

# ISOLASI SENYAWA STEROID $\beta$ -SITOSTENON DARI EKSTRAK METANOL TANAMAN DAUN DEWA (*GYNURA PSEUDUCHINA* (LOUR) DC)

Roby Gultom

Program Studi S1 Farmasi STIKes Imelda Medan

## Article Info

## ABSTRACT

The isolation of steroid compounds from Dewa Dewa Plants (*Gynura pseudochina* (Lour) DC) has been carried out. The compound extraction process is carried out using maceration using methanol as the solvent. The separation process until purification was carried out using Vacuum Liquid Chromatography (KCV) and radial chromatography. The characteristics of the isolated compounds were identified using the UV, IR and <sup>1</sup>H-NMR spectra. The result of the isolation is suspected to be  $\beta$ -cytostenone.

## Keywords:

Steroids  
Leaf Plants Dewa  
 $\beta$ -cytostenone

This is an open access article under the [CC BY-SA](https://creativecommons.org/licenses/by-sa/4.0/) license.



## Corresponding Author:

Roby Gultom,  
Program Studi S1 Farmasi,  
STIKes Imelda Medan,  
Jl. Bilal No. 52 Kelurahan Pulo Brayan Darat I Kecamatan Medan Timur, Medan - Sumatera Utara.  
Email: [robby.gultom@gmail.com](mailto:robby.gultom@gmail.com)

## 1. INTRODUCTION

Tanaman daun dewa (*Gynura pseudochina* (Lour) DC) merupakan genus *Gynura* dan termasuk dalam famili Asteraceae. *Gynura* ini telah diketahui mengandung komponen aktif alkaloid, flavonoid, terpenoid, tanin, saponin, steroid dan asam klorogenat (Wijayakusuma, 1997). Daun dewa merupakan tanaman yang mudah diperoleh, dapat tumbuh di segala musim, dan mempunyai banyak khasiat. Tanaman ini memiliki bioktivitas sebagai anti koagulan, antikarsinogen, antimutagenitas, antibakteri, antipembengkakan, antikanker, obat demam, penurunan kadar gula darah dan luka bakar (Dondin, 2001).

Berdasarkan studi literatur yang dilakukan, informasi mengenai kandungan kimia dan bioaktivitas dari daun tanaman daun dewa masih belum terlalu banyak dilaporkan. Kandungan kimia yang telah dilaporkan adalah senyawa kuersetin 3-rutinosida, asam 4,5-dikafeolkuinat dan asam 3,5-dikafeolkuinat (Siriwatanametanon dan Heinrich, 2011). Bioaktivitas dari daun dewa masih terbatas pada ekstraknya saja yaitu antikanker dan antioksidan (Alisyahbana 2003; Winarto, 2003). Uji pendahuluan yang dilakukan diketahui daun dewa mengandung senyawa steroid. Berdasarkan pertimbangan tersebut dan melihat potensi kimia yang ada, maka dilakukan isolasi senyawa steroid yang terdapat pada bagian daun tanaman daun dewa (*G. pseudochina* (Lour) DC).

## 2. RESEARCH METHOD

Waktu dan Tempat Penelitian pada penelitian ini dilakukan dari bulan Oktober 2017 sampai Mei 2018 di Laboratorium Kimia Organik, Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam, Universitas Sumatera Utara, Pengukuran spektroskopi UV, IR, dan <sup>1</sup>H-NMR dilakukan di Institut Teknologi Bandung (ITB).

### A. Alat dan Bahan

#### 1. Alat

Alat-alat yang digunakan berupa seperangkat alat destilasi, *rotari evaporator* R-114 Buchi dengan sistem *vakum Buchi* B-169, corong pisah, chamber, pipet kapiler, neraca analitis, kromatografi cair vakum, kromatografi radial, lampu UV, peralatan gelas ukur lainnya yang lazim digunakan di laboratorium kimia, spektrofotometer ultraviolet varian, spektrofotometer FTIR Shimadzu 8400 dan spektrofotometer NMR JEOL, JNMECA 500 (500 MHz), *Hot plate*, bunsen, cawan petri, tabung reaksi.

#### 2. Bahan

Bahan-bahan yang dibutuhkan antara lain daun dari daun dewa, metanol, n-heksana, aseton, kloroform, etil asetat, silika gel G 60 (35-70 mesh), silika gel G 60 (230-400 mesh), KLT silika gel G 60 F<sub>254</sub>, silika gel GF, serum sulfat, akuadest, biakan.

### B. Prosedur Kerja

#### 1. Persiapan Sampel

Sampel daun dari daun dewa kering diperoleh dari Bandung sebanyak 1 kg. Sampel diidentifikasi di 'Herbarium Bogoriense' Bidang Botani Pusat Penelitian Biologi, LIPI, Cibinong.

### C. Ekstraksi

Sampel daun dari daun dewa kering sebanyak 1 kg digiling sampai halus. Daun dari daun dewa yang sudah halus diekstraksi dengan cara direndam (maserasi) menggunakan metanol dengan 3 kali pengulangan. Filtrat yang di dapat dipekatkan dengan cara menguapkan pelarutnya menggunakan *rotari evaporator* sehingga diperoleh ekstrak pekat metanol.

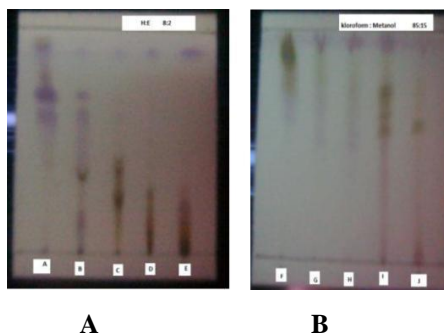
### D. Pemisahan dan Pemurnian Senyawa Aktif

Ekstrak pekat metanol dilakukan pemisahan dengan menggunakan kromatografi cair vakum. Kolom kromatografi cair vakum (diameter 7 cm) diisi dengan menggunakan silika gel G 60 (230-400 mesh) dengan perbandingan 1:10 dengan ekstrak, lalu dipadatkan. Permukaan silika yang telah dipadatkan dalam kolom ditutupi dengan kertas saring. Sebelum dioperasikan, pelarut n-heksana dialirkan pada silika untuk memastikan silika di dalam kolom sudah padat dan rata. Ekstrak pekat dari hasil preabsorpsi selanjutnya dimasukkan dalam kolom, kemudian dielusi dengan menggunakan eluen n-heksana, campuran n-heksana: etil asetat dengan kepolaran bertingkat, campuran etil asetat: metanol dan metanol. Setiap eluat yang keluar ditampung dengan menggunakan vial dan diuapkan sampai kering dengan menggunakan *rotari evaporator*. Setiap eluat dalam vial dilakukan kromatografi lapis tipis dengan eluen yang sesuai. Eluat dalam vial-vial yang menunjukkan pola noda yang sama dikelompokkan menjadi satu fraksi sehingga diperoleh beberapa fraksi. Fraksi yang menunjukkan pola noda dengan pengotor yang lebih sedikit selanjutnya dilakukan pemisahan dan pemurnian lebih lanjut dengan kromatografi radial. Uji kemurnian senyawa hasil isolasi diuji dengan menggunakan pengukuran titik leleh, spektrofotometer ultraviolet, inframerah, dan <sup>1</sup>H-NMR untuk mengidentifikasi struktur senyawa hasil isolasi.

## 3. RESULTS AND ANALYSIS

### Isolasi dan Pemurnian Senyawa dari Daun Tanaman Daun Dewa (*G. pseudochina* (Lour) DC)

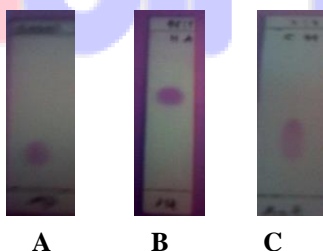
Maserasi yang dilakukan terhadap 1 kg serbuk daun dari tanaman daun dewa menghasilkan ekstrak pekat 35,71 g. Pemisahan terhadap 20 g ekstrak pekat dilakukan dengan kromatografi cair vakum. Hasil pemisahan ini dikelompokkan menjadi 10 fraksi utama dan dilakukan kromatografi lapis tipis terlihat pada Gambar 1.



Gambar 1. Hasil KLT di bawah lampu UV. Fraksi A - E dengan eluen n-heksana dan etil asetat (8:2) (A) dan fraksi F - J dengan eluen kloroform dan metanol (85:15) (B).

Fraksi A (2,14 g) dipilih untuk pemisahan selanjutnya. Pemilihan ini dilakukan berdasarkan pola noda kromatografi lapis tipis yang menunjukkan sedikit noda sehingga untuk tahap selanjutnya lebih mudah dipisahkan. Tahap selanjutnya dilakukan pemisahan dengan menggunakan kromatografi radial menggunakan eluen n-heksana dan etil asetat (95:5) sehingga diperoleh 4 fraksi yaitu fraksi A<sub>1</sub> (0,44 g), A<sub>2</sub> (0,23 g), A<sub>3</sub> (0,23 g), dan A<sub>4</sub> (0,03).

Fraksi dari A<sub>3</sub> (0,23 g) memperlihatkan pola noda tunggal tapi masih ada sedikit pengotor, selanjutnya dimurnikan kembali dengan menggunakan kromatografi radial dengan menggunakan eluen n-heksana : etil asetat (95:5). Sehingga diperoleh senyawa murni yang berupa padatan dengan berat 0,1 g. Kemurnian senyawa hasil isolasi diuji kembali dengan melakukan KLT menggunakan berbagai eluen gambar 2.

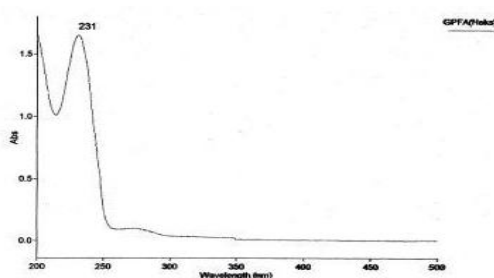


Gambar 2. Hasil KLT A<sub>3</sub> Dengan Berbagai Sistem Eluen. (A) n-heksana : etil asetat (95:5), (B) n-heksana : kloroform (5:5) dan (C) n-heksana: aseton (95:5).

Uji kemurnian selanjutnya dilakukan dengan pengukuran titik leleh. Titik leleh senyawa isolasi adalah 97–98°C. Range  $\pm 2^\circ\text{C}$  memperkuat dugaan bahwa senyawa hasil isolasi telah murni.

#### Identifikasi Senyawa Hasil Isolasi Identifikasi Spektrofotometer UV

Spektrum UV memberikan serapan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  231 nm (Gambar 3). Serapan pada  $\lambda_{\text{maks}}$  tersebut disebabkan karena adanya terjadinya transisi  $\pi \rightarrow \pi^*$  yang berasal dari ikatan rangkap yang terkonjugasi dari senyawa alifatik.

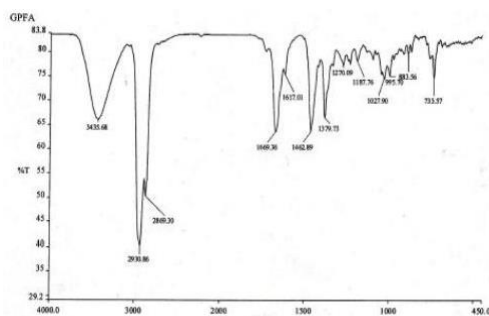


Gambar 3. Spektrum UV Senyawa Hasil Isolasi

#### Identifikasi Spektrofotometer IR

Spektrum inframerah (Gambar 4) mendukung adanya gugus karbonil  $\text{C}=\text{O}$ ,  $\text{C}=\text{C}$  tak jenuh yang terlihat dengan munculnya sinyal pada daerah serapan  $1669\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari vibrasi karbonil terkonjugasi. Selain itu muncul juga daerah serapan pada  $1617\text{ cm}^{-1}$  yang berasal dari vibrasi ikatan rangkap karbon. Serapan pada daerah  $2930\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur asimetri dari C-H alifatik yang diperkuat dengan adanya vibrasi tekuk pada daerah serapan  $1462\text{ cm}^{-1}$  sedangkan serapan pada  $2869\text{ cm}^{-1}$  merupakan vibrasi ulur simetri dari C-H alifatik yang didukung dengan munculnya vibrasi tekuk pada daerah serapan  $1379\text{ cm}^{-1}$ .

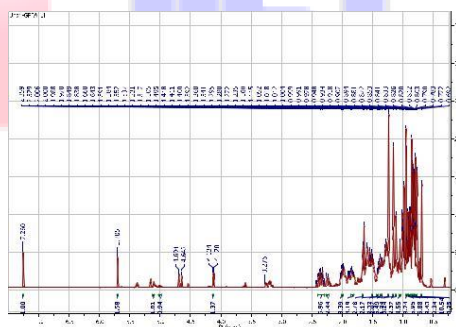
Serapan pada bilangan gelombang  $3435\text{ cm}^{-1}$  lazimnya berasal dari vibrasi gugus hidroksil, tetapi pada senyawa ini diduga bukan vibrasi dari gugus tersebut karena tidak terdapat serapan kuat dari C-O pada daerah serapan  $1000\text{--}1200\text{ cm}^{-1}$ . Berdasarkan hal tersebut diduga bahwa gugus hidroksil tersebut berasal dari plat KBr yang berair.



Gambar 4. Spektrum Inframerah Senyawa Hasil Isolasi

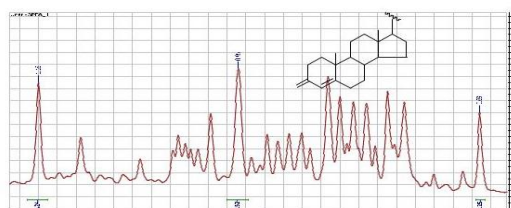
### Identifikasi Spektrofotometer $^1\text{H-NMR}$

Spektrum data dari  $^1\text{H-NMR}$  mendukung bahwa senyawa hasil isolasi merupakan senyawa alifatik yang ditunjukkan dengan munculnya banyak sinyal pada  $^1\text{H-NMR}$  dibawah 3 ppm (Gambar 5).



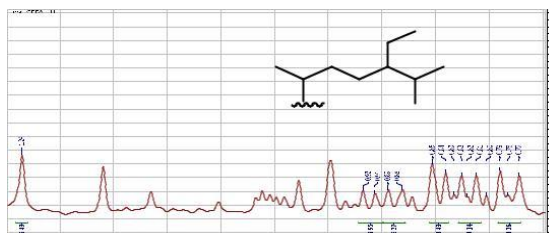
Gambar 5. Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  Senyawa Hasil Isolasi

$^1\text{H-NMR}$  juga memperlihatkan bahwa senyawa hasil isolasi tersebut merupakan campuran dari 3 senyawa steroid dengan kerangka stigmastan. Hal ini didasarkan atas munculnya 6 gugus metil dengan multiplisitas singlet, sedangkan pada sebuah senyawa steroid hanya terdapat 2 gugus metil dengan multiplisitas singlet yaitu pada C-18 dan C-19. Keenam gugus metil tersebut muncul pada  $\delta_{\text{H}}$  1,16 ppm (6H, s) untuk  $2 \times \text{CH}_3$ . Pada daerah  $\delta_{\text{H}}$  0,69 ppm (3H, s) untuk  $1 \times \text{CH}_3$  dan daerah  $\delta_{\text{H}}$  0,95 (9H, s) untuk  $3 \times \text{CH}_3$  (Gambar 6).



Gambar 6. Perbesaran Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  Proton Metil Pada  $\delta_{\text{H}}$  1,16 ppm,  $\delta_{\text{H}}$  0,95 ppm dan  $\delta_{\text{H}}$  0,69 ppm.

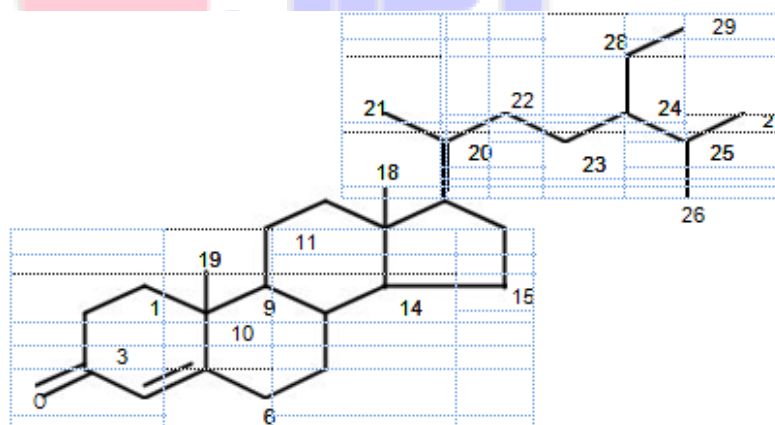
Selain itu pada  $\delta_{\text{H}}$  0,88 – 0,92 ppm terdapat 12 proton yang diidentifikasi berasal dari 9 proton dengan multiplisitas doublet untuk  $3\text{CH}_3$  yang khas untuk C-21 dan 3 proton lainnya berasal dari proton metin dengan multiplisitas multiplet. Ciri khas yang lain ditunjukkan pada daerah  $\delta_{\text{H}}$  0,77 – 0,85 ppm dengan integrasi 27 proton merupakan sinyal untuk 9 buah metil yang khas untuk C-26, C-27 dan C-29 dari senyawa steroid dengan kerangka stigmastan yang didukung juga dengan munculnya  $\delta_{\text{H}}$  1,24 (6H, m) berasal dari  $3 \times \text{CH}_2$  pada C-28 (Gambar 7).



Gambar 7. Perbesaran Spektrum  $^1\text{H-NMR}$  Proton Pada  $\delta_{\text{H}}$  1,24 ppm,  $\delta_{\text{H}}$  0,88 – 0,92 ppm dan  $\delta_{\text{H}}$  0,77 – 0,85 ppm.

Adanya sistem karbonil  $\square\square$ , tak jenuh didukung pula oleh spektrum  $^1\text{H-NMR}$  yaitu dengan munculnya sinyal pada  $\delta_{\text{H}}$  5,7 ppm (2H, *s*) yang berasal dari dua buah sistem - CO – CH = C – dan munculnya sinyal pada  $\delta_{\text{H}}$  2,2 – 2,4 ppm (8H, *m*) yang berasal dari proton metilen yang terikat pada gugus karbonil (Gaspar, 1992). Adanya 8 proton yang berasal dari 4  $\text{CH}_2$  pada  $\delta_{\text{H}}$  2,2 – 2,4 ppm tersebut juga mendukung bahwa terdapat 2 sistem karbonil  $\square$ ,  $\square$  tak jenuh, dimana 2 metilen terikat pada karbon dari gugus karbonil (C-2) sedangkan 2 metilen lainnya terikat pada karbon dari sistem karbonil  $\square$ ,  $\square$  tak jenuh (C-6).

Data  $^1\text{H-NMR}$  senyawa hasil isolasi menunjukkan kesesuaian yang cukup tinggi dengan data  $^1\text{H-NMR}$  senyawa  $\square$ -sitostenon (Marina *et al*, 1990) sebagaimana terlihat pada tabel 1. Berdasarkan hal tersebut maka disarankan bahwa salah satu dari ketiga senyawa steroid itu adalah  $\square$ -sitostenon yang mempunyai struktur sebagai berikut :



Gambar 8. Struktur Ketiga Senyawa Steroid

Tabel 1. Data NMR Senyawa Hasil Isolasi Dan  $\square$ -Sitostenon

Proton	$\delta_{\text{H}}$ (ppm), Senyawa, isolasi	(multiplisitas <i>J</i> dalam $\square$ -sitostenon ( $\square$ ))
H-4	5,70 ( <i>s</i> )	5,74( <i>d</i> )
H-18	0,69 ( <i>s</i> )	0,72 ( <i>s</i> )
H-19	1,16 ( <i>s</i> )	1,19 ( <i>s</i> )
H-21	0,88–0,92 ( <i>d</i> )	0,93( <i>d</i> , <i>J</i> =6,6Hz)
H-26	0,77–,85( <i>d</i> )	0,84( <i>d</i> , <i>J</i> =6,0Hz)
H-27	0,77–0,85 ( <i>d</i> )	0,82( <i>d</i> , <i>J</i> =6,6Hz)
H-29	0,77–0,85 ( <i>d</i> )	0,85 ( <i>d</i> , <i>J</i> = 7,2 Hz)

#### 4. CONCLUSION

Pada penelitian ini telah berhasil diisolasi campuran senyawa steroid dimana salah satunya adalah  $\square$ -sitostenon dari daun tanaman daun dewa.

#### REFERENCES

Achmad, S. A. (1986). *Kimia Organik Bahan Alam*. Jakarta: Departemen Pendidikan dan Kebudayaan Universitas Terbuka.

- Alisyahbana, H. M., Limyati, D.A., & Ervina, M. (2003). Perbedaan Daya Antioksidan dari Daun Dewa (*Gynura pseudochina* DC) dan Sambung Nyawa (*Gynura procumbens* (L) Merr). *Jurnal Obat Bahan Alam* 2 (1) 19-23.
- Dondin S. (2001). Ekstrasi, fraksinasi, Karakterisasi dan Uji Hayati In Vitro Senyawa Bioaktif Daun Dewa (*Gynura pseudochina* (L) DC sebagai Antikanker Tahap I. *Buletin Kimia*, Vol 1, hal (75-79).
- Gaspar, Elvira M and J. Higuinaldo. (1992). Steroidal Constituents From Mature Wheat Straw. *Phytochemistry*, Vol. 34(2). Page (523-527).
- Harborne, J. B. (1987). *Metode Fitokimia Penuntun Cara Modern Menganalisis Tumbuhan*. Edisi Kedua. Bandung: Institut Teknologi Bandung. Hal 367.
- Santosa, D. (2003). *Ramuan Tradisional untuk Penyakit Kulit*. Jakarta: Penebar Swadaya.
- Sastrohamidjojo, H. (1995). *Sintesis Bahan Alam*. Yogyakarta: Gadjah Mada University Press.
- Siriwatanametanon, N. & Heinrich, M. (2011). *The Thai Medicinal Plant Gynura pseudochina var. hispida: Chemical Composition And In Vitro NF-kappaB In hibitory Activity. Natural Product of Communication*, Vol 6 (5), Page (627-630).
- Wijayakusuma. (1997). *Tanaman Berkhasiat Obat di Indonesia*. Jakarta: Pusat Kartini.
- Winarto, W. P. (2003). *Daun Dewa Sebagai Budidaya dan Pemanfaatan untuk Obat*. Jakarta: Penebar Swadaya.

