

ISOLASI 5,6-BENZO- α -PIRON DARI DAUN GAMAL (*Gliricidia maculata* H.B.K)

Sanusi Ibrahim, Bustanul Arifin, Yunazar Manjang dan Amri Bakhtiar
Laboratoium Kimia Organik Sintesis Jurusan Kimia
FMIPA Universitas Andalas, Padang 25163

Program Studi Kimia Pascasarjana
Universitas Andalas, Kampus Limau Manis Padang, 25163

INTISARI

Telah diisolasi dari daun gamal (*Gliricidia maculata* H.B.K) suatu senyawa berupa kristal putih dengan titik leleh 67.7-68.3 $^{\circ}$ C. Pemurnian dilakukan secara kromatografi kolom, dengan eluen campuran n-heksana, etilasetat dan metanol yang kepolarannya diatur secara bertingkat.

Penentuan struktur dilakukan berdasarkan spektroskopi ultra violet, infra merah, massa, dan resonansi magnet inti 1 H. Senyawa yang didapat adalah 5,6-benzo- α -piron.

ABSTRACT

Isolation of 5,6-benzo- α -pyrone of *Gliricidia maculata* H.B.K was separated by silica gel column chromatography using n-hexane/ethyl acetate/methanol and using eluent gradually of polarity system.

Isolated was white crystal, mp 67.7 - 68.3 $^{\circ}$ C. The structure characteristic used ultraviolet spectroscopy, infrared spectroscopy, massa spectroscopy and 1 H nuclear magnetic resonance.

PENDAHULUAN

Tanaman Gamal (*Gliricidia maculata* H.B.K) telah digunakan untuk memberantas alang-alang. Ia memiliki daun yang rimbun dan tahan terhadap kebakaran (Rahman, 1995)

Daun gamal juga telah dipakai sebagai pupuk, dimana setiap 1500 kg daun segar sama nilainya dengan 25 kg N, 8 kg P dan 27 kg K. Daun gamal juga mengandung 9,2 % air; 6,1 % abu; 19,3 % protein; 16,5 % serat kasar, 4,59 % lemak; 1,49 % CaO dan 0,0014 % HCN (Bimantoro, 1976)

Dari daun gamal telah berhasil pula diisolasi suatu senyawa flavonoid glikosida yaitu kompeferal-3-rutinosida (Rangaswangi, 1986)

METODOLOGI

Daun segar (5 kg) yang telah dihaluskan, dimaserasi dengan metanol (15 l) selama 5 hari. Filtrat dipekatkan sampai volume 1 liter, dicuci dengan n-heksana. Hasil cucian dipekatkan lagi dan didapat ekstrak kasar 48 gr. Sebanyak 5 gr dari ekstrak kasar di kromatografi kolom dengan absorben silika gel, eluen n-heksana, etil asetat dan metanol, yang diperlakukan dengan peningkatan kepolaran secara bertingkat.

Hasil yang didapat, direkristalisasi dengan n-heksan dan didapat zat padat berbentuk kristal putih (26 mg) Kristal yang didapat ditentukan titik lelehnya, harga Rf, ditarik spektrum ultraviolet, infra merah, massa, dan resonansi magnet inti 1 H.

HASIL DAN DISKUSI

Hasil

Hasil berupa kristal putih dengan titik leleh $67,7 - 68,3^{\circ}\text{C}$. Kromatografi lapisan tipis dengan absorbent silika gel dan eluen n-heksana : kloroform (6 : 4) memberikan Rf 0,17 dan n-heksana : etil asetat (6 : 4) memberikan Rf 0,42. Spektrum ultraviolet memberikan serapan maksimum pada panjang gelombang 275 dan 311 nm. Spektrum Infra merah memberikan serapan pada bilangan gelombang 3090; 1722; 1610; 1470; 1408; 1282; 1202; 1143; 948; 852; dan 799 cm^{-1} . Spektrum massa memberikan m/z pada 146 (M^{+} : 22 %); 118 (100 %); 90(68%); 89 (48%); 63 (65 %); 50 (25 %) dan 39 (24%). Spektrum resonansi magnet inti ^1H memberikan pergeseran kimia pada (ppm/hertz) 7,71 (d ; $J = 9,46$); 7,54 (ddd; $J = 8,32$; 8,32; 1,22); 7,51 (ddd; $J = 8,32$; 7,40; 1,22); 7,35 (dd ; $J = 8,32$; 1,22); 7,30 (dd; $J = 7,40$; 1,22); dan 6,44 (d ; $J = 9,46$).

Diskusi

Titik leleh terlihat mempunyai range yang sempit ($67,7 - 68,3^{\circ}\text{C}$) yang menunjukkan bahwa hasil yang didapat sudah murni. Hal ini didukung pula oleh harga Rf dengan berbagai eluen yang menunjukkan ia tetap satu noda. Spektrum ultraviolet memberikan serapan pada 275 dan 311 nm. Bila spektrum ini dibandingkan dengan spektrum ultraviolet standar dari benzo piron-2 ternyata identik. (Murray, 1982)

Spektrum infra merah yang sangat spesifik adalah munculnya serapan pada 1722 cm^{-1} yang merupakan indikasi adanya rentangan karbonil dari alfa piron dan ini diperkuat oleh rentangan C-O pada 1282 dan 1201 cm^{-1} . Selain itu berdasarkan literatur spektrum infra merah dari benzo piron-2 tanpa substitusi mempunyai regangan C-H cincin piron dan cincin benzen pada $3025 - 3175\text{ cm}^{-1}$.

Spektrum infra merah hasil isolasi identik dengan spektrum benzo piron-2 standar (Pouchert, 1978). Selanjutnya Spektrum massa

memberikan m/z pada 146 merupakan puncak ion molekuler dan rumus molekuler yang cocok adalah $\text{C}_9\text{H}_8\text{O}_2$. Sedangkan puncak m/z 118 merupakan puncak dari (M-CO)

Spektrum Resonansi magnet inti dari hasil isolasi memberikan pergeseran kimia pada δ 6,43 ppm, konstanta kapling $J = 9,46\text{ Hz}$ dan bentuk puncak double ini merupakan puncak dari H pada C3. Pergeseran kimia lainnya pada δ 7,71 ppm, konstanta kapling $J = 9,46\text{ Hz}$ dan puncak double pula, dan ini merupakan puncak dari H pada C4. Berarti data yang didapatkan identik dengan spektrum standar benzo piron-2 yaitu δ 6,43 ppm adalah atom H pada C3 dan δ 7,71 ppm merupakan puncak dari atom H pada C4 masing-masing dengan harga integrasi satu. Empat buah proton lagi merupakan proton yang terdapat pada cincin benzena. Pergeseran kimia pada δ 7,30 ppm menunjukkan adanya kapling 3J dan kapling 4J. Begitu juga pergeseran kimia pada δ 7,35 ppm menunjukkan adanya kapling 3J dan 4J. Ini merupakan puncak dari proton pada C8 dan C5. Pergeseran kimia δ 7,51 ppm, merupakan pergeseran kimia atom H pada C6 dikapling oleh H pada C5, C7 dan C8, sehingga membentuk puncak doublet, doublet dan doublet. Sedangkan pergeseran kimia pada 7,51 ppm merupakan puncak dari H yang terdapat pada atom C7. Proton pada C7 ini akan dikapling oleh proton yang terdapat pada C8, dan C6 dan C5. Sehingga membentuk pecahan doublet, doublet dan doublet (Pouchert, 1978)

Dari analisa data yang dimiliki dan dibandingkan dengan spektrum 5,6 - benzo α piron jelas bahwa senyawa yang didapat adalah 5,6 - benzo α piron.

KESIMPULAN

Dari penelitian yang telah dilakukan terhadap daun gamal didapat suatu senyawa berbentuk kristal dan strukturnya adalah 5,6 - benzo α piron.

Ucapan terima kasih kepada

Dr.Hans.J Siwon, dosen tamu di Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas Padang. Ucapan terima kasih yang sama buat Prof. Dr. Ir. Leen Maat dari Departement of Organic Chemistry and Catalys, DELFT University of Technology Netherlands dalam pengukuran spektrum resonansi magnetik inti ^1H dan spektrum massa.

DAFTAR PUSTAKA

1. Bimantoro,R.R. 1976. Gamal (*Gliricidia maculta* H.B.K), Bulletin Kebun Raya, 2, 4, 137
2. Murray, R.D.H., J. Mendez, S.A.Brown,1982, The Natural Coumarins (Occurrence, Chemistry and Biochemistry), John Wiley and Son, Ltd. New York
3. Nozawa K.S. Nakajima, K.Kawai, S.Udagawa, M.Miyaji, 1994, Bicomarins from Ascotromata of Petromycesalliaceus. J.Phytochemistry, 35, 1049.
4. Pouchert, C.J., 1978, The Aldrich Library of Infra red. Spectra, 2nd ed. Aldrich Chemical.Co.
5. Rahman, M,1995, Peranan Ekologi dalam Pengendalian Gulma berwawasan Lingkungan Unand Padang (Pidato Pengukuhan Guru Besar Biologi)
6. Rangaswani S, V.S.Lyer, 1966. Comperative Biochemistry of The Flavonoids. J.Current Sci.,35, 364.