan HMBC (*Heteronuclear Multiple Bond Correlation*), yang dirancang untuk mempelajari hubungan antara atom dalam struktur molekul dengan cara yang lebih kompleks. Teknik 2D-NMR sangat penting dalam menganalisis struktur metabolit sekunder yang kompleks, karena memungkinkan pengungkapan hubungan antar-atom yang lebih terperinci dan memberikan gambaran yang lebih jelas tentang interaksi antara gugus fungsional serta konformasi tiga dimensi molekul [13]. Tabel berikut menjelaskan penerapan berbagai teknik 2D-NMR dalam menganalisis struktur metabolit sekunder.

Tabel 4. Korelasi Spektrum 2D-NMR dalam Penentuan Struktur [14]

Teknik	Korelasi	Karakteristik utama	Penggunaan Utama	Contoh Aplikasi dalam Metabolit Sekunder
^1H - ^1H COSY	Antara proton yang digabungkan	Puncak silang menunjukkan retensi J langsung	Memetakan sistem putaran proton	Menentukan pola substitusi pada cincin aromatik/alifatik
^1H - ^{13}C COSY (HETCOR)	Proton ke karbon yang terikat langsung	Puncak silang kopling ^1H - ^{13}C	Mengidentifikasi koneksi karbon-proton	Melokalisasi gugus fungsi seperti -OH atau -CH ₃
HMBC	Proton ke karbon melalui 2-3 ikatan	Puncak lintas jarak jauh	Memahami kerangka kerja karbon	Menentukan kerangka molekuler seperti flavonoid
HSQC	Proton ke karbon yang terikat langsung	Resolusi spektral tinggi	Menganalisis karbon dengan proton	Mengidentifikasi struktur beroksigen

Spektroskopi NMR memiliki keunggulan utama dalam memberikan informasi yang mendalam mengenai posisi atom serta konformasi tiga dimensi molekul. Keunggulan ini membuat NMR efektif untuk karakterisasi senyawa metabolit sekunder yang kompleks, seperti alkaloid atau senyawa steroid, yang mengandung banyak atom hidrogen dan karbon dengan lingkungan kimia yang berbeda [15]. Namun, NMR juga memiliki beberapa keterbatasan. Salah satu kekurangannya adalah sensitivitas yang relatif rendah dibandingkan dengan teknik lainnya, yang menyebabkan kebutuhan akan jumlah sampel yang lebih besar untuk memperoleh data yang cukup kuat. Selain itu, peralatan NMR cenderung lebih mahal dan memerlukan teknologi yang lebih canggih. Pada konsentrasi sampel yang rendah, analisis NMR juga bisa menjadi lebih sulit, karena sinyal yang diperoleh tidak cukup kuat untuk menghasilkan data yang akurat dan dapat diolah dengan baik [8].

3.3 Perbandingan Spektroskopi IR dan NMR dalam Karakterisasi Struktur Metabolit Sekunder

Kedua teknik ini memiliki keunggulan dan keterbatasan masing-masing yang memengaruhi pemilihan teknik yang digunakan, tergantung pada tujuan analisis dan jenis senyawa yang sedang diteliti. Perbandingan tersebut mencakup berbagai aspek penting seperti sensitivitas, aplikasi, dan resolusi yang relevan untuk menganalisis metabolit sekunder dalam sampel [16]. Tabel berikut menunjukkan perbandingan spektroskopi IR dan NMR dalam karakterisasi struktur molekul metabolit sekunder.

Tabel 5. Perbandingan Spektroskopi IR dan NMR

Faktor	Spektroskopi IR	Spektroskopi NMR
Sensitivitas	Sensitif terhadap gugus fungsi	Lebih sensitif untuk struktur molekul
Resolusi	Cukup baik untuk identifikasi gugus fungsi	Sangat tinggi untuk detail konformasi dan interaksi antar atom
Aplikasi	Identifikasi gugus fungsional dan pola ikatan	Penentuan struktur tiga dimensi dan konfigurasi stereokimia

Keterbatasan	Kesulitan dalam menganalisis senyawa kompleks	Memerlukan sampel lebih banyak dan peralatan mahal
--------------	---	--

Kombinasi spektroskopi IR dan NMR merupakan pendekatan yang efektif untuk mengatasi keterbatasan masing-masing teknik dalam analisis struktur molekul [17]. Spektroskopi IR memiliki keterbatasan dalam menyediakan informasi mengenai lingkungan molekul atau konektivitas atom, namun hal ini dapat diatasi dengan data NMR yang mampu memberikan detail posisi dan hubungan antar atom dalam molekul [17]. Sebagai contoh, spektrum IR hanya mengindikasikan keberadaan gugus karbonil tanpa informasi lebih lanjut, sedangkan NMR dapat menentukan apakah gugus tersebut terikat pada cincin aromatik atau rantai alifatik. Sebaliknya, NMR memerlukan jumlah sampel yang relatif besar dan waktu akuisisi yang panjang untuk memperoleh spektrum dengan resolusi tinggi. Dalam hal ini, data IR dapat digunakan untuk identifikasi awal gugus fungsi, sehingga analisis NMR dapat difokuskan pada aspek molekul yang spesifik, menghemat waktu dan sumber daya [18].

Sinergi antara kedua teknik ini memungkinkan efisiensi dalam analisis struktur, di mana IR memberikan gambaran mengenai gugus fungsi utama, sedangkan NMR melengkapi dengan detail struktural, seperti stereokimia dan hubungan antar atom [19]. Selain itu, kombinasi hasil dari kedua teknik ini meningkatkan akurasi analisis dengan meminimalkan risiko interpretasi yang salah. Data IR dapat mengeliminasi kemungkinan struktur alternatif yang tidak didukung oleh spektrum NMR, dan sebaliknya, sehingga menghasilkan analisis struktur yang lebih komprehensif [18].

3.4 Perbandingan Spektroskopi IR dan NMR dalam Karakterisasi Struktur Metabolit Sekunder

Penggunaan spektroskopi IR dan NMR dapat digunakan secara terpisah (metode tunggal) maupun secara kombinasi untuk analisis struktur metabolit sekunder. Untuk menjelaskan implementasinya, berikut disajikan dua studi kasus yang menggambarkan perbandingan efektivitas metode tunggal dan kombinasi. Studi pertama menggunakan spektroskopi IR sebagai metode tunggal untuk mengidentifikasi senyawa saponin dalam ekstrak daun *Leunca* (*Solanum nigrum L.*). Proses ekstraksi dilakukan melalui metode maserasi menggunakan pelarut etanol 95% hingga menghasilkan ekstrak kering, yang kemudian diikuti dengan ekstraksi lanjutan menggunakan pelarut dietil eter dan n-butanol. Identifikasi awal dilakukan melalui uji busa untuk mendeteksi keberadaan saponin dan uji warna sebagai pendukung [20].

Hasil analisis IR menunjukkan karakteristik gugus hidroksi (-OH) yang ditandai oleh puncak lebar pada $3444,87\text{ cm}^{-1}$, regangan alifatik simetris (-CH) pada $2926,01\text{ cm}^{-1}$ dan $2854,65\text{ cm}^{-1}$, regangan ikatan rangkap tidak terkonjugasi (C=C) pada $1606,7\text{ cm}^{-1}$, serta getaran bengkok simetris C-O pada $1386,82\text{ cm}^{-1}$. Temuan ini menunjukkan keberadaan senyawa saponin dengan gugus fungsional khas yang teridentifikasi melalui spektrum IR [20].

Hasil studi ini menegaskan bahwa spektroskopi IR merupakan metode yang efektif untuk mengidentifikasi metabolit sekunder seperti saponin, memberikan informasi rinci mengenai keberadaan dan jenis gugus fungsional dalam senyawa tersebut. Meskipun spektroskopi IR efektif dalam mengidentifikasi gugus fungsional, teknik ini memiliki keterbatasan dalam menganalisis struktur molekul yang lebih kompleks. Oleh karena itu, untuk meningkatkan efisiensi dan akurasi dalam identifikasi senyawa kompleks, diperlukan kombinasi dengan teknik analisis tambahan. Pendekatan ini memungkinkan perolehan data yang lebih komprehensif, sehingga memberikan pemahaman yang lebih mendalam tentang struktur molekul target.

Pada studi kedua, kombinasi metode spektroskopi IR dan NMR diterapkan untuk mengidentifikasi senyawa kompleks, seperti α -mangostin, dengan tujuan meningkatkan efisiensi dan akurasi dalam penentuan struktur. Penggabungan kedua teknik ini memungkinkan analisis yang lebih mendalam dan akurat, yang sulit dicapai jika hanya mengandalkan satu teknik saja. Penelitian ini ditentukan pada penentuan struktur α -mangostin,

senyawa metabolit sekunder yang diisolasi dari ekstrak tanaman *Garcinia mangostana*. α -Mangostin merupakan senyawa golongan xanton yang diketahui memiliki berbagai bioaktivitas, termasuk aktivitas antioksidan, antibakteri, antimikroba, dan antimalaria, sehingga memiliki potensi penting dalam pengembangan obat-obatan modern. Penentuan struktur α -Mangostin dilakukan melalui penggunaan beberapa metode analisis spektroskopi, termasuk spektroskopi IR, ^1H -NMR, dan ^{13}C -NMR. Kombinasi teknik ini memberikan gambaran yang komprehensif mengenai komposisi fungsional dan struktur molekul α -Mangostin, serta mempermudah pemahaman tentang hubungan antar atom dalam molekul tersebut, yang sulit diperoleh dengan hanya mengandalkan satu teknik analisis [21].

Hasil analisis spektroskopi IR mengidentifikasi beberapa pita serapan penting yang mencirikan gugus fungsional yang ada dalam α -Mangostin. Pita pada 3423 cm^{-1} menunjukkan keberadaan gugus hidroksi bebas (-OH), sedangkan pita pada 3265 cm^{-1} menandakan gugus hidroksi yang terkhelat dengan karbonil. Pita pada 1642 cm^{-1} menunjukkan keberadaan gugus karbonil (-C=O), dan pita pada 1611 cm^{-1} serta 1458 cm^{-1} mengindikasikan adanya ikatan rangkap aromatik (-C=C). Keberadaan gugus eter (-C-O) juga terdeteksi pada 1275 cm^{-1} , yang mendukung kesimpulan bahwa α -Mangostin memiliki struktur dasar xanton dengan gugus hidroksi bebas, hidroksi terkhelat, dan karbonil aromatik [21].

Selanjutnya, analisis spektroskopi ^1H -NMR mengungkapkan beberapa sinyal yang memberikan informasi mengenai lingkungan kimia proton dalam senyawa tersebut. Sinyal pada $\delta\ 13,66\text{ ppm}$ (1H, s) menunjukkan proton hidroksi yang terkhelat dengan karbonil, sementara sinyal pada $\delta\ 3,76\text{ ppm}$ (3H, s) mengindikasikan adanya gugus metoksi. Sinyal aromatik muncul pada $\delta\ 6,22\text{ ppm}$ (1H, s) dan $\delta\ 6,67\text{ ppm}$ (1H, s). Dua gugus prenil teridentifikasi melalui sinyal pada $\delta\ 4,03\text{ ppm}$ (2H, d, $J=7\text{ Hz}$) dan $\delta\ 5,28\text{ ppm}$ (2H, t, $J=7\text{ Hz}$), serta gugus metil pada $\delta\ 1,78$; $1,82$; $1,68$; dan $1,67\text{ ppm}$ (3H, s). Analisis ^{13}C -NMR mengungkapkan keberadaan karbon karbonil pada $\delta\ 183,13\text{ ppm}$, karbon metoksi pada $\delta\ 61,42\text{ ppm}$, serta karbon aromatik dan kuartener pada rentang $\delta\ 93,31\text{--}161,83\text{ ppm}$. Karbon sp^3 dan sp^2 dari dua gugus prenil terdeteksi pada $\delta\ 22,26\text{--}138,49\text{ ppm}$ [21].

Data spektroskopi yang diperoleh dari kedua metode analisis ini memberikan gambaran yang jelas tentang struktur molekul α -Mangostin. Hasil analisis tersebut dikonfirmasi melalui perbandingan data spektrum ^1H -NMR dan ^{13}C -NMR antara senyawa hasil isolasi dan α -Mangostin sebagai referensi. Perbandingan ini menunjukkan bahwa α -Mangostin memiliki struktur 1,3,6-trihidroksi-7-metoksi-2,8-diprenil xanton. Struktur ini telah divalidasi dengan membandingkan spektrum NMR senyawa α -Mangostin dengan data pustaka yang ada, yang menunjukkan kesesuaian dalam pergeseran kimia dan pola sinyal yang diperoleh [21].

Hasil studi ini menegaskan peran penting teknik spektroskopi IR dan NMR dalam karakterisasi struktur metabolit sekunder, khususnya α -Mangostin. Metode ini menjadi pendekatan yang efektif untuk menentukan struktur kimia dan memahami sifat senyawa. Pendekatan ini juga memiliki potensi untuk diterapkan dalam eksplorasi lebih lanjut α -Mangostin sebagai agen farmasi, terutama untuk aplikasi sebagai antioksidan dan antimikroba.

4. Kesimpulan

Spektroskopi IR dan NMR merupakan teknik komplementer yang efektif dalam analisis struktur metabolit sekunder. IR mampu mengidentifikasi gugus fungsi awal melalui spektrum absorpsi, sementara NMR memberikan informasi detail tentang konektivitas atom dan struktur molekul. Kombinasi kedua teknik ini mengatasi keterbatasan masing-masing metode. Penggunaan spektroskopi IR dan NMR dapat dilakukan secara terpisah maupun kombinasi. IR efektif mengidentifikasi gugus fungsi, seperti pada analisis saponin dalam daun Leunca, namun terbatas untuk struktur kompleks. Kombinasi IR dan NMR, seperti pada karakterisasi α -Mangostin, memberikan analisis struktur yang lebih mendalam, memvalidasi struktur senyawa dengan akurasi tinggi. Studi kasus ini menegaskan bahwa integrasi teknik IR dan NMR tidak

hanya meningkatkan efisiensi dan akurasi karakterisasi metabolit sekunder, tetapi juga meminimalkan ambiguitas dalam analisis struktur senyawa kompleks. Pendekatan terintegrasi ini tidak hanya meningkatkan efisiensi dan akurasi karakterisasi metabolit sekunder, tetapi juga membuka peluang strategis untuk pengembangan obat berbasis senyawa bioaktif

Ucapan Terima Kasih

Penulis mengucapkan terima kasih kepada Dr. Apt. Vriezka Mierza, S.Farm., M.Si atas bimbingan dan arahannya yang tak ternilai dari awal hingga akhir tinjauan ini. Terima kasih khusus kepada para peneliti yang karyanya telah dikutip, yang berkontribusi pada pemahaman yang lebih luas tentang teknik spektroskopi dalam analisis metabolit sekunder.

References

- [1] C. Simmler, J. G. Napolitano, J. B. McAlpine, S. N. Chen, and G. F. Pauli, "Universal quantitative NMR analysis of complex natural samples," *Current Opinion in Pharmacology*, vol. 17, pp. 55–62, 2014, <https://doi.org/10.1016/j.cophbio.2013.08.004>.
- [2] B. M. Abegaz and H. H. Kinfe, "Secondary metabolites, their structural diversity, bioactivity, and ecological functions: An overview," *De Gruyter*, 2019, <https://doi.org/10.1515/psr-2018-0100>.
- [3] C. Cazala, "Infrared Spectroscopy for the Identification and Characterization of Organic Molecules," *Journal of Biochemistry and Analytical Biochemistry*, vol. 14, no. 23, 2023, <https://doi.org/10.35248/2157-7064.23.14.501>.
- [4] A. H. Emwas, F. A. K. Wahab, and S. Alharthi, "NMR spectroscopy for metabolomics research," *Metabolites*, vol. 9, no. 7, pp. 123, 2019, <https://doi.org/10.3390/metabo9070123>.
- [5] M. Alauhdin, W. Tirza Eden, D. Alighiri, and U. Negeri Semarang, "Aplikasi Spektroskopi Inframerah untuk Analisis Tanaman dan Obat Herbal," *Jurnal Penelitian Sains*, 2021, <https://doi.org/10.15294/.v0i0.15>.
- [6] A. B. D. Nandiyanto, R. Oktiani, and R. Ragadhita, "How to read and interpret FTIR spectroscope of organic material," *Indonesian Journal of Science and Technology*, vol. 4, no. 1, pp. 97–118, 2019, <https://doi.org/10.17509/ijost.v4i1.15806>.
- [7] J. Coates, "Interpretation of Infrared Spectra, A Practical Approach," *Encyclopedia of Analytical Chemistry*, Wiley, 2000, <https://doi.org/10.1002/9780470027318.a5606>.
- [8] P. M. V. Raja and A. R. Barron, "Physical Methods in Chemistry and Nano Science," *LibreTexts*, 2024, [Online]. Available: <https://LibreTexts.org>.
- [9] M. DiBello, A. R. Healy, H. Nikolayevskiy, Z. Xu, and S. B. Herzon, "Structure Elucidation of Secondary Metabolites: Current Frontiers and Lingering Pitfalls," *Accounts of Chemical Research*, vol. 56, no. 12, pp. 1656–1668, 2023, <https://doi.org/10.1021/acs.accounts.3c00183>.
- [10] A. Febriyanti, "Analisis Spektrum 1H-NMR: Penjelasan Sederhana," *ResearchGate*, 2022, [Online]. Available: <https://www.researchgate.net/publication/366712582>.
- [11] D. Basir, E. Eliza, "Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti Karbon (13C-NMR) dari Etil, Asam Dan (2-Metoksi-4-Formil) Fenil P-Metoksisinamat," *Jurnal Penelitian Sains*, vol. 6, 1999, <https://doi.org/10.56064/jps.v0i6.240>.
- [12] R. Gunawan and A. B. D. Nandiyanto, "How to read and interpret 1H-NMR and 13C-NMR spectrums," *Indonesian Journal of Science and Technology*, vol. 6, no. 2, pp. 267–298, 2021, <https://doi.org/10.17509/ijost.v6i2.34189>.

-
- [13] Q. N. Van, "Current NMR Strategies for Biomarker Discovery," 2013, <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-394446-7.00006-6>.
- [14] K. Wüthrich, "NMR with proteins and nucleic acids," *Europhys. News*, vol. 17, no. 1, pp. 11–13, 1986, <https://doi.org/10.1051/epn/19861701011>.
- [15] M. A. Salem, L. Perez de Souza, A. Serag, A. R. Fernie, M. A. Farag, S. M. Ezzat, and S. Alseekh, "Metabolomics in the Context of Plant Natural Products Research: From Sample Preparation to Metabolite Analysis," *Metabolites*, vol. 10, no. 1, art. 37, Jan. 2020, <https://doi.org/10.3390/metabo10010037>.
- [16] R. R. Saputra, M. Ariefin, M. R. Kumalasari, J. Dongoran, M. J. L. Tampubolon, P. Sulistiawati, S. Y. Simangunsong, R. Ariska, P. G. R. Paksi, A. Siska, J. Yanti, and L. Maknun, "Advancements in NMR and IR Spectroscopy: Enhancing Metabolomics and Disease Diagnostics in the Health Sector: A Comprehensive Review," *Indonesian Journal of Chemical Analysis (IJCA)*, vol. 7, no. 2, art. 6, 2024, <https://doi.org/10.20885/ijca.vol7.iss2.art6>.
- [17] A. Alishala, "National Level Workshop on Spectroscopic Techniques in Structural Elucidation," *Journal of Chemical and Pharmaceutical Sciences*, 2014, [Online]. Available: www.jchps.com.
- [18] Y. M. Kim, M. Lubinska-Szczygeł, Y.-S. Park, J. Deutsch, A. Ezra, P. Luksrikul, R. M. B. Shafreen, and S. Gorinstein, "Characterization of Bioactivity of Selective Molecules in Fruit Wines by FTIR and NMR Spectroscopies, Fluorescence and Docking Calculations," *Molecules*, vol. 28, no. 16, pp. 6036, 2023, <https://doi.org/10.3390/molecules28166036>.
- [19] E. Chacko, R. Sondhi, A. Praveen, K. L. Luska, and R. A. Vargas Hernandez, "Spectro: A Multi-modal Approach for Molecule Elucidation Using IR and NMR Data," *ChemRxiv*, 2024, <https://doi.org/10.26434/chemrxiv-2024-37v2j>.
- [20] A. D. Rizkita, S. A. Dewi, E. A. P. Wibowo, and I. Maulana, "Isolation and identification of saponin from Leunca extract (*Solanum nigrum L*) using infrared spectrophotometry," *Scientific Journal of Sciences*, vol. 21, no. 2, p. 166, 2021, <https://doi.org/10.35799/jis.v21i2.34635>.
- [21] A. U. Ihsany and T. Ersam, "Isolasi dan Identifikasi Senyawa α -Mangostin dari Ekstrak Kayu dan Kulit Akar *Garcinia tetrandra Pierre*," *Akta Kimia Indonesia*, vol. 3, no. 1, pp. 96, 2018, <https://doi.org/10.12962/j25493736.v3i1.3099>.