

## (+)- $\alpha$ -Viniferin, Suatu Trimer Stilben Dari Kulit Batang *Shorea leprosula* Miq

I N.A. Winata<sup>1)</sup>, Y.M. Syah<sup>2)</sup>, S.A. Achmad<sup>2)</sup>, E.H. Hakim<sup>2)</sup>, L.D. Dewi<sup>2)</sup>

<sup>1)</sup>Jurusan Kimia, FMIPA, Univertas Jember

<sup>2)</sup>Kelompok Kimia Bahan Alam, Jurusan Kimia, FMIPA, ITB

Email : adi.winata87@yahoo.com

### ABSTRAK

(+)- $\alpha$ -viniferin, suatu trimer stilben telah berhasil diisolasi dari kulit batang *Shorea leprosula* Miq. Ekstraksi dan isolasi senyawa ini dilakukan dengan metode maserasi, fraksinasi dan pemurnian dengan berbagai teknik kromatografi. Sementara penentuan strukturnya dilakukan dengan cara spektroskopi UV dan IR, serta dengan membandingkan data spektroskopinya dengan data yang telah dilaporkan.

### PENDAHULUAN

Dipterocarpaceae adalah salah satu famili tumbuhan yang besar dengan nilai ekonomi yang penting. Kelompok tumbuhan ini terdiri dari 16 genus dan 600 spesies, serta terdistribusi di daerah hutan hujan tropis Afrika, Amerika Selatan, dan Asia. Indonesia memiliki 9 genus Dipterocarpaceae, yaitu *Hopea*, *Anisoptera*, *Cotylelobium*, *Shorea*, *Dipterocarpus*, *Vatica*, *Dryobalanops*, *Parashorea*, dan *Upuna* yang penyebarannya meliputi hutan Sumatera sampai Papua. Genus *Shorea* merupakan genus terbesar dengan jumlah sekitar 53 spesies di Pulau Sumatera, 141 spesies di Kalimantan, dan 4 spesies di Pulau Jawa sampai dengan Papua.<sup>1,2</sup>

*Shorea* merupakan salah satu genus tumbuhan dalam famili Dipterocarpaceae. Tumbuhan yang dikenal sebagai tumbuhan jenis “meranti” ini merupakan salah satu tumbuhan ekonomi yang penting karena kayunya digunakan sebagai bahan bangunan, perabotan rumah tangga, dan industri kertas. Damar dan minyak meranti banyak digunakan dalam industri makanan, sabun, obat-obatan, dan kosmetika.<sup>1,3</sup> Dari sudut pandang kimia, tumbuhan *Shorea*, juga termasuk genus yang lain dalam famili Dipterocarpaceae, dikenal sebagai sumber senyawa stilbenoid disamping senyawa terpenoid dan polifenol lainnya.<sup>3,4</sup>

Senyawa stilbenoid adalah kelompok senyawa fenolik yang tersusun oleh unit (monomer) yang disebut resveratrol (stilben). Kelompok senyawa ini telah banyak diteliti dan diketahui mempunyai berbagai aktivitas biologis, seperti menghambat pelepasan histamin,<sup>5</sup> anti-hipertensi,<sup>6</sup> anti-inflammasi,<sup>7</sup> anti-hepatotoksik,<sup>8</sup> anti-tumor,<sup>9</sup> anti-jamur,<sup>10</sup> dan anti-bakteri.<sup>11</sup>

Berdasarkan uraian di atas, maka penelitian mengenai kandungan senyawa stilbenoid dari tumbuhan *Shorea* sangat menarik untuk diteruskan. Hasil penelusuran literatur juga menunjukkan bahwa masih banyak spesies tumbuhan ini yang belum diteliti, salah satunya adalah *Shorea leprosula* Miq.

### METODE PENELITIAN

Bahan-bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah bahan tumbuhan, bahan kimia padat dan pelarut untuk proses ekstraksi, kromatografi, dan pemurnian, serta bahan-bahan untuk pengujian senyawa-senyawa kimia yang ditemukan. Sedangkan peralatan yang digunakan meliputi peralatan gelas dan peralatan pendukung untuk proses pemisahan, pemurnian, dan pengujian senyawa yang ditemukan.

#### Pengumpulan dan Penyiapan Bahan Tumbuhan.

Bahan tumbuhan yang digunakan adalah kulit batang *Shorea leprosula* Miq. yang dikumpulkan dari kebun percobaan Departemen Kehutanan dan Perkebunan, Darmaga, Bogor, pada bulan Juni 2001. Untuk konfirmasi keabsahan sampel, spesimen tumbuhan diperiksa di Herbarium Bogoriense, Balai Penelitian dan Pengembangan Biologi, LIPI di Bogor. Kulit batang *S. leprosula* Miq. yang telah dikumpulkan, dicuci dengan air, dipotong kecil-kecil, dijemur sampai kering, kemudian dihaluskan dengan mesin penggiling.

#### Bahan Kimia dan Pelarut yang Digunakan

Bahan kimia padat yang digunakan sebagai fasa diam pada proses kromatografi adalah silika gel Merck G<sub>60</sub> 70-230 mesh, silika gel Merck G<sub>60</sub> 230-400 mesh, dan silika gel GF<sub>254</sub>. Untuk memonitor hasil kromatografi digunakan pelat KLT silika gel 60 GF<sub>254</sub> dan penampak noda larutan Ce<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> encer dalam H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 15 %.

Pelarut yang digunakan untuk keperluan ekstraksi dan kromatografi adalah aseton, heksan, benzen, kloroform, etil-asetat, metanol dan metilen klorida dengan kualitas teknis yang telah didestilasi. Untuk keperluan kristalisasi dan pengukuran spektrum UV digunakan pelarut berkualitas pro analisis.

#### Peralatan Yang Digunakan

Peralatan yang digunakan dalam penelitian ini meliputi peralatan gelas dan peralatan pendukung. Peralatan

gelas yang digunakan adalah peralatan gelas yang lazim digunakan dalam percobaan kimia organik, sedangkan peralatan pendukung yang digunakan adalah alat penetapan titik leleh mikro Fisher John, Spektrum UV Varian Cary 100 Conc., spektrofotometer FTIR ONE Perkin Elmer.

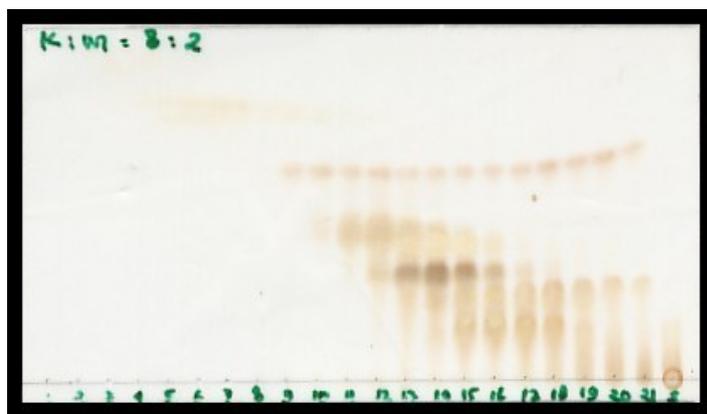
#### Isolasi (+)- $\alpha$ -viniferin dari Kulit Batang *S. leprosula* Miq.

Sebanyak 7 kg serbuk kulit batang *S. leprosula* Miq. dimaserasi dengan aseton selama 24 jam. Ekstrak aseton cair berwarna ungu kecoklatan diperoleh dengan cara penyaringan. Maserasi dengan aseton diulangi sampai 4 kali agar kandungan kimia dalam kulit batang terekstraksi semaksimal mungkin, dan proses ini dimonitor dengan KLT. Ekstrak aseton digabung, kemudian dipekatkan dengan evaporator, menghasilkan ekstrak kental berwarna coklat sebanyak 259,2 gram. Ekstrak aseton yang telah dipekatkan, dilarutkan dalam 100 ml metanol, kemudian dipartisi dengan 4 x 200 *n*-heksana. Hasil yang diperoleh untuk fraksi metanol dan fraksi *n*-heksan berturut-turut adalah 225,2 dan 28,3 gram. Fraksi metanol dilarutkan dengan 100 ml aseton kemudian ditambahkan 1 L dietileter. Fraksi terlarut dalam aseton-dietileter dipisahkan dengan penyaringan, kemudian dipekatkan dengan evaporator. Kromatografi vakum cair terhadap 70 gram ekstrak aseton-dietileter dilakukan secara bertahap, masing-masing sekitar 15–20 gram menggunakan silika gel G<sub>60</sub> GF<sub>254</sub> sebagai fasa diam dan eluen campuran etil-asetat-*n*-heksana, etil-asetat, etil-asetat-metanol, dan metanol. Berdasarkan hasil monitor dengan KLT (Gambar 1), 22 fraksi yang diperoleh dapat digabung menjadi 5 fraksi gabungan dengan jumlah berturut-turut adalah A = 2.645 mg, B = 838 mg, C = 1.109 mg, D = 13.653 mg, dan E = 6.167 mg.

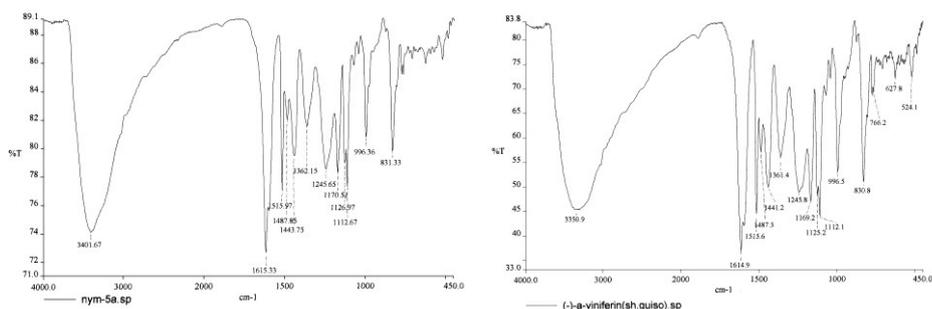
Fraksinasi lebih lanjut terhadap fraksi D dengan KVC menggunakan eluen campuran etilasetat-*n*-heksana-metanol, menghasilkan empat fraksi gabungan. Fraksi gabungan kedua sebanyak 1479 mg, difraksinasi lebih lanjut dengan kromatografi radial dan kromatografi kolom tekan menggunakan eluen metanol-kloroform (5-10%), menghasilkan tiga fraksi gabungan. Fraksi gabungan kedua difraksinasi dengan kromatografi radial menggunakan eluen etilasetat-*n*-heksana (40-50%) menghasilkan empat fraksi gabungan. Fraksi gabungan keempat dimurnikan dengan kromatografi permeasi gel sephadex LH-20 dengan eluen metanol menghasilkan serbuk kuning kecoklatan. Rekrystalisasi dengan aseton-kloroform memberikan serbuk kuning sebanyak 119 mg dengan titik leleh 235 °C (terurai) dan  $[\alpha]_D^{20} + 58^0$  (c 0,1 MeOH). Spektrum UV (MeOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ): 226 (sh 4.96), 285 (4.28) nm, (MeOH+ NaOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ): 248 (sh 4.73), 292 (4.32) nm. IR ( $\nu_{maks}$ , KBr): 3401, 1615, 1515, 1443, 1362, 1245, 1170, 1112, 996, 831  $cm^{-1}$ .

#### HASIL DAN PEMBAHASAN

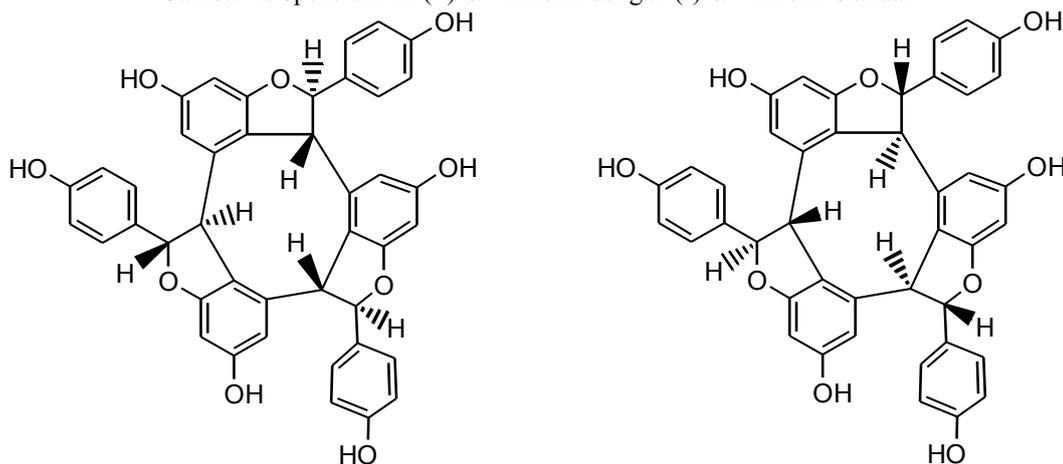
(+)- $\alpha$ -viniferin diperoleh berupa serbuk kuning sebanyak 119 mg dengan titik leleh 235 °C (terurai) dan  $[\alpha]_D^{20} + 58^0$  (c 0,1 MeOH). Spektrum UV dalam pelarut metanol menunjukkan serapan pada  $\lambda_{maks}$  285 nm, dan tidak mengalami pergeseran batokromik dengan penambahan NaOH, mengisyaratkan adanya kromofor fenolik yang tidak terkonjugasi. Dugaan adanya gugus fenol juga didukung oleh spektrum IR (KBr) yang menunjukkan adanya serapan gugus -OH pada  $\nu_{maks}$  3401  $cm^{-1}$ , C=C aromatik pada  $\nu_{maks}$  1615 dan 1515  $cm^{-1}$ , serta cincin 1,4-disubstitusi benzen pada  $\nu_{maks}$  831  $cm^{-1}$ .



Gambar 1. Kromatogram hasil KVC fraksi aseton-dietileter



Gambar 2. Spektrum IR (+)- $\alpha$ -viniferin dengan (-)- $\alpha$ -viniferin standar



Gambar 3. Struktur molekul (+)- $\alpha$ -Viniferin dan (-)- $\alpha$ -viniferin standar

Spektrum IR senyawa ini identik dengan spektrum IR (-)- $\alpha$ -viniferin standar dengan derajat kesesuaian 99,1 % (Gambar 2). Uji kromatografi lapis tipis dengan tiga sistem eluen yang berbeda juga menunjukkan harga Rf yang sama, masing-masing 0,5 pada eluen kloroform-metanol (8:2), 0,5 pada eluen kloroform-aseton (1:1), dan 0,2 pada eluen metilenklorida-metanol (9:1). Data fisik yang membedakan antara kedua senyawa ini adalah harga absolut putaran optik, dimana senyawa hasil isolasi mempunyai  $[\alpha]_D^{20} + 58^0$ , sedangkan (-)- $\alpha$ -viniferin standar mempunyai  $[\alpha]_D^{20} - 58^0$  pada konsentrasi dan pelarut yang sama (c 0,1 MeOH). Oleh karena itu, dapat disimpulkan bahwa senyawa hasil isolasi adalah (+)- $\alpha$ -viniferin yang merupakan enantiomer dari (-)- $\alpha$ -viniferin. Hasil penelusuran literatur juga menunjukkan bahwa kedua senyawa ini tidak dapat dibedakan dengan spektrum  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  NMR.<sup>7</sup>

### KESIMPULAN

Penelitian ini telah berhasil mengisolasi (+)- $\alpha$ -viniferin, suatu trimer stilben yang cukup aktif terhadap benur udang (*Artemia salina*) dengan  $\text{LC}_{50}$  47,7  $\mu\text{g/ml}$ .

### DAFTAR PUSTAKA

Heyne, K., (1986), "Tumbuhan Berguna Indonesia vol II", Balai Kehutanan Indonesia, Departemen Kehutanan, Jakarta, 1420

- Newman, M.F., Burges, P.F., and Whitmore, T.C., (1999), "Pedoman Identifikasi Pohon Dipterocarpaceae Pulau Kalimantan", Prosea Indonesia, Bogor.
- Cronquist, A., (1981), "An Integrated System of Classification of Flowering Plant", Columbia Univ. Press, New York, 317-318.
- Sotheeswaran, S. and Pasupathy, V., (1993), "Distribution of Resveratrol Oligomer in Plants", *Phytochemistry*, 32(5), 1083-1092.
- Seo, E.K., et al., (1999), "Resveratrol Tetramers from *Vatica diospyroides*", *J.Org.Chem.*, 64, 6976-6983.
- Inamori, Y., et al., (1991), "The Inhibitory Effect of 3,3',4,5'-tetrahydroxystilbene, A Constituent of *Cassia garrettiana*, on Anti-IgE-Induced Histamine Release from Human Basophils in vitro", *Chem.Pharm.Bull.*, 39, 805-807.
- Kitanaka, S., et al., (1990), "(+)- $\alpha$ -viniferin, an Anti-inflammatory Compound from *Caragana chamlagu* Root", *Chem.Pharm.Bull.*, 38, 432-435.
- Ono, M., et al., (1995), "Four New Glycosides of Stilbene Trimer from *Foeniculi Fructus* (Fruit of *Foeniculum vulgare* Miller)", *Chem. Pharm. Bull.*, 43(5), 868-871.
- Oshima, Y., et al., (1993), "Ampelopsins F and G, Novel Bridged Plant Oligostilbenes from *Ampelopsis brevipedunculata* var. *hancei* Roots (Vitaceae)", *Tetrahedron*, 49(26), 5801-5804.

- Pryce, R.J. and Langcake, P., (1977), “ $\alpha$ -viniferin: An Antifungal Resveratrol Trimer from Grapevines” *Phytochemistry*, 16, 1452-1454.
- Sultanbawa, M.U.S., Surendrakumar, S., and Bladon, P., (1987), “Distichol, An Antibacterial Polyphenol from *Shorea distica*”, *Phytochemistry*, 26(3), 799-801.
- Ito, T., et.al., 2000, “Stilbenoids Isolated from Stem Bark of *Shorea hemsleyana*”, *Chem. Pharm. Bull.*, 48(7), 1001-1005.
- Sung, S.H., et.al., (2002), “(+)- $\alpha$ -viniferin, a stilbene trimer from *Caragana chamlague*, inhibits Acetylcholinesterase”, *Biol. Pharm. Bull.*, 25(1), 125-127.