

**ISOLASI SENYAWA FENOLIK DARI FRAKSI SEMIPOLAR
EKSTRAK DAUN *Aglaiia speciosa***

**THE PHENOLIC COMPOUNDS FROM THE SEMIPOLAR FRACTION
OF *Aglaiia speciosa* LEAVES**

Adia Putra Wirman, Lucy Efrieni, Yunazar Manjang, Rizal Fahmi

Laboratorium Kimia Bahan Alam, Jurusan Kimia, FMIPA
Universitas Andalas Padang
Kampus Unand Limau Manis, Padang 25163
Email: apewewirman@gmail.com (Adia Putra Wirman)

ABSTRAK

Telah diisolasi dua senyawa fenolik dari fraksi ekstrak kasar metanol daun kering *Aglaiia speciosa*. Pemisahan komponen dilakukan dengan kromatografi kolom secara elusi bergradien (n-heksana : etil asetat : metanol) kemudian diikuti dengan penghabluran ulang menggunakan n-heksana : etil asetat. Senyawa pertama (non flavonoid) berupa amorf putih (dekomposisi 257 °C), dari spektrum UV memperlihatkan λ_{max} (metanol) 235 nm, 275 nm (bahu) dan spektrum IR dengan serapan penting pada 3200 cm^{-1} , 1625 cm^{-1} , 1465 cm^{-1} , dan 840 cm^{-1} . Senyawa kedua berupa amorf kuning muda (dekomposisi 227 °C) dan berdasarkan spektrum UV dan IR, disarankan sebagai 5, 7, 4' –trihidroksiflavan yang merupakan tipe viteksin. Struktur sebenarnya dari kedua senyawa tersebut belum dapat ditentukan.

Kata kunci: daun *Aglaiia speciosa*, fenolik, flavonoid, viteksin.

ABSTRACT

Two phenolic compounds have been isolated from ethyl acetate fraction of the crude methanolic extract from A. speciosa dried leaves. It was separated by column chromatography with gradient elution (n-hexane : ethyl acetate : methanol) then followed by precipitation from n-hexane : ethyl acetate. The first isolate was a non flavonoid, white amorphous solid (dec. 257 °C), UV spectra λ_{max} (methanol) 235 nm, 275 nm (sh) and IR spectra ν_{max} KBr 3200 cm^{-1} , 1625 cm^{-1} , 1465 cm^{-1} and 840 cm^{-1} . The second isolate was a light yellow amorphous solid (dec. 227 °C) and suggested as 5,7,4'-trihydroxyflavone of vitexin type base on its UV and IR spectra. The exact structure of those two compounds could not be determined yet.

Key words: *Aglaiia speciosa* leaves, phenolic, flavonoid, vitexin.

Pendahuluan

Tumbuhan *Aglaiia* merupakan tumbuhan tingkat tinggi yang hidup di daerah hutan tropis. Telah dilaporkan genus *Aglaiia* (Meliaceae) merupakan salah satu insektisida alami dari golongan siklopentatetrahidrofuran. Empat jenis *aglaia* yang tumbuh di Indonesia dan Vietnam yaitu *A. elliptica*, *A. odorata*, *A. dupperreana*, dan *A. harmsiana* dilaporkan mengandung 17 senyawa siklopentatetrahidrobenzofuran dengan aktifitas insektisida kuat dan 14 di antaranya merupakan senyawa baru (Nugroho *et al.*, 1997). Sementara itu *A. argantea* yang banyak ditemukan di daerah Malaysia telah diteliti mengandung senyawa aktif yang dapat memecah sel. Senyawa aktif tersebut adalah argenteanone A dan B dari golongan sikloartena (Omobuwajo dan Martin, 1996). Spesies lain dari *aglaia* yang telah diteliti adalah daun *A. laxiflora* yang menghasilkan flavonol-sinamat dan isoflavon dari kulit batang *A. ferrugineae* (Dean *et al.*, 1993). Dua senyawa glabretal dari tipe triterpenoid juga ditemukan dari kayu *A. ferruginea* (Mulholland dan Monke, 1993).

Ada dua genus *Aglaiia* yang telah ditemukan di daerah Harau-Payakumbuh, Sumatera Barat yaitu *A.*

odoratissima dan *A. speciosa*. Hasil studi literatur telah dilaporkan beberapa senyawa dari *A. odoratissima*. Sementara itu *Aglaiia speciosa* dari hasil uji fitokimia menunjukkan adanya kandungan senyawa triterpenoid, steroid, dan fenolik pada bagian daun, kulit batang, dan kayu tumbuhan ini. Salah satu hasil penelitian yang telah dilaporkan adalah senyawa β -sitosterol dari fraksi non polar ekstrak daun *A. speciosa* (Santoni *et al.*, 2000).

Penelitian ini merupakan salah satu bagian dari penelitian menyeluruh terhadap kandungan metabolit sekunder dalam *A. speciosa*. Pada penelitian ini akan diisolasi fenolik yang memiliki kadar cukup tinggi dalam daun *A. speciosa*. Dari hasil penelitian ini diharapkan dapat mengetahui jenis fenolik dalam daun *A. speciosa* sebagai upaya melengkapi data kandungan kimia tumbuhan ini.

Isolasi dilakukan dengan cara penyarian secara maserasi dengan menggunakan metanol, pemisahan komponen dilakukan dengan cara kromatografi kolom dan pemurnian dilakukan dengan cara rekristalisasi. Untuk menentukan struktur dari senyawa hasil isolasi dilakukan secara

fisika, kimia, spektroskopi ultraviolet, dan spektroskopi infra merah.

Metode Penelitian

Peralatan yang digunakan antara lain peralatan destilasi, *rotary evaporator*, Fisher *melting point apparatus*, timbangan analitis, dan peralatan gelas yang biasa digunakan dalam laboratorium. Bahan yang digunakan pelarut organik berderajat teknis antara lain, metanol, etil asetat, aseton, kloroform, dan n-heksana. Sedangkan untuk pereaksi yang digunakan antara lain, H₂SO₄, HCl, logam Mg, I₂ dragendorf, Lieberman-buchard, FeCl₃ dan silika gel. Berdasarkan hasil uji pendahuluan fitokimia yang menyatakan bahwa bagian daun *A. speciosa* terkandung fenolik yang cukup tinggi. Maka dicoba untuk mengisolasi fenolik dari fraksi semipolar ekstrak daun *A. speciosa*. Proses isolasi dimulai dari maserasi serbuk kering daun *A. speciosa* (1,4 kg) dengan metanol (4 x 2 liter/4 hari). Ekstrak metanol dikumpulkan dan dipekatkan sehingga diperoleh ekstrak kasar berupa massa semi solid (200 g). Sebagian ekstrak pekat ini difraksinasi berturut-turut dengan n-heksana dan etil asetat kemudian dipekatkan *in vacuo* sehingga diperoleh ekstrak pekat n-

heksana hijau pekat (15 g) dan ekstrak pekat etil asetat berwarna coklat hijau (16 g).

Hasil monitoring KLT massa semi solid ekstrak etil asetat memperlihatkan tidak adanya pemisahan yang baik (*tailing*), maka dilakukanlah pemisahan menggunakan kromatografi kolom dengan sistem elusi bergradien (n-heksana : etil asetat dan etil asetat : metanol), elusi bergradien ini menghasilkan 15 fraksi (pita) yang dikumpulkan berdasarkan warna pita masing-masing fraksi kolom.

Hasil uji kandungan metabolit sekunder terhadap ke 15 fraksi menunjukkan, fraksi 7 sampai fraksi 15 positif fenolik dan pada Kkt 2 arah memberikan indikasi adanya flavonoid, di daerah aglikon flavonoid. Salah satu dari fraksi ini yaitu fraksi 11 memberikan endapan putih. Endapan ini kemudian dipisahkan dari fasa organiknya kemudian dicuci dengan air dan dikristalisasi dengan aseton panas, diperoleh amorf putih (dekomposisi 257 °C). Spektrum UV amorf ini tidak menunjukkan indikasi flavonoid. Uji KLT fasa organik dari fraksi 11 memperlihatkan suatu noda berfluoresensi kuning, R_f = 0,4 (aseton). Fraksi organik diuapkan pelarutnya,

sebagian dilarutkan dalam aseton panas dan dibiarkan beberapa lama dan terbentuk lagi endapan putih. Fraksi yang larut dalam aseton dipisahkan dari endapan ini kemudian setelah pelarutnya diuapkan sebagian dan dibiarkan beberapa lama pada temperatur kamar terbentuk endapan kuning. Penghabluran kembali endapan ini dalam etil asetat : n-heksana menghasilkan suatu amorf muda (dekomposisi 227 °C).

Hasil dan Pembahasan

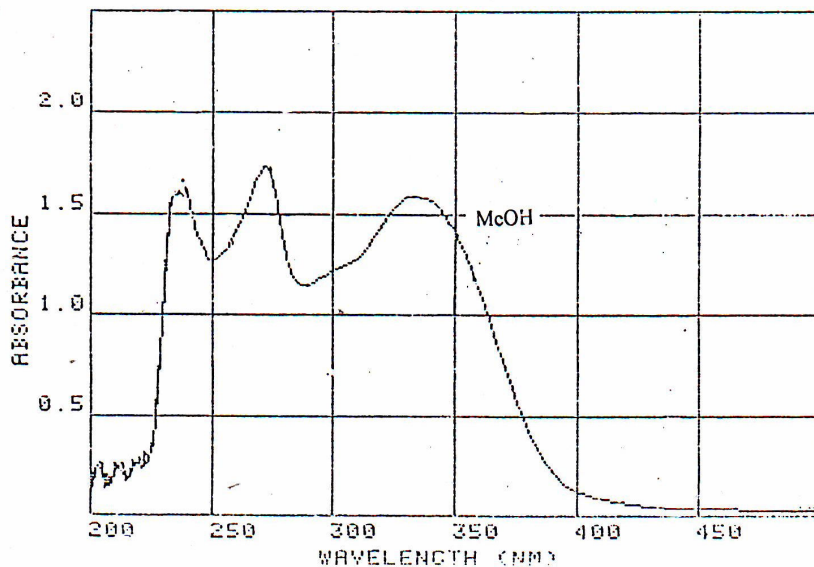
Spektrum UV senyawa fenolik non flavonoid hasil isolasi memperlihatkan serapan maksimum pada 235 nm dan 275 nm (bahu). Spektrum IR senyawa ini memberikan pita serapan pada serapan penting antara lain, pita serapan OH dari suatu sistem enol berupa suatu pita melebar, berpusat pada 3200 cm^{-1} , ikatan rangkap C=C (1625 cm^{-1}). Sistem aromatik tersubstitusi pada 1520 cm^{-1} , 1465 cm^{-1} , 840 cm^{-1} . Analisis lebih lanjut terhadap senyawa ini tidak dilakukan.

Karakterisasi lebih lanjut difokuskan kepada senyawa flavonoid fraksi 11. Berdasarkan uji Kkt 2 arah disimpulkan bahwa senyawa flavonoid ini berupa aglikon dari suatu senyawa

flavon atau flavonol. Spektrum UV (metanol) senyawa flavonoid yang diduga sebagai flavon atau flavonol ini memperlihatkan 2 pita serapan khas flavonoid yaitu pada 272 nm (pita II) dan 331 nm (pita I) dengan intensitas pita II lebih tinggi dibandingkan dengan pita I seperti Gambar 1. Pengaruh pereaksi geser terhadap kedudukan relatif pita II dan pita I dan pita serapan disajikan dalam Tabel 1 dan Gambar 2.

Dari spektrum NaOMe, terlihat pergeseran batokromik pita I sekitar 64 nm (395-331) dengan intensitas naik. Pola spektrum yang demikian memberikan indikasi 4'-OH pada cincin B dan 3-OH pada cincin A cocok untuk senyawa flavon atau flavonol seperti terlihat pada Gambar 3 (Mabry *et al.*, 1970). NaOAc adalah basa yang lebih lemah dari NaOMe karena itu hanya dapat mendeteksi ada tidaknya gugus hidroksil paling asam yaitu gugus 7-OH dalam flavon atau flavonol. Oleh sebab itu pereaksi geser NaOAc terutama berpengaruh terhadap pergeseran pita II yang mengandung gugus 7-OH. Spektrum NaOAc suatu flavon atau flavonol gugus 7-OH bebas menunjukkan pergeseran batokromik pita II sebesar 5-20 nm, pergeseran batrokromik seperti

ini juga teramati pada spektrum senyawa flavonoid hasil isolasi.



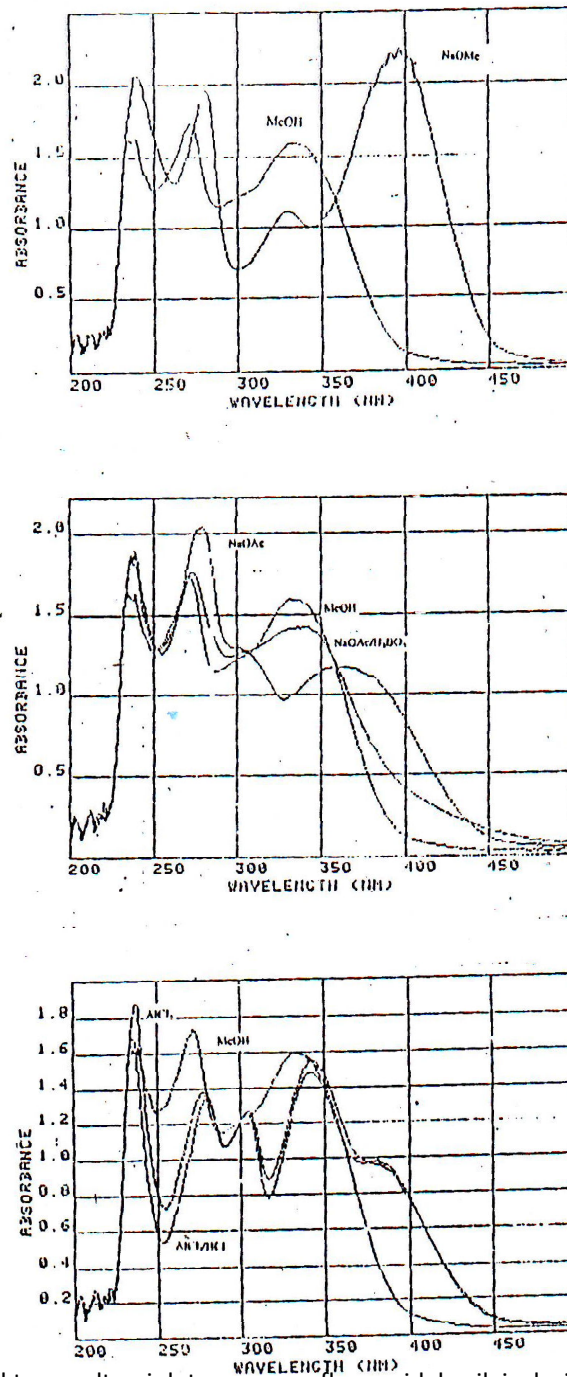
Gambar 1. Spektrum ultraviolet senyawa flavonoid hasil isolasi dalam metanol.

Tabel 1. Pengaruh pereaksi geser terhadap relatif kedudukan pita I dan pita II spektrum metanol senyawa flavonoid hasil isolasi

Pereaksi Geser	Pita II (nm)	Pita I (nm)
-	272	331
NaOMe	280	329,395
NaOAc	270	360, 375 (bahu)
NaOAc/H ₃ BO ₃	273	341, 360 (bahu)
AlCl ₃	278, 304	344, 377 (bahu)
AlCl ₃ /HCl	279, 303	340, 381 (bahu)

Spektrum NaOAc/H₃BO₃ flavon atau flavonol selalu memperlihatkan pergeseran batokromik pita I sebesar 12-30 nm relatif terhadap pita I spektrum metanol jika cincin B mengandung gugus o-hidroksi (Mabry *et al.*, 1970).

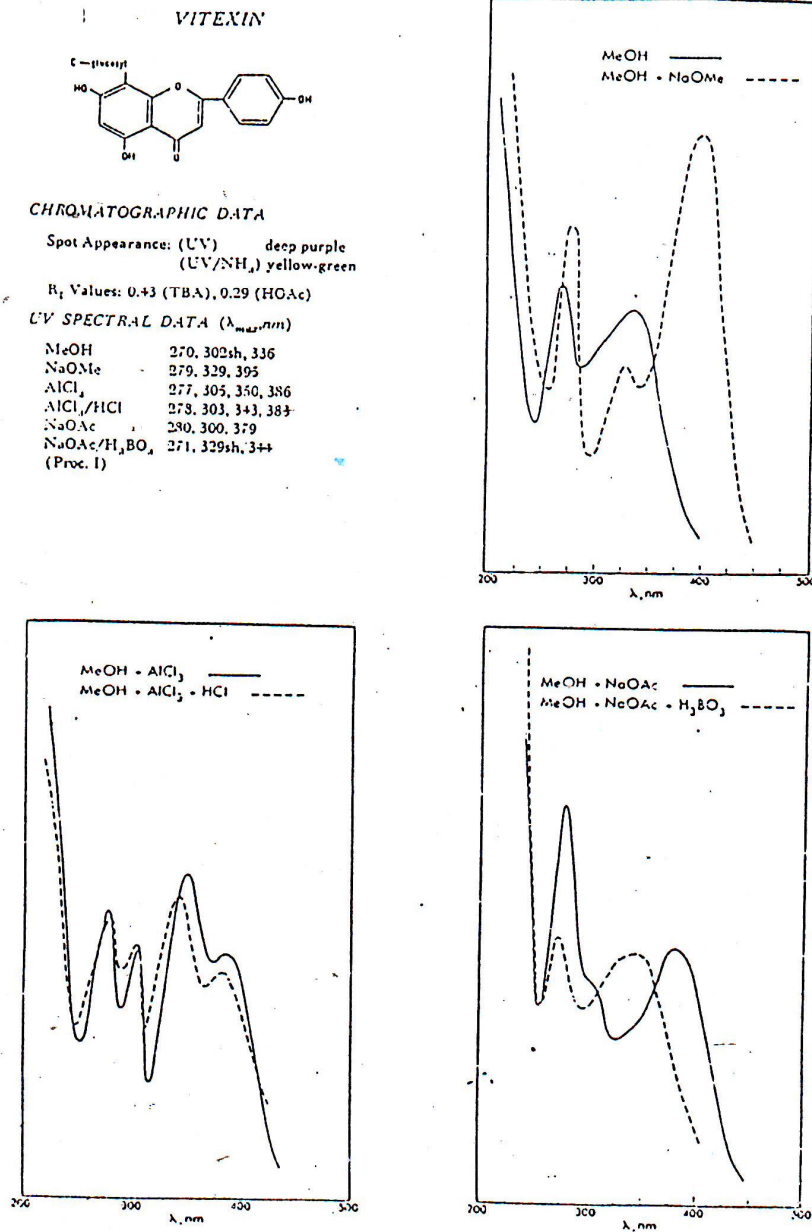
Spesifikasi semacam ini tidak teramati pada spektrum NaOAc/H₃BO₃ senyawa flavonoid hasil isolasi, dengan demikian disimpulkan tidak ada sistem di orto pada cincin B (Mabry *et al.*, 1970).



Gambar 2. (a) Spektrum ultraviolet senyawa flavonoid hasil isolasi dengan pereaksi geser NaOMe (b) Spektrum ultraviolet senyawa flavonoid hasil isolasi dengan pereaksi geser NaOAc/H₃BO₃ (c) Spektrum ultraviolet senyawa flavonoid hasil isolasi dengan pereaksi geser AlCl₃/HCl.

Spektrum $AlCl_3$ dan $AlCl_3/HCl$ terutama digunakan untuk mendeteksi gugus 5-OH dalam senyawa flavonoid. Spektrum $AlCl_3$ dan $AlCl_3/HCl$ selalu memperlihatkan pergeseran batokromik

jika terdapat gugus 5-OH dalam flavonoid. Pergeseran batokromik ini disebabkan $AlCl_3$ dapat membentuk kompleks khelat yang stabil terhadap asam jika terdapat gugus 5-OH.

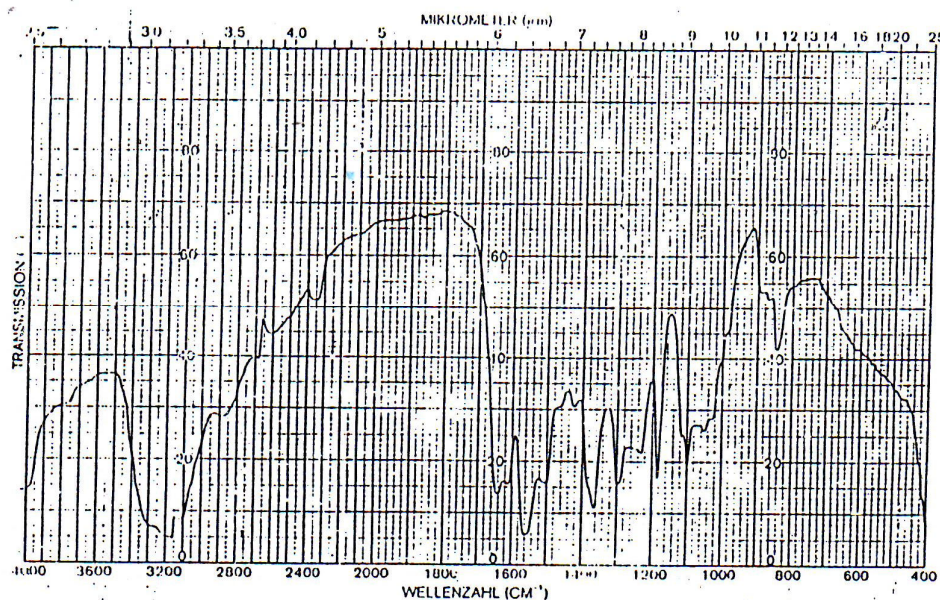


Gambar 3. Spektrum, data UV, dan gambar vitexin (Mabry *et al.*, 1970).

Pergeseran batokromik ini juga teramati pada spektrum AlCl_3 dan AlCl_3/HCl senyawa hasil isolasi, dengan demikian disimpulkan pula senyawa flavonoid hasil isolasi mengandung gugus 5-OH. Merujuk kepada hasil analisis pereaksi geser terhadap spektrum UV senyawa hasil isolasi maka disarankan bahwa senyawa hasil isolasi ini termasuk jenis flavon 5, 7, 4'-trihidroksiflavin. Hasil penelusuran literatur menunjukkan bahwa corak spektrum yang sama juga teramati pada spektrum UV viteksin (Gambar 3),

dengan demikian senyawa flavonoid hasil isolasi disarankan sebagai viteksin tanpa gugus 8-C-glukosil.

Dari data spektrum IR (Gambar 4) mendukung struktur yang disarankan dengan munculnya pita serapan penting antara lain oleh pita serapan melebar OH (3200 cm^{-1}) suatu sistem enol β -diketo, kemudian 1640 cm^{-1} dan 1610 cm^{-1} (sistem karbonil berkonjugasi); 1660 cm^{-1} , 1500 cm^{-1} dan 840 cm^{-1} (sistem aromatik tersubstitusi); 1190 cm^{-1} , 1100 cm^{-1} (gugus alkoksi-OR).



Gambar 4. Spektrum inframerah senyawa flavonoid hasil isolasi.

Kesimpulan

Fraksi etil asetat dari ekstrak metanol daun *A. speciosa* mengandung senyawa fenolik sebagai konstituen utama. Pemisahan senyawa fenolik dari fraksi etil asetat dilakukan dengan kromatografi kolom menggunakan elusi bergradien n-heksana : etil asetat dan etil asetat : metanol. Dari salah satu fraksi etil asetat : metanol dapat dipisahkan 2 senyawa fenolik, senyawa pertama berupa amorf putih (dekomposisi 257 °C), sedangkan senyawa kedua berupa amorf kuning muda (dekomposisi 227 °C) dan diduga sebagai flavonoid. Struktur flavonoid senyawa hasil isolasi disarankan 5, 7, 4'-trihidroksiflavan.

Daftar Pustaka

- Dean, F.M., Monkeh, T.V., Mulholland, D.A., dan Taylor, D.A.H., 1993. An isoflavonoid from *Aglaia ferruginea* an Australian member of the Meliaceae. *Phytochemistry*, 34(6):1537-9.
- Mabry, T.J., Markham, K.R., dan Thomas, M.B., 1970. *The systematic identification of flavonoids*. New York: Springer Verlag.
- Mulholland, D.A., Monkeh, T.V., 1993. Two glabretal type triterpenoids from the heartwood of *Aglaia ferruginea*. *Phytochemistry (oxford)*, 34(2):579-580.
- Nugroho, B.W., Wray, V., Witte, L., Hung, P.D., Keit, L.C., Proksch, P., 1998. New insecticidal recoglamide derivatives from tropical *Aglaia* spp. (Meliaceae). *J Pharm*, 13.
- Omobuwajo, O.R., Martin, M.T., 1996. Cytotoxic cycloartane from *Aglaia argantea*. *Phytochemistry (oxford)*, 41(5):1325-1328.
- Santoni, A., Fahmi, R., dan Wirman, A.P., 2000. Isolasi steroid dari fraksi non polar ekstrak daun *Aglaia speciosa*. *Jurnal Matematika dan Pengetahuan Alam*, 9(1):30-34.