

## Senyawa Hiptolida dan Pektinolida dalam Fraksi Diklorometana dari Daun *Hyptis pectinata* Poit

Meiny Suzery, Merry Gultom, Bambang Cahyono

Laboratorium Kimia Organik Jurusan Kimia, Fakultas Sains dan Matematika Undip, Semarang  
Jalan Prof. Soedarto, Tembalang, Semarang 50275, Telepon (024) 7474754

### ABSTRAK

*Hyptis pectinata* Poit merupakan salah satu tanaman *Lamiaceae*, tanaman ini tumbuh subur dan mudah diperoleh pada tempat yang cukup sinar matahari. Penelitian ini bertujuan untuk memperoleh senyawa bioaktif yang terdapat dalam fraksi diklorometana dari daun *Hyptis pectinata* Poit. Metode pemisahan menggunakan teknik kromatografi dan penentuan struktur menggunakan spektroskopi inframerah dan GC/MS. Hasil pemisahan dengan kolom kromatografi diperoleh kristal dengan titik leleh titik leleh 88,5-89<sup>0</sup>C, spektrofotometer inframerah memiliki serapan bilangan gelombang 1735 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus  $\alpha,\beta$  lakton tak jenuh sebagai kerangka dasar dari senyawa hiptolida. Sedangkan yang berupa cairan dianalisis dengan GC-MS pada waktu retensi 11,701 menit dan m/z pada 239 dengan base peak 43 sebagai kerangka dasar dari senyawa pektinolida.

**Keywords:** *Hyptis pectinata* Poit, BSLT, Hiptolida, Pektinolida

### PENDAHULUAN

Tumbuhan *Hyptis pectinata* Poit dikenal sebagai “sambacaita” atau “canundiho” di Brazil dan didaerah tropis lainnya sangat mudah ditemukan seperti Meksiko, India dan Indonesia (Boalino, 2003). *Hyptis pectinata* Poit dilaporkan penggunaannya untuk *nasopharyngitis*, infeksi yang disebabkan oleh bakteri dan jamur (Aquino dkk., 2010), analgesik (Arrigoni-Blank dkk., 2008), insektisida (Ladan dkk., 2011), antinociceptive dan antidematogenik (Bispo dkk., 2001). Di Indonesia tanaman ini hanya sebagai tanaman liar dan tumbuh subur di daerah yang cukup sinar matahari.

Pada dua dasawarsa terakhir ini, penelitian yang berhubungan dengan tanaman *Hyptis pectinata* Poit lebih diorientasikan pada senyawa-senyawa dengan kerangka dasar lakton seperti hiptolida. Senyawa ini pertama kali diisolasi dari ekstrak etanol oleh Gorter (1920) dan Birch dan Butler (1964). Selanjutnya stereokimia dari hiptolida sebagai kerangka  $\alpha,\beta$  lakton tak jenuh oleh SA achmad (1987). Disamping itu, *Hyptis pectinata* Poit juga mengandung senyawa 5,6- dihidroksi- $\square$ - pirone seperti pektinolida A-C (Miranda, 1993), senyawa 2(5H) furanone seperti Pektinolida D-G (Boalino, 2003). Reaksi epoksidasi pada ikatan rangkap hiptolida telah berhasil ditransformasi menjadi senyawa epoksi hiptolida (Suzery, 1991). Namun, isolasi terhadap

fraksi semipolar belum pernah dilakukan. Sehingga pada penelitian ini dilakukan isolasi menggunakan pelarut diklorometana dari tanaman *Hyptis pectinata* Poit.

### METODE PENELITIAN

Penelitian yang dilaksanakan di Laboratorium Kimia Organik, Fakultas Sains dan Matematika, Universitas Diponegoro, yakni uji penapisan fitokimia, isolasi senyawa bioaktif dari fraksi semipolar menggunakan diklorometana dari *Hyptis pectinata* Poit dan identifikasi menggunakan Spektroskopi GC-MS, FTIR.

### Persiapan Bahan Baku

Daun *Hyptis pectinata* Poit sebanyak 1 kg dikumpulkan dari desa Kanayakan, Dago Timur Bandung pada bulan November 2011. Daun dipotong-potong dan dikeringkan dalam oven dengan suhu 50<sup>0</sup>C, simplisia yang telah kering dibuat serbuk.

### Ekstraksi

Sebanyak 710,82 gram bubuk *Hyptis pectinata* Poit dimaserasi dalam larutan metanol (CH<sub>3</sub>OH) 10L selama 4x24 jam kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh dipekatkan dengan *rotary vacuum evaporator* hingga sepertiga volume, ditambahkan aquades (H<sub>2</sub>O) dengan perbandingan 1:1 lalu didiamkan 1x24 jam hingga terbentuk dua lapisan.

Lapisan bagian atas berupa lapisan metanol-air yang berwarna kuning sedangkan lapisan bagian bawah berupa endapan klorofil yang berwarna hijau. Lapisan bagian atas sebagai ekstrak metanol-air difraksinasi dengan metode ekstraksi cair-cair menggunakan pelarut diklorometana.

### Pemisahan dengan Kromatografi Kolom

Pemisahan dengan metode kromatografi kolom menggunakan eluen diklorometana sebagai fasa gerak dan sebagai fasa diam digunakan silika gel 60G. Fraksi-fraksi yang mempunyai pola noda yang sama digabung, sehingga diperoleh fraksi A, B, C dan D. Fraksi A, B, dan C berupa padatan dan fraksi D berupa cair (minyak).

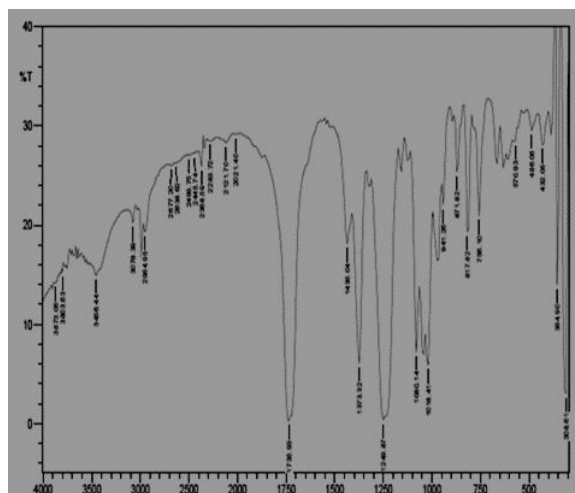
### Analisis Isolat

Isolat berupa padatan terlebih dahulu dimurnikan dengan cara rekristalisasi dengan dietil eter sampai diperoleh kristal murni. Analisis selanjutnya adalah pengukuran titik leleh dengan Fisher John *melting point apparatus*. Analisis struktur dengan Spektrofotometer inframerah. Sedangkan isolate yang berupa minyak dilakukan GC-MS.

### HASIL DAN PEMBAHASAN

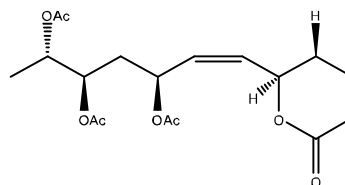
Hasil pemisahan terhadap fraksi diklorometan diperoleh 4 fraksi yaitu fraksi A, B, C dan D. Fraksi A, B dan C diperoleh dalam bentuk padatan dan kemudian digabung dan direkristalisasi dengan pelarut eter. Dari hasil rekristalisasi diperoleh kristal berbentuk jarum dengan titik leleh 88,5-89<sup>0</sup>C. dari range titik leleh yang diperoleh berkisar 1-2 <sup>0</sup>C, dapat disimpulkan bahwa isolat telah murni. Selain itu hasil penentuan titik leleh dari isolat tidak jauh berbeda dengan titik leleh dari senyawa hiptolida yang dilaporkan oleh Gorter pada tahun 1920 (88,5<sup>0</sup>C), Birch dan Butler pada tahun 1984 (88,5<sup>0</sup>C) dan Achmad, S A., 1987 (87-88<sup>0</sup>C). Seperti diketahui beberapa tetapan fisika seperti harga R<sub>f</sub> dan titik leleh masih digunakan sebagai identifikasi senyawa, namun masih banyak senyawa yang memiliki titik leleh yang sama mempunyai struktur yang berbeda. Untuk itu perlu dilakukan analisis dengan spektrofotometer infra merah. Dari hasil analisis terhadap isolat (gambar 1) memberikan puncak-puncak yang karakteristik. Puncak pada 2954 cm<sup>-1</sup> merupakan regang C-H dari gugus metil. Puncak yang cukup

tajam pada 1735 cm<sup>-1</sup> merupakan puncak yang karakteristik untuk regang C=O karbonil dari gugus ester asetat atau lakton. Adanya puncak yang cukup tajam memberikan indikasi yang sangat penting bahwa lakton dan ester tersebut terkonjugasi dengan ikatan rangkap ( $\alpha$ ,  $\beta$  tak jenuh lakton). Adanya gugus lakton juga didukung oleh adanya puncak karakteristik pada 1240 cm<sup>-1</sup> dan 1080 cm<sup>-1</sup> merupakan regang C-O yang spesifik untuk gugus lakton dan ester asetat.



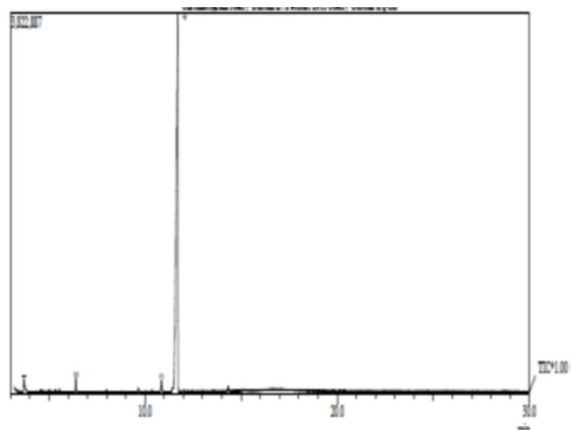
Gambar 1. Spektrum inframerah isolat dari fraksi diklorometana Hyptis pectinata Poit

Berdasarkan data analisis isolat diatas memiliki pita serapan pada bilangan gelombang 1735 cm<sup>-1</sup> menunjukkan adanya gugus  $\alpha$ ,  $\beta$  lakton tak jenuh sebagai kerangka dasar dari senyawa hiptolida. Struktur isolate dari fraksi diklorometan dapat disimpulkan senyawa hiptolida seperti yang telah diperoleh peneliti sebelumnya disajikan pada gambar 2 berikut.



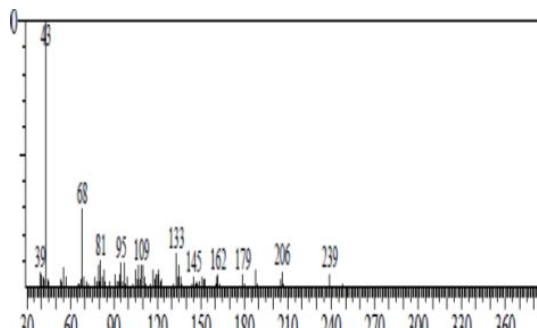
Gambar 2. Struktur Hiptolida

Analisis isolat yang berupa minyak dilakukan dengan GC-MS (gambar 3)



**Gambar 3.** Kromatogram isolate berupa minyak dari fraksi diklorometana *Hyptis pectinata*

Spektrum massa dari senyawa hasil isolasi fraksi D dari fraksi diklorometana tercantum pada gambar 4. menunjukkan isolat terdeteksi pada puncak ion molekul  $m/z$  239 dengan puncak dasar pada  $m/e$  43. Puncak pada  $m/e$  68, 109 dan 133 pada senyawa yang berkerangka 5,6-dihidroksi- $\alpha$ - pirone seperti pektinolida. Namun struktur secara lengkap belum dapat diusulkan.



**Gambar 4.** Spektrogram isolate berupa minyak dari fraksi diklorometana *Hyptinata*

#### KESIMPULAN

1. Kristal yang diperoleh dari fraksi diklorometana dengan titik leleh  $88,5-89^{\circ}\text{C}$ , dan pada bilangan gelombang  $1735\text{ cm}^{-1}$  menunjukkan adanya gugus  $\alpha,\beta$  lakton tak jenuh sebagai kerangka dasar dari senyawa hiptolida.
2. Isolat yang berupa minyak dari fraksi diklorometana dengan GC-MS pada waktu retensi 11,701 menit dan  $m/z$  pada 239 yang diduga merupakan senyawa berkerangka dasar dari senyawa pektinolida

#### UCAPAN TERIMA KASIH

Penelitian ini sebagai dananya dibiayai oleh Direktur Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat Direktorat Jendral Pendidikan Tinggi (DP2M Ditjen DIKTI) Kementerian Pendidikan Nasional Tahun Anggaran 2011, melalui DIPA No. 0596/023-04.2-16/13/2011 tanggal 20 Desember 2011.

#### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Ahmad, S., Hoyer, T., Kjar, A., Prosper, I., Norrestam, R., (1987). Molecular and crystal structure of hpytolide, a naturally occurring  $\alpha$ ,  $\beta$ -unsaturated- $\delta$ -lactone. *Acta Chem. Scand.* B41, 601-609
- [2] Aquino, A., K. A. Wanderley., C.de O. Paivo-Santos., G. F. de Sa., M.R. Alexandre., S. Junior., S. Navickiene., 2010, Coordination polymer adsorbent for matrix solid-phase dispersion extraction of pesticides during analysis of dehydrated *Hyptis pectinata* medicinal plant by GC/MS, *Talanta* , 83, 631–636.
- [3] Arrigoni, B.M.F., Antonioli A., L.C. Caetano., D.A. Campos., A.F. Blank., 2008, Antinociceptive activity of the volatile oils of *Hyptis pectinata* Poit. (Lamiaceae) genotypes, *Phytomedicin*, 334-339
- [4] Birch A.J., and Butler, D.N., (1964) the *Journal Chemical Society*.p. 4167
- [5] Bispo M., Moura R., Franzotti E., Bomfim K., Arrigoni-Blank M., Moreno M., Marchioro M., Antonioli A., 2001, Antinociceptive and antiedematogenic effects of the aqueous extract of *Hyptis pectinata* Poit leaves in experimental animals, *Journal of Ethnopharmacology* 76, 81–86.
- [6] Boalino M., Dionne, Joseph D. Connolly, Stewart McLean, William F.Reynolds, Winston F,tinto, 2003,  $\alpha$ -Pyrone and a 2(5H) – furanone from *Hyptis pectinata* Poit, *Phytochemistry* 64,1303-1307.
- [7] Gorter, k. (1920), *Bull. Jard. Bot. Buitenzorg I.* p. 327

- [8] Ladan, Z., Anuoitan, J., Oyewele A, Okonkwol E, Ladan E, Odjobo B, Habila N, 2011, Chemical composition and biological activity of the volatile oils of *Hyptis spicigera* against *Trypanosoma brucei brucei*, (Tbb) found in Northern Nigeria, 5 (4), 53-58.
- [9] Miranda, R.P., Hernandez, P., Villavicencio, M.J., Novelo, M., Ibarra, P., 1993, Structure and Stereochemistry of Pectinolides A-C, Novel Antimicrobial and Cytotoxic 5,6-Dihydro of  $\alpha$ -pirones from *Hyptis pectinata* Poit, *Journal of Natural Products*, 56,583-593