

## ISOLATION AND STRUCTURE ELUCIDATIONS OF RESVERATROL OLIGOMERS FROM STEM BARK OF *Dryobalanops lanceolata*

### Isolasi dan Penentuan Struktur Oligomer Resveratrol dari Kulit Batang *Dryobalanops lanceolata*

Sahidin

Department of Chemistry, Faculty Mathematics and Natural Sciences, Haluoleo University, Kampus Baru Tridharma Anduonohu, Kendari, Sulawesi Tenggara, Indonesia

Received October 17, 2008; Accepted June 18, 2009

#### ABSTRACT

Five resveratrol oligomers which consist of two resveratrol dimers, balanocarpol (1) and  $\epsilon$ -viniferin (2), a resveratrol trimer i.e.  $\alpha$ -viniferin (3), and two resveratrol tetramers, vaticanol B (4), and hopeaphenol (5) have been isolated from acetone extract of the stem bark of *Dryobalanops lanceolata*. These compounds were isolated by vacuum liquid chromatography method. Furthermore, the compound structures were determined based on the spectroscopic evidence, including UV, IR, 1-D and 2D NMR spectra, and comparing with those related data reported previously.

**Keywords:** Balanocarpol,  $\epsilon$ -Viniferin,  $\alpha$ -Viniferin, Vaticanol B, Hopeaphenol, *D. lanceolata*

#### PENDAHULUAN

*Dipterocarpaceae* termasuk salah satu famili tumbuhan kayu yang relatif besar dan memiliki nilai ekonomi penting. Tumbuhan ini tersebar di hutan tropis Asia, terutama di wilayah Malaysia termasuk Indonesia, Afrika dan Amerika. Famili tumbuhan ini terbagi ke dalam 16 genus dan sekitar 600 spesies [1,2], dimana *Dryobalanops* merupakan salah satu genus minor, memiliki sekitar 7 spesies. Pemanfaatan secara tradisional oleh masyarakat seperti obat sakit perut, dan mencegah pemasaman air nira [3], mengisyaratkan kandungan kimiawi tanaman ini sangat menarik untuk dipelajari.

Kajian fitokimia yang telah dilakukan terhadap tumbuhan *Dipterocarpaceae* memperlihatkan bahwa oligomer resveratrol merupakan senyawa fenolik utama, disamping fenilpropanoid, flavonoid dan asam fenolat. Oligomer resveratrol adalah gabungan dua unit resveratrol (3,5,4'-trihidroksistilben atau monomer resveratrol) atau lebih membentuk kelompok dimer, trimer, tetramer, heksamer, heptamer dan oktamer resveratrol [4,5].

Secara historis, Oligomer resveratrol dari *Dipterocarpaceae*, pertama kali diisolasi yaitu hopeafenol pada tahun 1966, merupakan tetramer resveratrol dari kayu *H. odorata*. Strukturnya baru dapat ditetapkan pada tahun 1970 menggunakan analisis X-ray, setelah diubah terlebih dahulu menjadi dibromodeka-O-metilhopeafenol [6]. Oligomer resveratrol berikutnya yang ditemukan pada *Dipterocarpaceae* adalah suatu trimer resveratrol yaitu

kopaliferol A dan kopaliferol B dari *H. cardifolia* [7]. Lambatnya kajian oligomer resveratrol dari tumbuhan *Dipterocarpaceae* ini (1966-1983), disebabkan oleh beberapa hal antara lain kesulitan sampel, kemampuan isolasi, dan kemampuan elusidasi struktur baik instrumen maupun interpretasi datanya. Kajian lebih intensif senyawa oligomer resveratrol dari *Dipterocarpaceae* dimulai tahun 2000, dan sampai ini, sekitar 40 spesies tumbuhan famili ini telah dipelajari, menghasilkan sekitar 40 senyawa baru [9-13]. Satu diantaranya dari genus *Dryobalanops* menghasilkan dua senyawa baru [8].

*Dryobalanops lanceolata* merupakan satu dari tujuh spesies tumbuhan *Dryobalanops* yang sampai saat ini belum ada yang melaporkan kandungan kimiawinya, sehingga orisinalitas penelitian ini cukup tinggi. Dalam artikel ini akan dilaporkan cara isolasi dan penentuan struktur lima senyawa oligomer resveratrol yang telah berhasil diisolasi dari kulit batang *D. lanceolata*.

#### METODE PENELITIAN

##### Prosedur umum

Titik leleh ditentukan dengan 'micro melting point apparatus: Fisher John'. Putaran optik: polarimeter Perkin-Elmer 341 dalam MeOH. Spektrum UV: Cary Varian 100 Conc. Spektrum IR: Perkin-Elmer Spectrum One FT-IR spectrophotometers. Spektrum  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  NMR: spektrofotometer JEOL LTD ECP400, yang beroperasi pada 400 MHz ( $^1\text{H}$ ) dan 100,53 MHz ( $^{13}\text{C}$ ),

\* Corresponding author. Tel/Fax : +62-401390496/1391929  
Email address : sahidin02@yahoo.com

menggunakan aseton- $d_6$  sebagai pelarut dan TMS sebagai standar internal. Kromatografi cair vakum (kcv) menggunakan Si-gel 60 GF<sub>254</sub> (Merck). Pelarut yang digunakan berkualitas teknis yang didestilasi.

### Bahan Tumbuhan

Kulit batang *D. lanceolata*, diperoleh dari hutan Jasinga, Bogor Jawa Barat. Tumbuhan tersebut diidentifikasi di Herbarium Bogoriense, Bogor dengan no voucher specimen DIPT-JABAR014.

### Prosedur Kerja

#### Ekstraksi dan Isolasi

Serbuk kulit batang (2,0 kg) diekstraksi dengan aseton 3 x 5 L. Ekstrak aseton dipekatkan pada tekanan rendah dan diperoleh gum berwarna coklat gelap (216 g). Ekstrak aseton dilarutkan kembali dalam MeOH-dietileter menghasilkan fraksi terlarut MeOH-dietileter berupa padatan gum berwarna coklat gelap (160 g). Seluruh ekstrak tersebut difraksinasi dengan kcv menggunakan kolom  $\Phi$  10 cm, adsorben: Si-gel (150 g) dan dengan eluen campuran etilasetat-*n*-heksan (30%–100%, MeOH 100%), menghasilkan 5 fraksi utama F1-F5 berturut-turut 3,0, 2,5, 3,0, 17,0, dan 19,0 g. Pemisahan fraksi F2 (400 mg) dengan kvc secara berulang dengan eluen 10% MeOH-CHCl<sub>3</sub> menghasilkan balanokarpol (**1**) (40 mg) dan  $\epsilon$ -viniferin (**2**), sedangkan fraksinasi F3 (400 mg) menghasilkan  $\alpha$ -viniferin (**3**) (180 mg). Dengan cara yang sama dari F4 diperoleh vaticanol B (**4**) (40 mg), dan hopeafenol (**5**) (50 mg).

#### Spektrum UV, IR NMR (<sup>1</sup>H dan <sup>13</sup>C), putaran optik dan titik leleh

Balanokarpol (**1**), diperoleh sebagai padatan kuning, t.l. 180-183 °C,  $[\alpha]_D^{20}$  -12° (c 0,1 MeOH). Spektrum UV (MeOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ) 205 (5,03), 220 (4,96), 284 nm (4,38), (MeOH+ NaOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ) 214 (5,40), 247 (4,99), 295 nm (4,49). Spektrum IR (KBr)  $\tilde{\nu}_{maks}$  (cm<sup>-1</sup>) 3366 (OH), 1613, 1512, 1451 (C=C aromatik), dan 834 (*para*-disubstitusi benzena). Spektrum <sup>1</sup>H NMR (Me<sub>2</sub>CO- $d_6$ , 400 MHz) dan <sup>13</sup>C NMR (Me<sub>2</sub>CO- $d_6$ , 100 MHz) (Tabel 1).

$\epsilon$ -Viniferin (**2**), diperoleh sebagai padatan kuning, t.l. 172-176 °C,  $[\alpha]_D^{20}$  -44° (c 0,1 MeOH). Spektrum UV (MeOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ) 203 (5,05), 230 (4,87), 324 nm (4,57), (MeOH+ NaOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ) 211 (5,52), 244 (5,06), 347 nm (4,84). Spektrum IR (KBr)  $\tilde{\nu}_{maks}$  (cm<sup>-1</sup>) 3393 (OH), 1606, 1513, 1443 (C=C aromatik), dan 832 (*para*-disubstitusi benzena). Spektrum <sup>1</sup>H NMR (Me<sub>2</sub>CO- $d_6$ , 400 MHz)  $\delta_H$  (ppm) 7,14 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-2/6a), 6,77 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-3/5a), 5,38 (1H, *d*, *J*=6,6 Hz, H-7a), 4,35 (1H, *d*, *J*=6,6 Hz, H-8a), 6,23 (2H, *d*, *J*=2,2 Hz,

H-10/14a), 6,20 (1H, *br d*, H-12a), 7,15 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-2/6b), 6,65 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-3/5b), 6,83 (1H, *d*, *J*=16,3 Hz, H-7b), 6,58 (1H, *d*, *J*=16,3 Hz, H-8b), 6,26 (1H, *d*, *J*=2,1 Hz, H-12b), dan 6,64 (1H, *d*, *J*=2,1 Hz, H-14b).

$\alpha$ -Viniferin (**3**), diperoleh berupa padatan berwarna putih-coklat dengan t.l. 222-224 °C dan  $[\alpha]_D^{20}$  +60° (c 0,1 MeOH). Serapan UV (MeOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ) 229 (4,57), dan 286 nm (4,19), serapan UV (MeOH+NaOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ) 251 (4,78), 295 nm (4,32). Spektrum IR (KBr)  $\tilde{\nu}_{maks}$  3307 cm<sup>-1</sup> (gugus -OH), 1614, 1515, dan 1486 cm<sup>-1</sup> (C=C benzena), dan 831 cm<sup>-1</sup> (*para*-disubstitusibenzena). Spektrum <sup>1</sup>H NMR (aseton- $d_6$ , 400 MHz)  $\delta$  ppm: 7,26 (2H, *d*, *J*=8,5 Hz, H-2/6b), 7,08 (2H, *d*, *J*=8,5 Hz, H-2/6c), 7,06 (2H, *d*, *J*=8,5 Hz, H-2/6a), 6,82 (2H, *d*, *J*=8,5 Hz, H-3/5c), 6,80 (2H, *d*, *J*=8,5 Hz, H-3/5b), 6,76 (1H, *d*, *J*=1,5 Hz, H-11b), 6,75 (2H, *d*, *J*=8,5 Hz, H-3/5a), 6,63 (1H, *d*, *J*=2,0 Hz, H-11c), 6,27 (1H, *d*, *J*=1,5 Hz, H-13b), 6,25 (1H, *d*, *J*=2,0 Hz, H-13a), 6,25 (1H, *d*, *J*=2,0 Hz, H-13c), 6,10 (1H, *br s*, H-7a), 6,01 (1H, *d*, *J*=2,0 Hz, H-11a), 5,96 (1H, *d*, *J*=9,5 Hz, H-7b), 4,93 (1H, *d*, *J*=6,5 Hz, H-7c), 4,73 (1H, *d*, *J*=9,5 Hz, H-8b), 4,65 (1H, *d*, *J*=6,5 Hz, H-8c), 3,99 (1H, *br s*, H-8a), dan OH (8,61; 8,57; 8,51; 8,43; 8,42; dan 8,41 masing-masing *s*, 1H). Data spektrum <sup>13</sup>C NMR (aseton- $d_6$ , 100 MHz, APT)  $\delta$  ppm: 161,6 (C-14a), 161,1 (C-14c), 160,8 (C-12c), 160,6 (C-14b), 159,3 (C-12a), 159,34 (C-12b), 158,3 (C-4c), 158,2 (C-4b), 157,8 (C-4a), 141,2 (C-10a), 138,7 (C-10c), 139,7 (C-10b), 132,5 (C-1c), 132,2 (C-1b), 132,0 (C-1a), 128,6 (C-2/6c), 128,15 (C-2/6b), 128,1 (C-2/6a), 120,9 (C-9b), 119,7 (C-9c), 118,8 (C-9a), 116,1 (C-3/5c), 116,1 (C-3/5 b), 115,7 (C-3/5a), 108,5 (C-11a), 106,2 (C-11b), 105,8 (C-11c), 98,0 (C-13a), 96,9 (C-13c), 96,6 (C-13b), 95,6 (C-7c), 90,0 (C-7b), 86,4 (C-7a), 55,6 (C-8c), 52,8 (C-8b), dan 46,4 (C-8a). IC<sub>50</sub> 17,5, ppm.

Vaticanol B (**4**), diperoleh sebagai padatan coklat, t.l. 207-210 °C,  $[\alpha]_D^{20}$  -35° (c 0,1 MeOH); UV (MeOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ) 203 (5,09), 229 (4,89), 284 nm (4,19), serapan UV (MeOH+NaOH)  $\lambda_{maks}$  (log  $\epsilon$ ) 207 (5,36), 247 (4,59), 286 nm (4,19). Spektrum IR (KBr)  $\tilde{\nu}_{maks}$  (cm<sup>-1</sup>) 3370 (OH), 1614, 1514, dan 1454 (benzena), dan 832 (*para*-disubstitusi benzena). Spektrum <sup>1</sup>H NMR (aseton- $d_6$ , 400 MHz)  $\delta$  ppm: 7,22 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-2/6a), 6,76 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-3/5a), 5,75 (1H, *d*, *J*=11,2 Hz, H-7a), 4,41 (1H, *d*, *J*=11,2 Hz, H-8a), 6,26 (1H, *d*, *J*=2,2 Hz, H-12a), 6,10 (1H, *d*, *J*=2,2 Hz, H-14a), 7,14 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-2/6b), 6,67 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-3/5b), 5,19 (1H, *d*, *J*=3,7 Hz, H-7b), 3,09 (1H, *br d*, H-8b), 6,03 (1H, *br s*, H-12b), 6,38 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-2/6c), 6,48 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-3/5c), 4,08 (1H, *t*, *J*=10,5; 10,0 Hz, H-7c), 4,52 (1H, *d*, *J*=10,2 Hz, H-8c), 6,17 (1H, *d*, *J*=2,2 Hz, H-12c), 6,45 (1H, *d*, *J*=2,2 Hz, H-14c), 7,17 (2H, *d*, *J*=8,4 Hz, H-2/6d), 6,75 (2H, *d*,

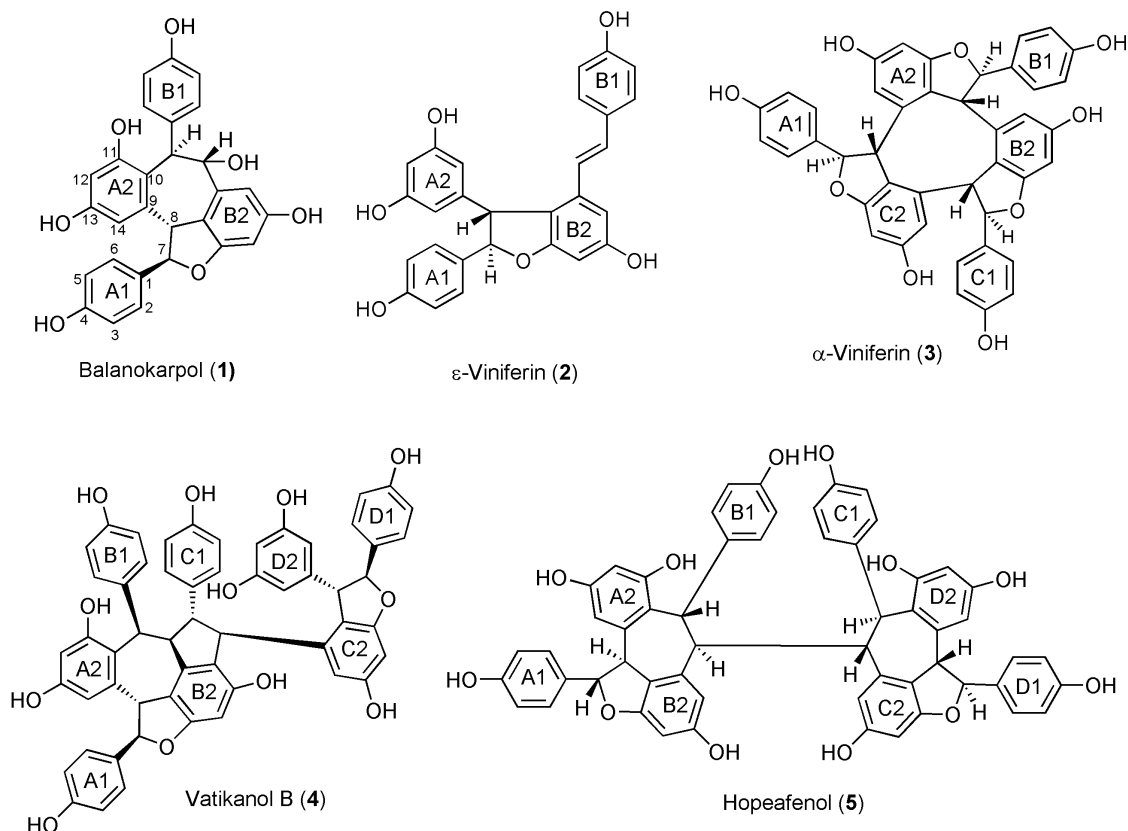
$J=8.4$  Hz, H-3/5d), 5.35 (1H, d,  $J=5.1$  Hz, H-7d), 4.66 (1H, d,  $J=5.1$  Hz, H-8d), 6.08 (2H, br s, H-10/14d), 6.26 (1H, t,  $J=2.2$  Hz, H-12d). Spektrum  $^{13}\text{C}$  NMR (aseton- $d_6$ , 100 MHz, APT)  $\delta$  ppm: 161,8 (C-11c), 159,3 (C-11d), 159,5 (C-13c), 159,3 (C-13d), 158,9 (C-11b), 158,7 (C-4a), 158,1 (C-4d), 156,8 (C-13a), 156,4 (C-4c), 156,0 (C-4b), 155,8 (C-11a), 155,0 (C-13b), 148,1 (C-9d), 143,2 (C-9b), 141,9 (C-9a), 141,8 (C-9c), 134,7 (C-1d), 133,6 (C-1b), 131,5 (C-1c), 130,9 (C-1a), 130,8 (C-2/6b), 130,3 (C-2/6a), 129,3 (C-2/6c), 128,3 (C-2/6d), 124,6 (C-10a), 123,4 (C-10c), 122,3 (C-14b), 116,1 (C-3/5d), 116,08 (C-3/5a), 115,9 (C-3/5c), 115,8 (C-10b), 115,5 (C-3/5b), 107,6 (C-10/14d), 107,1 (C-14c), 105,8 (C-14a), 102,3 (C-12d), 101,7 (C-12a), 96,6 (C-12b), 95,8 (C-12c), 94,7 (C-7d), 90,5 (C-7a), 57,7 (C-8d), 57,6 (C-7c), 53,3 (C-8b), 49,3 (C-8c), 48,9 (C-8a), dan 37,2 (C-7b).  $\text{IC}_{50}$  46,4, ppm.

Hopeafenol (**5**), diperoleh sebagai padatan putih, t.l 160-164 °C,  $[\alpha]_D^{20} +138^\circ$  (c 0,1 MeOH); UV (MeOH)  $\lambda_{\text{maks}}$  (log  $\epsilon$ ) 203 (5,10), 230 (4,88), 283 nm (4,23), serapan UV (MeOH+NaOH)  $\lambda_{\text{maks}}$  (log  $\epsilon$ ) 207 (5,27), 250 (4,51), 288 nm (3,94). Spektrum IR (KBr)  $\nu_{\text{maks}}$  ( $\text{cm}^{-1}$ ) 3419 (OH), 2927 (CH alifatik), 1614, 1512, dan 1455 (benzena), dan 834 (*para*-disubstitusi benzena). Spektrum  $^1\text{H}$  NMR (aseton- $d_6$ , 400 MHz)  $\delta$  ppm: 7,52 (2H, d,  $J=8,8$ , H-2/6a), 6,98 (2H, d,  $J=8,8$ , H-3/5a), 5,63

(1H, d,  $J=10,3$ , H-7a), 5,42 (1H, d,  $J=10,3$ , H-8a), 6,36 (1H, d,  $J=2,2$ , H-12a), 6,28 (1H, d,  $J=2,2$ , H-14a), 6,92 (2H, d,  $J=8,4$ , H-2/6b), 6,58 (2H, d,  $J=8,4$ , H-3/5b), 5,81 (1H, br s, H-7b), 3,96 (1H, s, H-8b), 5,75 (1H, d,  $J=2,1$ , H-12b) dan 5,18 (1H, d,  $J=2,1$ , H-14b). Spektrum  $^{13}\text{C}$  NMR (aseton- $d_6$ , 100 MHz, APT)  $\delta$  ppm: 133,8 (C-1a), 131,1 (C-2/6a), 116,9 (C-3/5a), 159,1 (C-4a), 94,6 (C-7a), 54,2 (C-8a), 141,1 (C-9a), 118,8 (C-10a), 160,6 (C-11a), 102,7 (C-12a), 158,2 (C-13a), 107,4 (C-14a), 138,2 (C-1b), 130,1 (C-2/6b), 114,9 (C-3/5b), 155,1 (C-4b), 44,1 (C-7b), 53,4 (C-8b), 142,2 (C-9b), 117,7 (C-10b), 159,1 (C-11b), 95,3 (C-12b), 156,9 (C-13b), dan 110,2 (C-14b).  $\text{IC}_{50}$  36,0 ppm.

## HASIL DAN PEMBAHASAN

Monomer resveratrol (resveratrol) memiliki jumlah karbon 14 dengan pola kerangka struktur  $\text{C}_6\text{-C}_2\text{-C}_6$ . Dalam penelitian ini telah berhasil diisolasi dan diidentifikasi lima senyawa oligomer resveratrol dari ekstrak aseton kulit batang *D. Lanceolata*. Dua senyawa memiliki 28 atom karbon (dimer resveratrol), satu senyawa mengandung 42 atom karbon (trimer resveratrol) dan dua senyawa mempunyai 56 atom karbon (tetramer resveratrol). Struktur senyawa-senyawa tersebut sebagai berikut :



**Gambar 1.** Struktur oligomer resveratrol dari *D. lanceolata*

Balanokarpol (**1**) diperoleh dalam bentuk padatan kuning dengan titik leleh 181-183 °C (terurai) dan putaran optik spesifik  $[\alpha]_D^{20} -54^\circ$  (c 0,1 MeOH). Spektrum UV dari balanokarpol (**1**) memperlihatkan serapan maksimum pada  $\lambda_{maks}$  (MeOH) ( $\log \epsilon$ ) 227 (4,64), 284 nm (4,05), mengalami pergeseran batokromik pada penambahan NaOH, mengindikasikan bahwa senyawa **1** merupakan golongan fenolik. Hal ini didukung oleh spektrum IR, memiliki pita serapan pada  $V_{maks}$  3352  $cm^{-1}$  untuk gugus hidroksil, dan pita serapan pada  $V_{maks}$  1613, 1513 dan 1346  $cm^{-1}$  yang merupakan indikator adanya cincin aromatik. Selain itu adanya pita serapan pada  $V_{maks}$  834  $cm^{-1}$ , mengindikasikan adanya unit *para*-disubstitusi benzena yang khas untuk oligomer resveratrol.

Spektrum  $^{13}C$  NMR (Tabel 1) memperlihatkan 24 sinyal yang mewakili 28 karbon yang terdiri dari enam C-oksiril, 18 C-aromatik, dan empat C-alifatik, mengindikasikan dimer resveratrol. Spektrum  $^1H$  NMR senyawa **1** menunjukkan 12 jenis sinyal yang mewakili 16 proton, terdiri dari dua pasang proton berkoupling *ortho* (8H) yaitu  $\delta_H$  6,73, 6,41, 7,48, dan 6,94 ppm,

berasal dari dua unit 4-hidroksifenil. Dua pasang proton berkoupling *meta* (4H) pada  $\delta_H$  6,18, 6,24, 6,09, dan 5,95 ppm, berasal dari dua unit sistem 1,2,3,5-tetrasubstitusibenzen, serta empat proton alifatik yang terdiri dari empat metin  $C_{sp^3}$ . Satu pasang proton alifatik visinal dari sistem sikloheptadiena pada  $\delta_H$  5,69 dan 5,25 ppm memiliki  $\angle H-C-C-H$  lebih dari  $90^\circ$  dengan konfigurasi C-7b (S) dan C-8b (S), yang dapat dilihat dari nilai  $J=9,5$  Hz. Sedangkan satu pasang proton alifatik membentuk cincin dihidrofuran. Berdasarkan data tersebut, senyawa **1** memiliki rumus molekul  $C_{28}H_{22}O_7$  dan DBE 18. Dua puluh empat karbon aromatik mengindikasikan empat cincin benzena (16 DBE), satu DBE berasal dari satu cincin furan, sedangkan satu DBE berasal dari sistem siklik tujuh yang terbentuk antara C-10a dengan C-7b.

Berdasarkan unit-unit tersebut, dan kesamaan parameter data spektrum  $^1H$  NMR dan  $^{13}C$  NMR yang tinggi dengan balanokarpol (**1**\*) [14], yang masing-masing diukur dalam aseton- $d_6$  ( $^1H$ , 400 MHz;  $^{13}C$  NMR 100 MHz), dapat disimpulkan bahwa senyawa **1** adalah balanokarpol, seperti dapat dilihat pada Tabel 1.

Tabel 1. Spektrum  $^1H$  NMR balanokarpol (**1**)

No. C	$\delta_H$ (mult., J dalam Hz)		$\delta_C$	
	1	1*	1	1*
1a	-	-	133,2	133,5
2 (6)a	7,48 (2H, d, 8,4)	7,50 (2H, d, 8,3)	131,3	131,5
3 (5)a	6,94 (2H, d, 8,4)	6,95 (2H, d, 8,3)	113,9	114,2
4a	-	-	155,5	155,8
7a	5,69 (1H, d, 9,5)	5,69 (1H, d, 9,3)	72,9	73,2
8a	5,15 (1H, d, 9,5)	5,16 (1H, br d, 9,3)	50,0	50,3
9a	-	-	140,6	140,8
10a	-	-	113,6	113,8
11a	-	-	159,5	159,7
12a	6,09 (1H, d, 2,2)	6,09 (1H, br s)	94,8	95,1
13a	-	-	158,9	159,2
14a	5,95 (1H, d, 2,2)	5,96 (1H, d, 2,3)	104,2	104,4
1b	-	-	133,4	133,7
2 (6)b	6,73 (2H, d, 8,4)	6,75 (2H, d, 8,3)	130,3	130,5
3 (5)b	6,41 (2H, d, 8,4)	6,42 (2H, d, 8,3)	116,2	116,4
4b	-	-	158,3	158,6
7b	4,89 (1H, br s)	4,90 (1H, br s)	52,1	52,3
8b	5,38 (1H, br s)	5,40 (1H, br s)	93,3	93,5
9b	-	-	142,6	142,8
10b	-	-	120,2	120,4
11b	-	-	157,2	157,4
12b	6,18 (1H, d, 2,2)	6,20 (1H, br s)	101,8	102,0
13b	-	-	156,5	156,9
14b	6,24 (1H, d, 2,2)	6,26 (1H, d, 2,0)	106,5	106,8
OH	4,41 (br d, 4,4)	4,36 (d, 4,4 C-8b)		
	8,65; 8,09; 8,06; 7,91;	7,74 (br s, C-4a)		
	7,81 (br s)	7,85 (br s, C-13b)		
		7,79 (br s, C-11a)		
		8,04 (br s, C-13a)		
		8,56 (br s, C-4b)		

\*[14]

**Tabel 2.** Spektrum  $^1\text{H}$  NMR pada  $\text{C}_{10a}$ ,  $7b$ ,  $8b$  untuk senyawa **1** dan **2**

No atom	$\delta_{\text{H}}$ (mult., J dalam Hz)	
	1	2
C		
10a	-	6,23 (2H, d, J=2,2 Hz, H-10/14a)
7b	4,89 (1H, br s)	6,83 (1H, d, J=16,3 Hz)
8b	5,38 (1H, br s)	6,58 (1H, d, J=16,3 Hz)

Dengan cara yang sama seperti penetapan struktur balanokarpol (**1**), maka senyawa **2**, **3**, **4** dan **5** secara berturut-turut adalah  $\epsilon$ -viniferin (**2**)[15],  $\alpha$ -viniferin (**3**)[16], vaticanol B (**4**)[17] dan hopeafenol (**5**)[18]. Secara spektroskopi, perbedaan penting antara senyawa **1** dan **2**, terletak pada geseran kimia proton pada  $\text{C}_{10a}$ ,  $7b$ ,  $8b$  seperti tertuang pada Tabel 2.

Pada senyawa **1**, tidak terdapat proton pada  $\text{C}_{10a}$  karena telah terbentuk ikatan  $\text{C}_{10a}$ - $\text{C}_{7b}$ , melalui pembukaan ikatan rangkap dua pada  $\text{C}_{7b}$ - $\text{C}_{8b}$ . Sedangkan pada senyawa **2**, keberadaan atom H pada  $\text{C}_{10a}$  mengakibatkan terbentuknya simetri antara  $\text{C}_{10a}$  dengan  $\text{C}_{14a}$  yang ditunjukkan oleh  $\delta_{\text{H}}$  6,23 ppm (2H). Selanjutnya proton pada  $\text{C}_{7b}$  dan  $\text{C}_{8b}$  mengindikasikan masih adanya ikatan rangkap dua dengan posisi kedua proton tersebut adalah *trans* (J=16,3 Hz).

Senyawa **3** memiliki 42 atom karbon, mengindikasikan sebagai trimer resveratrol, yang diperkuat oleh keberadaan 3 pasang proton berkopling *orto* pada  $\delta_{\text{H}}$  7,06-6,75 (cincin A1), 7,26-6,80 (B1), dan 7,08-6,82 ppm (C1), serta sesuai dengan data  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  NMR  $\alpha$ -viniferin [16]. Senyawa **4** merupakan tetramer resveratrol yang dicirikan oleh adanya 56 atom karbon. Dugaan tersebut didukung oleh keberadaan 4 pasang proton berkopling *orto* pada  $\delta_{\text{H}}$  7,22-6,76 (A1), 7,14-6,67 (B1), 6,38-6,48 (C1), dan 7,17-6,75 ppm (D1). Data  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  NMR secara keseluruhan memiliki kesamaan dengan spektrum  $^1\text{H}$  dan  $^{13}\text{C}$  NMR vaticanol B [17]. Spektrum senyawa **5** cukup menarik. Spektrum  $^{13}\text{C}$  NMR senyawa ini memperlihatkan 28 karbon, berarti sebagai dimer resveratrol, akan tetapi hasil analisis Kromatografi Lapis Tipis (KLT) saat isolasi, senyawa **5** berada pada kelompok tetramer resveratrol. Selain itu, spektrum  $^{13}\text{C}$  NMR senyawa **5** dengan dimer resveratrol (balanokarpol) memperlihatkan perbedaan  $\delta_{\text{C}}$  signifikan pada  $\text{C}_{8b}$ , yaitu  $\delta_{\text{C}}$  53,4 ppm (senyawa **5**) dan 93,3 ppm (balanokarpol). Perbedaan tersebut disebabkan adanya gugus hidroksil pada  $\text{C}_{8b}$  balanokarpol. Selanjutnya, hasil perbandingan dengan data spektrum pustaka, diperoleh kesimpulan bahwa senyawa **5** adalah hopeafenol [18]. Karena struktur hopeafenol memiliki simetri bidang, maka spektrum yang muncul hanya setengah struktur.

## KESIMPULAN

Lima oligomer resveratrol telah berhasil diisolasi dari kulit batang *D. lanceolata* dengan menggunakan teknik kromatografi vakum cair (KVC), yaitu balanokarpol (**1**) dan  $\epsilon$ -viniferin (**2**) (dimer resveratrol),  $\alpha$ -viniferin (**3**) (trimer resveratrol), serta dua tetramer resveratrol yaitu vaticanol B (**4**) dan hopeafenol (**5**).

## UCAPAN TERIMA KASIH

Kami mengucapkan terima kasih kepada Tim Proyek Penelitian Fundamental Dirjen Dikti Depdiknas Tahun anggaran 2008 atas bantuan dana penelitian. Ucapan terima kasih juga kami sampaikan kepada Kepala Kebun Percobaan Jasinga Bogor atas izinnya dalam pengambilan sampel tumbuhan, serta staf Herbarium Bogoriense untuk identifikasi sampel.

## DAFTAR PUSTAKA

- Hegnauer, R., 1966, *Chemotaxonomie Der Pflanzen*, Bdan 4, Birkhauser Verlag Basel, Stuttgart, 31-39.
- Ashton, P.S., 1983, *Flora Malesiana Spermatophyta I*, Martinus Nijhoff, The Hague, 391-436.
- Heyne, K., 1987, *Tumbuhan Berguna Indonesia*, Jilid III, Badan Litbang Kehutanan, Jakarta, 1431-1434.
- Hakim E. H., 2002, *Bull. Soc. Nat. Prod. Chem.* (Indonesia), 2, 1-19.
- Sotheeswaran, S., and Pasupathy, V., 1993, *Phytochemistry*, 32, 5, 1083-1092.
- Coggon, P., McPhail, A.T., dan Wallwork, S.C.J., 1970, *J. Chem. Soc. (B)*, 884-897.
- Sotheeswaran, S., Sultanbawa, M.U.S., Surendrakumar, S., Balasubramaniam, S., and Bladon, P., 1983, *J. Chem. Soc. I.*, 159-162.
- Syah, Y.M., Aminah, N.S., Hakim, E.H., Aimi, N., Kitajima, M., Takayama, J., and Achmad, S.A., 2003, *Phytochemistry*, 63, 913-917.
- Sahidin, 2006, *Disertasi*, PPs-ITB, Bandung.
- Sahidin, Hakim, E.H., Juliawaty, L.D., Syah, Y.M., Din, L.B., Ghisalberti, E.L., Latip, J., Said, I.M., and Achmad, S.A., 2005, *Z. Naturforsch. C*, 60c, 718-723.
- Sahidin, Hakim, E.H., Syah, Y.M., Juliawaty, L.D., Achmad, S.A., Din, L.B., Latip, J., and Ghisalberti, E.L., 2006, *Berita Biologi*, LIPI Serpong, 8, 2, 107-114.
- Sahidin Hakim, E.H., Syah, Y.M., Juliawaty, L.D., Achmad, S.A., and Nordin Hj. Lajis, 2007, *Jurnal Matematika dan Sains*, FMIPA ITB, 12, 3, 113-118.

13. Sahidin, Hakim E.H., Syah Y.M., Juliawaty L.D., Achmad S.A., Din L.B., and Latip J., 2008, *Indo. J. Chem.*, 8, 2, 245-251.
14. Tanaka, T., Ito, T., Ido, Y., Nakaya, K., Inuma, M., and Chelladurai, V., 2000, *Chem. Pharm. Bull.*, 49, 6, 785-787.
15. Oshima Y. and Ueno, Y., 1993, *Phytochemistry*, 33, 1, 179-182.
16. Kitanaka, S., Ikezawa, T., Yosukawa, K., Yamanouchi, S., Takido, M., Sung, H.K., and Kim, I. H., 1990, *Chem. Pharm. Bull.*, 38, 2, 432-435.
17. Tanaka, T., Ito, T., Ido, Y., Son, T. K., Nakaya, K., Inuma, M., Ohyama, M., and Chelladurai, V., 2000, *Phytochemistry*, 53, 1009-1014.
18. Ito, J., Niwa, M., and Oshima, Y., 1997, *Heterocycles*, 45, 9, 1809-1813.