

ISOLASI SENYAWA FLAVONOIDA DARI KULIT BATANG TUMBUHAN BALIK ANGIN (*Macaranga recurvata* Gage.)

Pelita Sianturi , Sovia Lenny, Lamek Marpaung

Departemen Kimia FMIPA USU
Jln. Bioteknologi No.01 Kampus USU Medan

Abstract

The isolation of flavonoid compound from the bark of Balik Angin (*Macaranga recurvata* Gage.) has been done by maceration technique with methanol solvent. The compound was separated used column chromatography with n-hexane-ethylacetate (90:10;80:20;70:30;60:40 v/v) as mobile phase and continued with thin layer chromatography preparatif with n-hexane-ethylacetate (70:30 v/v) as the mobile phase. The pure compound was brownish red pasta amount 10 mg and $R_f=0,33$. The structure was analyzed with Ultraviolet-Visible (UV-Vis), Infra red (FT-IR) and Nuclear Magnetic Proton ($^1\text{H-NMR}$) spectroscopy. Based on analyzed spectroscopy, the compound estimated as flavanone.

Keywords : Isolation, Flavonoid,, Chromatography, *M.recurvata* Gage.

1. Pendahuluan

Macaranga merupakan salah satu genus yang besar dari famili Euphorbiaceae, terdiri dari sekitar 300 spesies dengan penyebaran relatif luas, mulai dari Afrika dan Madagaskar di bagian barat hingga ke wilayah tropik Asia, Australia utara, dan kepulauan Pasifik di bagian timur (Blattner *et al*, 2001). Salah satu pusat penyebarannya adalah di wilayah tropika Indonesia, dimana kelompok tumbuhan ini dapat dijumpai di seluruh kawasan negeri ini, dan masyarakat lokal menyebutnya sebagai tumbuhan "mahang-mahangan". Umumnya tumbuhan *Macaranga* berupa semak atau pohon, dan menyukai tempat tumbuh yang banyak mendapat sinar matahari di hutan sekunder atau hutan yang sudah rusak. Oleh karena itu, tumbuhan ini dikenal sebagai tumbuhan pelopor, yang dapat mengembangkan kembali hutan yang sudah rusak. Secara tradisional, *Macaranga* banyak dimanfaatkan untuk keperluan bahan bangunan, seperti untuk tiang atau atap, dan pengobatan tradisional. Beberapa penggunaan sebagai obat tradisional yang penting antara sebagai obat diare, luka, dan batuk (Heyne, 1987).

Penelitian yang dilakukan sebelumnya pada beberapa spesies

Macaranga, diantaranya adalah isolasi senyawa flavanol dari ekstrak kloroform daun tumbuhan *M. denticulata* (Sutthivaiyakit *et al*,2001) , isolasi senyawa chromenoflavon dari ekstrak aseton daun tumbuhan *M. indica* (Sultana *et al*,1985) dan isolasi senyawa prenylated flavanon dari ekstrak diklorometan daun tumbuhan *M. pleiostemona* (Schutz *et al*,1995) yang mana memiliki aktivitas antibakterial.

Flavonoida adalah senyawa yang mengandung C_{15} terdiri atas dua inti fenolat yang dihubungkan dengan tiga satuan karbon (Sastrohamidjojo, 1996). Dalam tubuh manusia, flavonoida berfungsi sebagai antioksidan, sehingga sangat baik untuk pencegahan kanker. Manfaat flavonoida antara lain untuk melindungi struktur sel, meningkatkan efektivitas vitamin C, antiinflamasi, mencegah keropos tulang, dan sebagai antibiotik (Muhammad,2011).

Dari uji pendahuluan yang peneliti lakukan, yaitu dengan uji skrining fitokimia dengan pereaksi $\text{H}_2\text{SO}_{4(p)}$, FeCl_3 5%, NaOH 10% dan MgHCl menunjukkan bahwa ekstrak metanol daun tumbuhan *M.recurvata* Gage. mengandung senyawa flavonoida.

Dari uraian diatas dan berdasarkan literatur mengenai penelitian yang telah dilakukan terhadap beberapa spesies *Macaranga* maka peneliti tertarik melakukan penelitian terhadap kulit batang tumbuhan *M.recurvata* Gage., khususnya mengenai senyawa flavonoida yang terkandung di dalamnya.

Tujuan dari penelitian ini adalah untuk mengisolasi senyawa flavonoida dan menentukan golongan senyawa flavonoida dari kulit batang tumbuhan Balik Angin (*M.recurvata* Gage.).

Hasil dari penelitian ini diharapkan dapat memberikan sumber informasi ilmiah pada bidang kimia bahan alam dalam pengembangan ilmu kimia flavanoida dari kulit batang tumbuhan Balik Angin (*M.recurvata* Gage.)

2. Metode Penelitian

2.1. Alat

Gelas ukur, gelas Beaker, gelas Erlenmeyer, corong kaca, corong pisah, kolom kromatografi, tabung reaksi, rotarievaporator, labu alas, spatula, neraca analitis, bejana kromatografi lapis tipis, plat KLT, bejana KLT preparatif, lampu UV-254/356 nm, spektrofotometer UV-Visible, Spektrofotometer FT-IR, Spektrometer ¹H-NMR

2.2. Bahan

Kulit Batang Tumbuhan Balik Angin, metanol, *n*-heksana, etilasetat, aquadest, silika gel 40 (70-230 mesh) ASTM untuk kromatografi.kolom, FeCl₃ 5%, NaOH 10%, Mg-HCl, H₂SO_{4(p)}, HCl 6%, kloroform, plat KLT silika gel 60 F₂₅₄.

2.3. Prosedur Penelitian

2.3.1. Penyediaan Sampel

Sampel yang diteliti adalah kulit batang tumbuhan Balik Angin yang diperoleh dari area Sunggal, Deli serdang, Sumatera Utara. Kulit batang tumbuhan Balik Angin dikeringkan di udara terbuka, lalu dihaluskan sampai diperoleh serbuk kulit batang tumbuhan Balik Angin sebanyak 1500 gram.

2.3.2. Uji Pendahuluan Terhadap Ekstrak Metanol Kulit Batang Tumbuhan Balik Angin

Untuk mengetahui adanya senyawa flavonoida pada kulit batang tumbuhan Balik Angin, maka dilakukan uji pendahuluan secara kualitatif sebagai berikut :

- Dimasukkan ± 10 gram serbuk kulit batang Balik Angin (*M.recurvata* Gage.) yang telah dikeringkan dan dipotong-potong kecil ke dalam gelas Erlenmeyer
- Ditambahkan metanol ± 100 ml
- Didiamkan
- Disaring
- Dibagi ekstrak metanol ke dalam 4 tabung reaksi
- Ditambahkan masing-masing pereaksi
 - a. Tabung I : dengan FeCl₃ 5% menghasilkan larutan berwarna hitam
 - b. Tabung II : dengan H₂SO_{4(p)} menghasilkan larutan orange kekuningan
 - c. Tabung III : dengan Mg-HCl menghasilkan larutan berwarna merah muda
 - d. Tabung IV : dengan NaOH 10% menghasilkan larutan berwarna biru violet

2.3.3. Ekstraksi dan Fraksinasi Kulit Batang Tumbuhan Balik Angin

Serbuk kulit batang tumbuhan Balik Angin ditimbang sebanyak 1500 g, kemudian dimaserasi dengan metanol sebanyak ± 10 L sampai semua sampel terendam dan dibiarkan selama ± 72 jam. Maserat ditampung dan dipekatkan dengan menggunakan alat rotarievaporator sehingga diperoleh ekstrak pekat metanol. Kemudian diuapkan hingga semua pelarut metanol menguap. Lalu dilakukan pemisahan tanin dengan cara melarutkan fraksi metanol dengan etilasetat, dan disaring.

Filtrat kemudian dirotarievaporator lalu diuapkan hingga semua pelarut etilasetat menguap. Lalu fraksi etilasetat dilarutkan dengan metanol dan dipartisi berulang-ulang dengan *n*-heksana. Lapisan metanol dipisahkan dari lapisan *n*-heksana, lalu

dipekatkan kembali dengan rotarievaporator dan diuapkan sehingga diperoleh ekstrak pekat lapisan metanol. Fraksi metanol dihidrolisa dengan menggunakan HCl 6%. Kemudian disaring dan filtrat yang diperoleh diekstraksi partisi dengan kloroform secara berulang-ulang. Ekstrak kloroform dipekatkan kembali sehingga diperoleh ekstrak pekat kloroform sebanyak 0,7174 g.

2.3.4. Pemisahan Senyawa Flavonoida dengan Kromatografi Kolom

Pemisahan komponen dari ekstrak kloroform dilakukan secara kromatografi kolom. Fasa diam yang digunakan adalah silika gel 40 (70-230 mesh) ASTM dan fasa gerak yaitu *n*-heksana 100%, campuran pelarut *n*-heksan : etilasetat dengan perbandingan (90:10;80:20;70:30;60:40 v/v).

Terlebih dahulu dibuburkan silika gel 40 (70-230 mesh) ASTM dengan menggunakan *n*-heksana, diaduk-aduk hingga homogen lalu dimasukkan ke dalam kolom kromatografi. Kemudian dielusi dengan menggunakan *n*-heksana 100% hingga silika gel padat dan homogen. Dimasukkan 0,7174 g ekstrak metanol kulit batang tumbuhan Balik Angin ke dalam kolom kromatografi yang telah berisi bubuk silika gel, lalu ditambahkan fasa gerak *n*-heksan : etilasetat (90:10 v/v) secara perlahan – lahan, dan diatur sehingga aliran fasa yang keluar dari kolom sama banyaknya dengan penambahan fasa gerak dari atas. Ditingkatkan kepolaran dengan menambahkan fasa gerak *n*-heksana : etilasetat dengan perbandingan (80:20;70:30 dan 60:40v/v). Hasil yang diperoleh ditampung dalam botol vial setiap 14 ml , lalu di KLT dan digabung fraksi dengan harga Rf yang sama lalu diuji dengan FeCl₃ 5%. Kemudian diuapkan sampai terbentuk pasta.

2.3.5. Pemurnian

Pasta yang diperoleh dari kromatografi kolom dilarutkan kembali dengan metanol lalu dianalisis KLT untuk mengetahui apakah senyawa yang diperoleh sudah murni atau belum sekaligus mencari fasa gerak yang sesuai untuk preparatif KLT. *n*-heksana : etilasetat (70 : 30 v/v) adalah fasa

gerak yang menunjukkan pemisahan paling baik untuk selanjutnya digunakan untuk menjenuhkan bejana KLT preparatif. Sedangkan pasta yang telah dilarutkan tadi ditotolkan secara perlahan – lahan dan sama rata disepanjang tepi bawah pelat KLT yang telah diaktifkan. Plat dimasukkan kedalam bejana yang berisi pelarut yang dijenuhkan, kemudian ditutup. Setelah dielusi, plat dikeluarkan dari bejana, dikeringkan, dan hasilnya diperiksa di bawah sinar UV-254/356 nm. Tiap zona diberi tanda dan dikeruk lalu dielusi dengan metanol-etilasetat (1:1). Hasil elusi diuapkan hingga diperoleh pasta.

2.3.6. Uji Kemurnian Hasil Isolasi dengan Kromatografi Lapis Tipis (KLT)

Uji kemurnian pasta dilakukan dengan kromatografi lapis tipis dengan menggunakan fasa diam silika gel 60 F₂₅₄ dengan fasa gerak *n*-heksan : etilasetat (70:30 v/v).

Dimasukkan 10 ml larutan fasa gerak ke dalam bejana kromatografi, lalu dijenuhkan. Ditotolkan pasta yang sebelumnya dilarutkan dengan etilasetat pada plat KLT. Dimasukkan plat KLT tersebut ke dalam bejana kromatografi yang telah jenuh. Setelah pelarut fasa gerak merembes sampai batas tanda, plat KLT dikeluarkan dari bejana, dikeringkan, dan difiksasi dengan menggunakan pereaksi FeCl₃ 5% dalam metanol menghasilkan bercak berwarna hitam yang menunjukkan adanya senyawa flavonoida.

2.3.7. Identifikasi Senyawa Hasil Isolasi

2.3.7.1. Identifikasi dengan Spektrofotometer UV-Visible

Analisis dengan alat Spektrofotometer UV-Visible diperoleh dari Laboratorium Pusat Penelitian Kimia - LIPI, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang dengan menggunakan metanol sebagai pelarut.

2.2.7.2. Identifikasi dengan Spektrofotometer Inframerah (FT-IR)

Analisis dengan alat Spektrofotometer FT-IR diperoleh dari

Laboratorium Pusat Penelitian Kimia - LIPI,
Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang.

2.2.7.3. Identifikasi dengan Spektrometer Resonansi Magnetik Inti Proton (¹H-NMR)

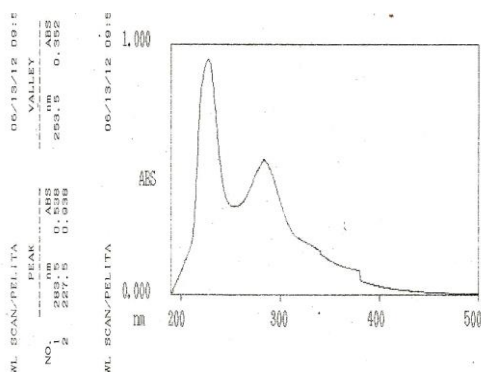
Analisis dengan alat Spektrometer ¹H-NMR diperoleh dari Laboratorium Pusat Penelitian Kimia - LIPI, Kawasan PUSPIPTEK Serpong, Tangerang dengan menggunakan aseton sebagai pelarut.

3. Hasil dan Diskusi

Hasil skrining fitokimia terhadap ekstrak metanol dari kulit batang tumbuhan Balik Angin (*M.recurvata* Gage.) menunjukkan bahwa sampel positif terhadap pereaksi – pereaksi flavonoida.

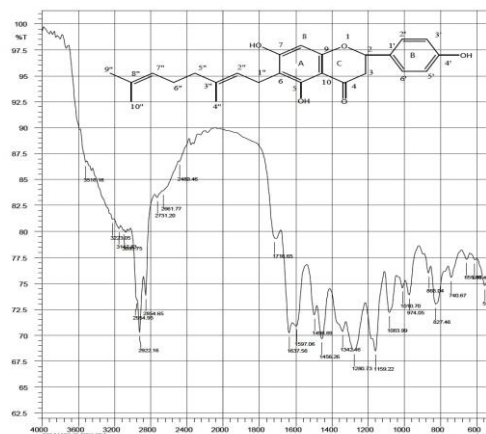
Hasil isolasi senyawa flavonoida dari kulit batang tumbuhan Balik Angin berupa berbentuk pasta, berwarna merah kecoklatan dengan berat = 10 mg dan harga Rf = 0,33 diperoleh dengan menggunakan fase gerak *n*-heksana : etilasetat (70:30 v/v), positif terhadap pereaksi flavonoida.

Dari hasil analisis Spektrofotometer Ultraviolet – Visible (UV – Visible) dengan pelarut metanol (gambar 1) memberikan panjang gelombang maksimum (λ maks) 227,5 dan 283,5 nm.



Gambar 1. Spektrum UV-VISIBLE Senyawa Hasil Isolasi

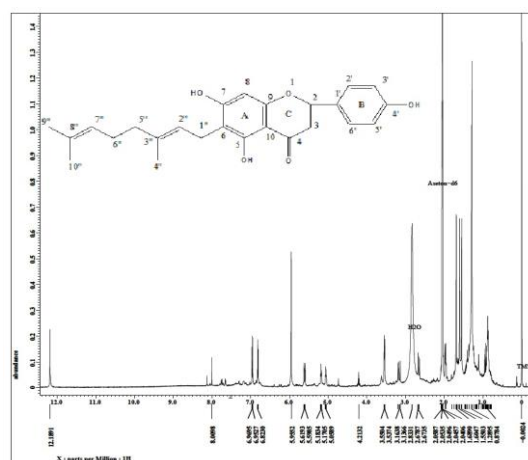
Hasil analisis Spektrofotometer FT-IR dari pasta hasil isolasi yang ditunjukkan pada Gambar 2



Gambar 2. Spektrum FT-IR Senyawa Hasil Isolasi

Dari Gambar 2 ditunjukkan bahwa pada bilangan gelombang 3223,05 cm^{-1} puncak sedang menunjukkan adanya vibrasi ulur –OH, pada bilangan gelombang 1637,56 cm^{-1} puncak sedang menunjukkan adanya vibrasi ulur ikatan rangkap C=O dari keton, pada bilangan gelombang 1280,73 cm^{-1} puncak tajam menunjukkan adanya vibrasi ulur C-O dari gugus alkohol dan pada bilangan gelombang 1159,22 cm^{-1} puncak tajam menunjukkan adanya vibrasi ulur C-O-C.

Hasil analisis Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti Proton (¹H-NMR) senyawa hasil isolasi dengan menggunakan pelarut aseton-*d*₆ dan TMS sebagai standar (Gambar 3).



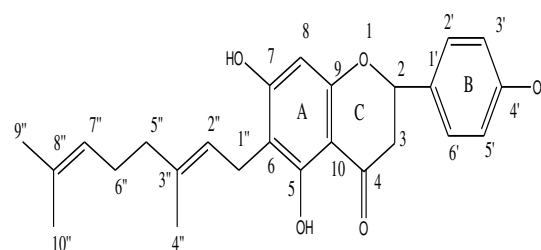
Gambar 3. Spektrum ¹H-NMR Senyawa Hasil Isolasi

Hasil analisis Spektroskopi Resonansi Magnetik Inti Proton ($^1\text{H-NMR}$) senyawa hasil isolasi memberikan signal – signal pergeseran kimia khas flavonoida dimana pada pergeseran kimia 12,1819 ppm terdapat puncak sedang yang menunjukkan adanya gugus OH, pada pergeseran kimia 6,0-7,0 ppm terdapat puncak doublet yang menunjukkan adanya proton-proton dari gugus aromatis senyawa flavonoida. Adapun hasil analisis Spektroskopi Resonansi Inti Proton senyawa hasil isolasi menunjukkan signal-signal pergeseran kimia yang hampir sama dengan senyawa Prenylated Flavanones dari tumbuhan *M. pleiostemona* (Schutz,B.et.al.,1995) yang dipaparkan pada Tabel 1.

Tabel 1. Perbandingan $^1\text{H-NMR}$ dari hasil isolasi dengan senyawa Prenylated Flavanones

Hasil Isolasi (ppm) / Bentuk Puncak	Prenylated Flavanones (ppm)/Bentuk Puncak(Schutz, B.1995)	Proton
12,1891 (s)	12,83 (s)	OH-5
5,5985 (dd)	4,76 (dd)	2
3,1366 (k)	2,63 (dd)	3ax
2,6398 (dd)	2,37 (dd)	3eq
5,9552 (s)	5,96 (d)	8
6,9527 (d)	7,05 (d)	2'
6,9527 (d)	6,9 (dd)	6'
6,8061(d)	-	3'
6,8061 (d)	6,54 (d)	5'
3,5374 (d)	3,33 (d)	1''
5,1705 (t)	5,38 (t)	2''
5,0459 (t)	-	7''
2,6398 (dd)	2,06 (m)	5''
2,6398 (dd)	2,15 (m)	6''
1,6890 (s)	1,64 (s)	4''
1,6047 (s)	1,56 (s)	9''
1,5503 (s)	1,71 (s)	10''

Dari hasil pembahasan diatas, berdasarkan skrining fitokimia, data spektrum FT-IR dan dengan membandingkan data $^1\text{H-NMR}$ senyawa hasil isolasi dengan data $^1\text{H-NMR}$ dari senyawa flavanon dengan substitusi geranyl yang diisolasi dari *Macaranga pleiostemona* (Schutz,B.et.al.,1995) dapat disimpulkan bahwa besar kemungkinan pasta yang diisolasi dari kulit batang tumbuhan Balik Angin (*M.recurvata* Gage.) adalah senyawa flavonoida golongan Flavanon dengan kerangka struktur sebagai berikut:



Flavanon

4. Kesimpulan dan Saran

4.1. Kesimpulan

Hasil isolasi yang diperoleh dari 1500 g kulit batang tumbuhan Balik Angin (*M.recurvata* Gage.) merupakan pasta berwarna merah kecoklatan, diperoleh sebanyak 10 mg, $R_f = 0,33$, positif terhadap pereaksi flavonoida dan hasil analisis dengan Spektrofotometri UV-Visible, Spektrofotometri Infra Merah (FT – IR) dan Resonansi Magnetik Inti Proton ($^1\text{H-NMR}$) menunjukkan bahwa hasil isolasi dari kulit batang Balik Angin (*M.recurvata* Gage.) adalah senyawa flavonoida golongan flavanon.

4.2. Saran

Perlu dilakukan analisis Spektroskopi Massa, $^{13}\text{C-NMR}$ agar diperoleh data-data yang lebih mendukung untuk menentukan struktur senyawa flavonoida yang diperoleh dari hasil isolasi.

5. Daftar Pustaka

- Anonim.2012.Macaranga recurvata
Gage.www.nationaalherbarium.nl/ma
cmalborneo/ Macaranga20recurvata

- Blattner, F.R., Weising, K., Banfer, G., Maschwitz, U., Fiala, B., 2001. "Molecular analysis of phylogenetic relationships among Myrmecophytic *Macaranga* species (*Euphorbiaceae*)". Mol. Phylogen. Evol.
- Heyne, K., 1987. *Tumbuhan Berguna Indonesia, Jilid I*, Yayasan Sarana Wanajaya, Jakarta.
- Markham, K.R. 1988. *Cara Mengidentifikasi Flavonoida*. Terjemahan Kosasih Padmawinata. Bandung: ITB Press.
- Muhammad, A. 2011. *Sarang Semut dan Buah Merah Pembasmi Ragam Penyakit Ganas*. Jakarta: Laksana
- Sastrohamidjojo, H. 1985. *Kromatografi*. Edisi Pertama. Cetakan
- Pertama. Yogyakarta: Penerbit Liberty.
- Schutz, B. 1995. *Prenylated Flavanones from Leaves of Macaranga Pleiostemona*. Phytochemistry, vol. 40, No. 4, pp. 1273-1277
- Sultana, S. 1986. *Chromenoflavones from Macaranga Indica*. Phytochemistry, vol. 25, No. 4, p. 953-954
- Sutthivaiyakit, S. 2002. *Diterpenylated and Prenylated Flavonoids from Macaranga denticulata*. Tetrahedron 58, 3619-3622