

ISOLASI ERITRODIOL-3-ASETAT DARI TUMBUHAN LITSEA ELLIPTICA

Afrizal

Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia FMIPA Universitas Andalas

INISARI

Suatu senyawa triterpen eritrodiol-3-asetat telah diisolasi dari kulit batang tumbuhan Litsea elliptica. Data spektroskopi dan titik leleh sesuai dengan data spektroskopi dan titik leleh dari eritrodiol-3-asetat yang telah dilaporkan.

ABSTRACT

Triterpene erythrodiol-3-acetate had been isolated from the bark of Litsea elliptica. Spectroscopic and other physical data agreed with the data for erythrodiol-3-acetate which had been reported.

PENDAHULUAN

Tumbuh-tumbuhan mengandung bermacam-macam senyawa organik metabolit sekunder seperti terpenoid, flavonoid, steroid, alkaloid dan lain-lain yang mempunyai sifat dan struktur tertentu. Diantara senyawa tersebut ada yang mempunyai aktifitas tertentu, baik terhadap manusia atau hewan, sehingga ada dari tumbuh-tumbuhan yang mengandung senyawa aktif tersebut yang digunakan sebagai obat-obatan dan lain sebagainya (Heyne, 1987).

Disamping alasan di atas struktur molekul dari bahan alam cukup kompleks dan bervariasi, sehingga karakterisasinya menjadi menarik untuk dipelajari.

Metodologi yang digunakan dalam penelitian ini adalah metode perendaman. Bagian tumbuhan yang digunakan yaitu kulit akarnya. Pemurnian hasil perkolasi dilakukan dengan rekristalisasi. Pengujian kemurniannya dilakukan dengan kromatografi lapis tipis dan penentuan titik leleh. Penentuan struktur digunakan metode spektroskopi.

BAHAN DAN ALAT YANG DIGUNAKAN

Bahan yang digunakan adalah kulit akar *Litsea elliptica*, n-heksana, kloroform, dan benzena.

Peralatan yang digunakan adalah perkolator, rotarievaporator, kromatografi lapis tipis, alat ukur titik leleh Fisher-John, Spektrofotometer ultraviolet Shimadzu model UV-210 A, Spektrofotometer inframerah Shimadzu model IR-430, Spektrofotometer massa (Hewlet Pachard 5879), Spektrofotometer ¹H-NMR (Bruker AM 300) dan Spektrofotometer ¹³C-NMR (Jeol GSK 400).

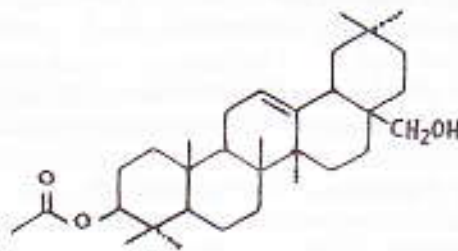
METODE PENELITIAN

Dua belas kg kulit akar yang telah dikeringkan direndam dengan n-heksan selama 24 jam pada suhu kamar. Kemudian filtrat dipisahkan dari kulit akarnya. Perkolasi dilakukan beberapa kali sampai cairan yang keluar tidak berwarna. Hasil perkolasi ini diuapkan pelarutnya dengan menggunakan rotarievaporator, menghasilkan suatu zat padat berbentuk tepung berwarna putih kekuningan yang beratnya 25 g. Lima gram zat padat ini direkristalisasi dengan pelarut n-heksan. Rekristalisasi dilakukan empat kali, sehingga diperoleh kristal yang murni, berwarna putih, berbentuk jarum (77 mg).

HASIL DAN PEMBAHASAN

Dari analisis kromatografi lapis tipis, kristal tersebut mempunyai harga $R_f = 0,68$ (CHCl_3), $0,19$ (benzena), $0,5$ (CHCl_3 : n-heksana = 1 : 1). Titik lelehnya adalah $241-242^\circ\text{C}$. Titik leleh eritrodial-3-asetat menurut literatur $243-244^\circ\text{C}$ (Nomura, 1981).

Hasil analisis spektroskopi massa memberikan puncak dengan harga m/e 484 (M^+), 466, 453, 393, 234, 216, 203 (puncak dasar), 175, 133, 119, 69, dan 43. Menurut Nomura (1981) senyawa triterpen yang mempunyai ion molekul 484 rumus molekulnya adalah $\text{C}_{32}\text{H}_{52}\text{O}_3$, sesuai dengan senyawa eritrodial-3-asetat, dengan struktur sebagai berikut :



Pola spektrum massa yang dihasilkan ini mirip dengan pola spektrum massa dari senyawa eritrodiol diasetat (Budzikiewicz, 1963, 1964). Eritrodiol diasetat mempunyai ion molekul pada m/e 526. Dengan demikian perbedaan masa antara eritrodiol diasetat dengan triterpen ini yaitu 42 satuan massa. Dengan perbedaan ini bukan substituen asetat yang terikat pada C_{20} , melainkan substituen -OH. Pola fragmentasi eritrodiol-3,28-diasetat juga hampir sama dengan pola fragmentasi dari senyawa triterpen hasil isolasi, dengan puncak dasar yang sama, yaitu pada m/e 203. Menurut Budzikiewicz (1963), fragmentasi karakteristik dari kelompok senyawa ini adalah reaksi retro-Diels-Alder, menghasilkan diena sebagai fragmen yang bermuatan. Fragmentasi retro-Diels-Alder dari eritrodiol-3-asetat menghasilkan ion fragmen pada m/e 234 (M-250).

Hasil analisis spektroskopi resonansi magnetik inti proton memberikan harga pergeseran kimia δ 5,19 ppm (t, $J = 3,5$ Hz), δ 4,5 ppm (dd, $J = 7,6, 8,2$ Hz), δ 3,56 ppm, 3,21 ppm (dd, $J = 11$ Hz), δ 2,03 ppm (s), δ 1,18 ppm, δ 0,96 ppm, δ 0,86 ppm. Menurut Nomura (1981) dan Alves (1966) harga pergeseran kimia ini sesuai dengan senyawa eritrodiol-3-asetat. Harga δ 5,19 ppm (t) berasal dari resonansi 1 proton vinil pada C_{11} , yang mengalami pembelahan spin dengan 2 proton alilik, δ 4,5 ppm (dd) berasal dari resonansi 1 proton C_1 pada gugus $AcO-CH-CH_2-$, δ 3,56 ppm, δ 3,21 ppm (dd) (sistem AB) berasal dari C_{21} dengan gugus $-CH_2OH$ yang terikat pada atom karbon tersier asimetris, δ 2,03 ppm (s) berasal dari 1 gugus asetoksil, sedangkan δ 1,18 ppm, δ 0,96 ppm dan δ 0,86 ppm berasal dari resonansi proton tujuh gugus metil tersier.

Hasil analisis spektroskopi magnetik inti C-13 memberikan harga pergeseran kimianya (δC , ppm), berturut-turut dari C_1 sampai dengan C_{20} sebagai berikut ; 38,212; 23,500; 80,881; 36,600; 55,179; 18,221; 32,444; 39,773; 47,440; 36,916; 23,500; 122,255; 144,219; 41,689; 25,476; 21,898; 37,693; 42,296; 46,360; 30,945; 34,029; 31,014; 27,992; 16,661; 15,565; 16,661; 25,880; 69,695; 33,160; 23,562 dan 21,337 ($CH_2-C=O$); 171,071 (C-O). Harga pergeseran kimia ini sesuai dengan senyawa eritrodiol-3-asetat yang ditemukan oleh Numora (1981). Bila dibandingkan harga pergeseran kimia ini dengan 2 turunan senyawa eritrodiol yang lain, yaitu eritro-3,28-diol (Nes, 1981), 3-asetat-olean-12-en (Seo, 1981) yang perbedaan strukturnya pada atom C_1 dan C_{20} , maka akan terlihat perbedaan yang nyata dari harga pergeseran kimia tersebut pada C_{20} , C_1 dan C_4 dengan eritro-3,28-diol, pada C_{16} , C_{17} , C_{18} , C_{22} dan C_{21} dengan 3-asetat-olean-12-en. Dengan demikian data ini juga memperkuat bahwa pada C_{21} terikat gugus OH dan pada C_1 terikat gugus asetoksi.

Analisis spektroskopi inframerah juga memperkuat kesimpulan struktur ini. Adanya pita serapan pada frekuensi 3500 cm^{-1} , tajam, menunjukkan regang O-H bebas. Pita serapan pada frekuensi $2950-2850\text{ cm}^{-1}$ menunjukkan regang C-H dari $-CH_2-$ atau $-CH_3-$. Pita serapan pada frekuensi 1705 cm^{-1} menunjukkan regang C=O. Pita serapan ini sesuai dengan pita serapan yang ditimbulkan oleh senyawa eritrodiol-3-asetat yang ditemukan oleh Alves (1966) dan Numora (1981).

Spektrum ultraviolet memperlihatkan satu puncak serapan pada panjang gelombang 228 nm ($\log \epsilon = 5,04$). Hal ini menunjukkan bahwa triterpen ini mempunyai satu sistem kromofor. Adapun sistem kromofor itu ditimbulkan oleh transisi π ke π^* . Data ini juga mendukung struktur tersebut, karena senyawa eritrodiol-3-asetat juga mempunyai ikatan rangkap.

KESIMPULAN

Berdasarkan data spektroskopi senyawa hasil isolasi dari *Litsea elliptica* disarankan bahwa strukturnya adalah eritrodiol-3-asetat.

DAFTAR PUSTAKA

1. Alves, H.M. and V.H. Arndt (1966), Triterpenoids Isolated From *Machaerium incorruptibile*, *Phytochemistry*, 5, 1327-1330.
2. Budzikiewicz, H., J.M. Wilson and C. Djerassi (1963), Mass Spectrometry in Structural and Stereochemical Problems Pentacyclic Triterpenes, *J. Am. Chem. Soc.*, 85 (22), 3688-3699.
3. Budzikiewicz, H., C. Djerassi, D.H. Williams (1964), Structure Elucidation of Natural Product by Mass Spectrometry, vol. 2, Holden-Day Inc., San-Francisco, London, Amsterdam, 121-130.
4. Heyne, K. (1987), Tumbuhan Berguna Indonesia, Cetakan I, Yayasan Sarana Warna Jaya, Jakarta.
5. Nes, W.D., M. Benson and E. Heftmann (1981), The Location of The Methylol Groups in Sapogenol C and Erythrodiol and Its Biosynthetic Significance, *Phytochemistry*, 20 (9), 2299-2300.
6. Numora, M., T. Tokoroyama, and T. Kubota (1981), Biarylheptanoids and Other Constituents From Wood of *Alnus japonica*, *Phytochemistry*, 20 (5), 1103.
7. Seo, S., Y. Tomita and K. Tori (1981), Biosynthesis of Oleanene and Ursene-Type Triterpenes from (4- ^{13}C)Mevalonolactone and (1,2- $^{13}C_2$)Acetate in Tissue Culture of *Isodon japonicus* Hara, *J. Am. Chem. Soc.*, 103, 2075-2080.