

ISOLASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN SENYAWA FLAVONOID DARI BATANG BAUHINIA EXELSA

by Tjitjik Srie Tjahjandarie

Submission date: 12-Jun-2018 11:04AM (UTC+0800)

Submission ID: 974886145

File name: DAN_UJI_AKTIVITAS_ANTIOKSIDAN_SENYAWA_FLAVONOID_DARI_BATANG.pdf (276.76K)

Word count: 2015

Character count: 10781

ISOLASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN SENYAWA FLAVONOID DARI BATANG *BAUHINIA EXELSA*

Tanjung, M. dan Tjahjandarie, T.S.

Departemen Kimia, Fakultas Sains dan Teknologi, Universitas Airlangga, Surabaya

E-mail: mulyadi_t@fst.unair.ac.id

ABSTRAK

Dua senyawa flavonoid yakni 6C,7-O-dimetil aroma-dendrin (1) dan ploretin (2) telah berhasil diisolasi dari batang *Bauhinia excelsa*. Struktur senyawa ini ditetapkan berdasarkan spektrum UV, IR, MS, 1D dan 2D NMR. Uji aktivitas antioksidan senyawa 6C,7-O-dimetil aromadendrin (1) dan ploretin (2) terhadap radikal DPPH menunjukkan nilai IC₅₀ sebesar 1512,1 dan 638,6 μM. Hasil uji aktivitas anti oksidan menunjukkan bahwa kedua senyawa tidak aktif terhadap radikal DPPH

Kata kunci: C-metil dihidroflavonol, 6C,7-O-dimetil aromadendrin, ploretin, *Bauhinia excelsa*, Antioksidan.

ABSTRACT

Two flavonoids, 6C,7-O-dimethyl aromadendrin (1) have and ploretin (2) been isolated from the bark of *Bauhinia excelsa*. The structure of 6C,7-O-dimethyl aromadendrin (1) have and ploretin (2) been elucidated based on its spectroscopic data, including UV, MS 1D and 2D NMR spectra. The activity of radical scavenging against 2,2-diphenyl-1-picrylhydrazyl (DPPH), showing their IC₅₀ were 1512.1 μM. The results indicate that as 6C,7-O-dimethyl aromadendrin and phloretin were inactive

Key words: C-methyl dihydroflavonol, 6C,7-O-dimethyl aromadendrin, phloretin, *Bauhinia excelsa*, Antioxidant.

PENDAHULUAN

5

Bauhinia merupakan salah satu genus dari famili Leguminosae yang terdiri 300 spesies dan tumbuh di daerah tropis dan sub tropis. Di Indonesia tumbuhan *Bauhinia* hanya terdiri 10 spesies (Heyne, 1987). Profil fitokimia tumbuhan *Bauhinia* menghasilkan senyawa metabolit fenolik yakni senyawa golongan flavonoid dan stilbenoid (Boonphong *et al.*, 2007; Maillard *et al.*, 1991). Senyawa flavonoid dan stilbenoid dilaporkan mempunyai aktivitas sebagai antikanker, antimalaria, antidiabetes, antibiotik, antiinflamasi, dan antioksidan (Boonphong *et al.*, 2007; Maillard *et al.*, 1991; Salatino *et al.*, 1999; Yadava and Tripathi, 2000). Penelitian ini bertujuan untuk mengisolasi dan mengidentifikasi senyawa flavonoid dari batang *Bauhinia excelsa* yang sampai saat ini belum ada laporan kajian fitokimia dari tanaman ini. Dua senyawa flavonoid yakni 6C,7-O-dimetil aromadendrin (1) dan ploretin (2) telah berhasil diisolasi dari batang *Bauhinia excelsa*. Selain kajian fitokimia, penelitian ini menguji aktivitas antioksidan terhadap radikal DPPH dari senyawa flavonoid yang berhasil diisolasi.

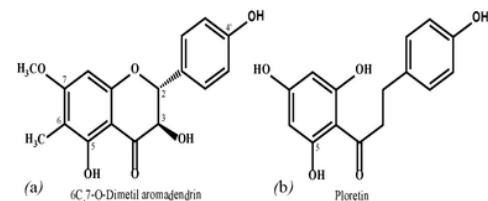
METODE PENELITIAN

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah kromatografi vakum cair, kromatotron, spektrometer UV-Vis Shimadzu, FTIR merk Shimadzu 5300, spektrometer Agilent 500 yang beroperasi pada 500 MHz (¹H) dan 125 MHz (¹³C), dan spektrometer Waters LCT XE ESI-TOF (*Electro Spray Ionization-Time of Flight*).

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah etilasetat, n-heksana, aseton, metanol, kloroform, plat KLT Kieselgel 60 GF ₂₅₄ 0.25 mm (Merck), silika gel 60PF ₂₅₄ (Merck) silika gel 60 GF ₂₅₄ (Merck), pereaksi CeSO₄, pereaksi DPPH (2,2-diphenyl-1-pikrilhidrazil), asam askorbat, dan buffer asetat

Isolasi Flavonoid dari batang *Bauhinia excelsa*

Serbuk batang *Bauhinia excelsa* (2,5 kg) diekstraksi dua kali dengan menggunakan metanol pada suhu kamar dengan cara maserasi. Ekstrak metanol, selanjutnya dipartisi dengan n-heksana dan etilasetat. Pemisahan dan pemurnian ekstrak etilasetat dengan kromatografi cair vakum. Eluen yang digunakan adalah n-heksan-etilasetat 9:1 memberikan tiga fraksi A-C. Pemisahan fraksi B dengan kromatografi kolom tekan dan pemurnian dengan kromatografi radial menggunakan eluen n-heksan:aseton 7:3 diperoleh senyawa 6C,7-O-dimetil aromadendrin (1) sebanyak 4,6 mg. Selanjutnya pemisahan fraksi C dengan kromatografi kolom tekan dengan eluen n-heksan:aseton 7:3 menghasilkan tiga subfraksi, C₁-C₃. Pemurnian subfraksi C₂ dengan kromatografi radial menggunakan eluen kloroform, kloroform-metanol 9:5:0,5 dan 9:1 diperoleh senyawa ploretin (2) sebanyak 23 mg.



Gambar 1. Senyawa flavonoid hasil isolasi

6C,7-O-dimetil aromadendrin (1), padatan kuning, UV (MeOH) λ_{max} (log ε): 293,5 nm (4,27) dan 338,5 nm (3,61), (MeOH + NaOH) λ_{max} (log ε): 294 nm (4,43) dan 384,5 nm sh (3,28), (MeOH + AlCl₃) λ_{max} (log ε): 313,5 nm (4,34) dan 384,5 sh nm (3,28), (MeOH + AlCl₃ + HCl) λ_{max} (log ε): 293 nm (4,27) dan 426 sh nm (3,79). Spektrum HRESIMS: pada *m/z* 317,1016. Spektrum ¹H dan ¹³C NMR (500 MHz, aseton-δ₆) dapat dilihat pada Table 1.

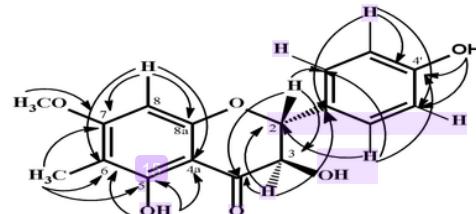
Ploretin (2), padatan kuning, UV (MeOH) λ_{max} (log ε): 204 (4,53), 226,4 (3,86); dan 287,1 (3,97) nm. Spektrum HRESIMS: pada *m/z* 275,1667. Spektrum ¹H NMR (400 MHz, aseton-δ₆) δ_H ppm: 13,91 (2H, s, 2'/6'-OH), 7,18 (2H, d, *J* = 8,6 Hz, H-2/6); 6,83 (2H,

¹³
 $d, J = 8.6$ Hz, H-3/5); 6,00 (2H, s, H-3'/5'); 3,26 (2H, t, 7,7 Hz, H- α) dan 2,88 (2H, t, 7,7 Hz, H- β). Spektrum ^{13}C NMR (100 MHz, aseton- δ_6) δ_{C} (ppm): 205,4 (C=O), 166,7 (C-4'), 162,1 (C-2'/6'), 156,6 (C-4), 131,7 (C-1), 129,4 (C-2/6), 115,3 (C-3/5), 105,1 (C-1'), 94,5 (C-3'/5'), 45,3 (C-a), 29,7 (C- β).

Uji aktivitas antioksidan: Penentuan uji aktivitas antioksidan dari 6C,7-O-dimetil aromadendrin (**1**) terhadap radikal DPPH diukur dengan spektrometer UV (Kodama, 2011). Penentuan aktivitas antioksidan masing-masing senyawa 6C,7-O-dimetil aromadendrin dan ploretin dilarutkan dengan 1 mL metanol dalam berbagai konsentrasi selanjutnya ditambahkan larutan 1 mL 0,1 M buffer asetat (pH 5,5) dan ditambahkan 0,5 mL DPPH 5×10^{-4} M, dan diinkubasi selama 30 menit dalam suhu ruang, selanjutnya diukur dengan spektrometer UV pada λ 517 nm.

HASIL DAN PEMBAHASAN

Senyawa 6C,7-O-dimetil aromadendrin (**1**) berwujud padatan kuning dengan rumus molekul $\text{C}_{17}\text{H}_{15}\text{O}_6$ yang menunjukkan suatu ion kuasimolekul positif $[\text{M}+\text{H}]^+$ pada m/z 317,1016; Δ -2,8 ppm menurut hasil pengukuran spektrum massa ionisasi elektrosprey resolusi tinggi (HRESIMS). Spektrum UV (MeOH) memberikan serapan λ_{max} ($\log \varepsilon$): 213 (4,19), 293,5 (4,35) dan 331,5 sh (4,08) nm serta memberikan efek batokromik dengan penambahan NaOH. AlCl_3 dan AlCl_3+HCl . Analisis spektrum ^1H NMR memperlihatkan sepasang sinyal doublet ($J = 11,8$ Hz) pada δ_{H} 5,11 dan 4,68 ppm yang mengindikasikan senyawa **1** merupakan senyawa turunan dihidroflavonol (Tanjung, et al., 2012). Sementara itu, sepasang sinyal doublet ortho ($J = 8,4$ Hz) pada δ_{H} 7,44 dan 6,91 ppm yang merupakan ciri sinyal proton dari *p*-hidroksi benzen yang lazim ditemukan pada cincin B. Selain itu, sinyal singlet pada δ_{H} 6,17 ppm sinyal proton aromatis di cincin A. Sinyal proton yang terikat pada cincin A antara lain satu sinyal singlet dari substituen OCH_3 pada δ_{H} 3,92 ppm dan satu sinyal singlet dari substituen CH_3 pada δ_{H} 1,97 ppm yang mengindikasikan substituen metil dan metoksii terikat di C-6 dan C-7. Analisis spektrum ^{13}C NMR memperlihatkan adanya 15 sinyal karbon yang mewakili 17 sinyal karbon. Hal ini disebabkan adanya dua sinyal karbon yang simetris. Sinyal karbon karbonil terkonyugasi pada δ_{C} 199,3 ppm dan dua sinyal oksikarbon pada δ_{C} 83,6 dan 72,1 ppm merupakan ciri khas kerangka dihidroflavonol. Adanya empat sinyal karbon oksiaril pada δ_{C} 165,8; 161,4; 159,7 dan 158,3 ppm merupakan ciri khas sinyal karbon senyawa turunan aromadendrin. Berdasarkan data analisis spektrum ^1H dan ^{13}C NMR menegaskan bahwa struktur senyawa **1** adalah 6C,7-O-dimetil aromadendrin (Sinkkonen; 2005). Bukti yang mendukung hasil isolasi adalah senyawa 6C,7-O-dimetil aromadendrin didukung oleh spektrum 2D NMR yakni berdasarkan pengukuran HMQC dan HMBC. Analisis spektrum HMBC memperlihatkan korelasi proton pada δ_{H} 11,96 ppm dengan tiga sinyal atom karbon kuartener pada δ_{C} 159,7 (C-5), 104,06 (C-4a), dan 104,79 ppm (C-6), hal ini memperkuat bahwa kedudukan substituen metil CH_3 di C-6. Korelasi yang signifikan yang mendukung senyawa 6C,7-O-dimetil aromadendrin (**1**) dapat dilihat pada Gambar 1 dan Tabel 1.



Gambar 1. Spektrum HMBC yang penting pada 6C,7-O-dimetil aromadendrin (**1**)

Tabel 1. Data NMR 6C,7-O-dimetil aromadendrin dalam $\text{DMSO}-\delta_6$

No. C	δ_{H} (multiplicitas, J)	δ_{C}	HMBC
2	5,04 (d, 11,6 Hz)	83,6	C-3, C-4
3	4,59 (d, 11,6 Hz)	72,1	C-4, C-1'
4	-	199,3	-
4a	-	101,4	-
5	-	159,7	-
6	-	104,8	-
7	-	165,8	-
8	6,17 (s)	91,7	-
8a	-	161,4	-
1'	-	128,0	-
2'/6'	7,28 (d, 8,6 Hz)	130,2	C-2, C2'/6', C-4'
3'/5'	6,74 (d, 8,6 Hz)	115,4	C-1', C3'/5', C-4'
4'	-	158,3	-12
6-CH ₃	1,86 (s)	7,5	C-5, C-6, C-7
7-OCH ₃	3,77 (s)	56,7	C-7
3-OH	5,77 (d, $J = 6,2$ Hz)	-	-
5-OH	11,78 (br, s)	-	C-4a, C-5, C-6
4'-OH	9,52 (br, s)	-	C-4', C-3'/5'

Senyawa ploretin (**2**) berwujud padatan kuning dengan rumus molekul $\text{C}_{15}\text{H}_{15}\text{O}_5$ yang menunjukkan suatu ion kuasimolekul positif $[\text{M}+\text{H}]^+$ pada m/z 275,1667; Δ -1,3 ppm menurut hasil pengukuran spektrum massa ionisasi elektrosprey resolusi tinggi (HRESIMS). Analisis spektrum ^1H NMR memperlihatkan sepasang sinyal triplet ($J = 7,7$ Hz) pada δ_{H} 3,26 dan 2,88 ppm mengindikasikan ^1H NMR senyawa turunan dihidrocalkon (Syah et al., 2009). Sepasang sinyal proton aromatik, yakni sinyal doublet ortho ($J = 8,6$ Hz) pada δ_{H} 7,18 dan 6,83 ppm merupakan ciri sinyal proton aromatik yang tersubstitusi pada C-4 di cincin B. Adanya dua buah sinyal singlet yang masing-masingnya mewakili dua proton yakni δ_{H} ppm: 13,91 dan 6,00 ppm menunjukkan adanya dua buah proton yang simetris di cincin A. Analisis spektrum ^{13}C NMR memperlihatkan adanya 15 sinyal karbon yang mewakili 11 sinyal karbon yang disebabkan adanya empat karbon yang simetris sesuai dengan yang diperlihatkan pada spektrum ^1H NMR. Berdasarkan data spektrum HRESIMS, ^1H dan ^{13}C NMR maka senyawa **2** adalah 4,2',4',6'-tetrahidroksi-dihidrocalkon atau dikenal dengan nama ploretin (Qin et al., 2003).

Hasil uji aktivitas antioksidan terhadap radikal DPPH senyawa 6C,7-O-dimetil aromadendrin (**1**) dan ploretin (**2**) menunjukkan nilai IC_{50} sebesar 1512,1 dan 638,6 μM . Berdasarkan nilai tersebut menunjukkan bahwa senyawa kedua senyawa flavonoid hasil isolasi mempunyai aktivitas antioksidan yang lemah.

UCAPAN TERIMAKASIH

Kami mengucapkan terimakasih kepada Prof. Yana M. Syah, Prodi Kimia FMIPA Institut Teknologi Bandung atas pengukuran spektra NMR dan HRESIMS

SIMPULAN

Dua senyawa flavonoid, 6C,7-O-dimetil aromadendrin (**1**) dan ploretin (**2**) telah berhasil diisolasi dari batang *Bauhinia exelsa*. Struktur senyawa ditetapkan berdasarkan data spektroskopi UV, MS, 1D dan 2D NMR. Dengan ditemukan substituen 6C-metil pada senyawa 6C,7-O-dimetil aromadendrin (**1**) yang jarang ditemukan pada tanaman lain maka memberi peluang ditemukannya senyawa flavonoid baru pada genus *Bauhinia*.

DAFTAR PUSTAKA

- ² Boonphong, S., Puangsambat, P., Baramee, A., Mahidol, C., Ruchirawat, S. & Kitakoop, P. 2007, Bioactive Compounds from *Bauhinia purpurea* Possessing Antimalarial, Antimycobacterial, Antifungal, Anti inflammatory, and Cytotoxic Activities, *J. Nat. Prod.*, 70: 795-801.
- ⁹ Heyne, K., 1987. Tumbuhan Berguna Indonesia, Terjemahan Badan Litbang Kehutanan, Jilid III, Cetakan ke satu, Badan Penelitian dan Pengembangan Kehutanan, Jakarta: Departemen Kesehatan, .
- ⁸ Kadoma, Y., & Seiichiro, F. 2011, Radical-Scavenging Activity of Dietary Phytophenols in Combination with co-Antioxidants Using the Induction Period Method, *Molecules*, 16, 10457-10470.
- ⁶ Maillard, M. P., Recio, M. C., Saadou, M., Stoeckli E. H., and Hostettmann, K., 1991, Novel Antifungal Tetracyclic Compounds from *Bauhinia rufescens* Lam, *Helvetica Chimica Acta* 74 (77): 791-799.
- ¹ Qin, X.D. & Liu, J.K., 2003, A New Sweet Dihydrochalcone Glucoside from Leaves of *Lithocarpus pachyphyllus* (Kurz) Rehd. (Fagaceae), *Z. Naturforsch.*, 58: 759-761.
- ⁴ Salatino, A., Blatt, C.T.T., Dos Santos, D.Y.A.C. & Vaz, A.F., 1999, Foliar Flavonoids of Nine Species of *Bauhinia*, *Revista Brasileira de Botânica*, 22: 17–20.
- ⁷ Sinkkonen, J., Liimatainen, J., Karonen, M. & Pihlaja, K. 2005, A New Dihydroflavonol from *Pinus sylvestris* L., *Magn. Reson. Chem.*, 43: 348-349.
- ³ Syah, Y.M., Hakim, E.H., Achmad, S.A., Hanafi, M. & Ghisalberti, E.L. 2009, Isorpenylated Flavanones and Dihydrochalcones from *Macaranga trichocarpa*, *J. Nat. Prod Comm.*, 4: 1137-1140.
- ⁵ Tanjung, M., Hakim, E.H., Elfahmi, Latif, J. & Syah, Y.M., 2012, Dihydroflavonol and Flavonol Derivatives from *Macaranga recurvata*, *Nat. Prod. Comm.*, 7 (10): 1309-1310.
- ¹ Yadava, R. N. & Tripathi, P. 2000, A Novel Flavone Glycoside from the Stem of *Bauhinia purpurea*, *Fitoterapia*, 71: 88–90.

ISOLASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN SENYAWA FLAVONOID DARI BATANG BAUHINIA EXELSA

ORIGINALITY REPORT



PRIMARY SOURCES

1	mimoza.marmara.edu.tr	2%
2	academicjournals.org	1%
3	journals.itb.ac.id	1%
4	ww2.pgb.ufrpe.br	1%
5	es.scribd.com	1%
6	203.158.6.22:8080	1%
7	www.doria.fi	1%
8	iv.iiarjournals.org	1%
9	documents.mx	

10

www.nexoncn.com

Internet Source

1 %

11

Mulyadi Tanjung, Ratih Dewi Saputri, Tjitjik Srie Tjahjandarie. "5,9,11-Trihydroxy-10-(2"-hydroxy-3"-methylbut-3"-en-1-yl)-2,2-dimethyl-3-(2'-methylbut-3'-en-2'-yl)-2H,12H-pyrano[2,3-a]xanthen-12-one from Calophyllum pseudomole", Molbank, 2017

Publication

1 %

12

kuscholarworks.ku.edu

Internet Source

1 %

13

www.mdpi.com

Internet Source

1 %

14

www.jstage.jst.go.jp

Internet Source

1 %

15

www.freepatentsonline.com

Internet Source

<1 %

16

Houghton, P.J.. "Naphthaquinones and an alkaloid from roots of Newbouldia laevis", *Phytochemistry*, 19940419

Publication

<1 %

17

de la Fuente, G.. "Chromene amides from Amyris texana", *Phytochemistry*, 1991

<1 %

- 18 Liechti, C.. "Salicylanilides as inhibitors of the protein tyrosine kinase epidermal growth factor receptor", European Journal of Medicinal Chemistry, 200401 <1 %
- Publication
-
- 19 Hartmann, Anja, Andreas Holzinger, Markus Ganzenra, and Ulf Karsten. "Prasiolin, a new UV-sunscreen compound in the terrestrial green macroalga *Prasiola calophylla* (Carmichael ex Greville) Kützing (Trebouxiophyceae, Chlorophyta)", Planta, 2015. <1 %
- Publication
-
- 20 repository.ipb.ac.id <1 %
- Internet Source
-
- 21 repository.unhas.ac.id <1 %
- Internet Source
-
- 22 Jing-Jing Fang. "Flavonoids and Xanthones from *Tripterospermum chinense*", Chemistry of Natural Compounds, 07/2008 <1 %
- Publication
-
- 23 Zahida Parveen, Liu Yang, Yulin Deng, Muhammad Khalid Saeed, Rongji Dai, Yuhong Yu, Waqar Ahamad. "Isolation and Structure Elucidation of the Chemical Constituents from *Thesium chinense* Turcz", 2007 IEEE/ICME <1 %

International Conference on Complex Medical Engineering, 2007

Publication

Exclude quotes Off

Exclude bibliography On

Exclude matches Off

ISOLASI DAN UJI AKTIVITAS ANTIOKSIDAN SENYAWA FLAVONOID DARI BATANG BAUHINIA EXELSA

GRADEMARK REPORT

FINAL GRADE

/0

GENERAL COMMENTS

Instructor

PAGE 1

PAGE 2

PAGE 3
